

# componentes de *chrysanthemum indicum*, linnaeus (var. cult.)

J. de Pascual-T., I.S. Bellido, V.J.R. Salado, F. Moliner y M.R. Alberdi

Departamento de Química Orgánica. Facultad de Química, Universidad de Salamanca (España)

## Resumen

El aceite esencial de *Chrysanthemum indicum*, Linnaeus (var. cult.) está constituido por monoterpenos y sesquiterpenos con una gran variedad de esqueletos carbonados.

Los componentes mayoritarios de la fracción no volátil en corriente de vapor son triterpenos pentacíclicos.

## Summary

The essential oil from *Chrysanthemum indicum*, Linnaeus (var. cult.) is composed by monoterpenes and sesquiterpenes with a great variety of carbon skeletons.

The major components from the non-volatile steam fraction are pentacyclic triterpenes.

## Riassunto

L'olio essenziale di *Chrysanthemum indicum*, Linnaeus (var. cult.) è costituito da monoterpeni e sesquiterpeni con una gran varietà di scheletri carbonati.

I componenti maggioritari della frazione non-volare in corrente di vapore, sono triterpeni pentaciclici.

\* \* \*

## INTRODUCCION

Hace ya algunos años, abordamos en este Departamento de Química Orgánica, el estudio del principio fisiológicamente activo del aceite esencial

de *Chrysanthemum indicum* L. (var. cult.) [1] la (+)-crisantenona, que es el componente mayoritario del aceite, con actividad sobre el estribo palidus y que inhibe las convulsiones provocadas por la nicotina [2].

Ahora, hemos vuelto sobre el tema y abordamos el estudio de los componentes minoritarios del aceite esencial y de la fracción no volátil del extracto de hexano, cuyos resultados se exponen en la presente comunicación.

## RESULTADOS Y DISCUSION

### Aceite esencial

El aceite esencial se obtiene por destilación en corriente de vapor del extracto de hexano de las partes aéreas de la planta, secada al aire y finalmente triturada, con un rendimiento del 0,1% aproximadamente.

El aceite esencial bruto es de  $n_D^{25} = 1,4780$ ,  $\rho^{25} = 0,852$  y  $[\alpha]_D = +17,4^\circ$  (c, 2,66, clor.) y está constituido por monoterpenos y sesquiterpenos, que se aislan mediante cromatografías sucesivas de columna seca, columna y capa fina, sobre gel de sílice o gel de sílice impregnado de nitrato de plata (10%), hasta obtener muestras puras de los distintos componentes.

Los componentes aislados cromatográficamente puros, se identifican por comparación de sus propiedades espectroscópicas con los de muestras

Tabla 1

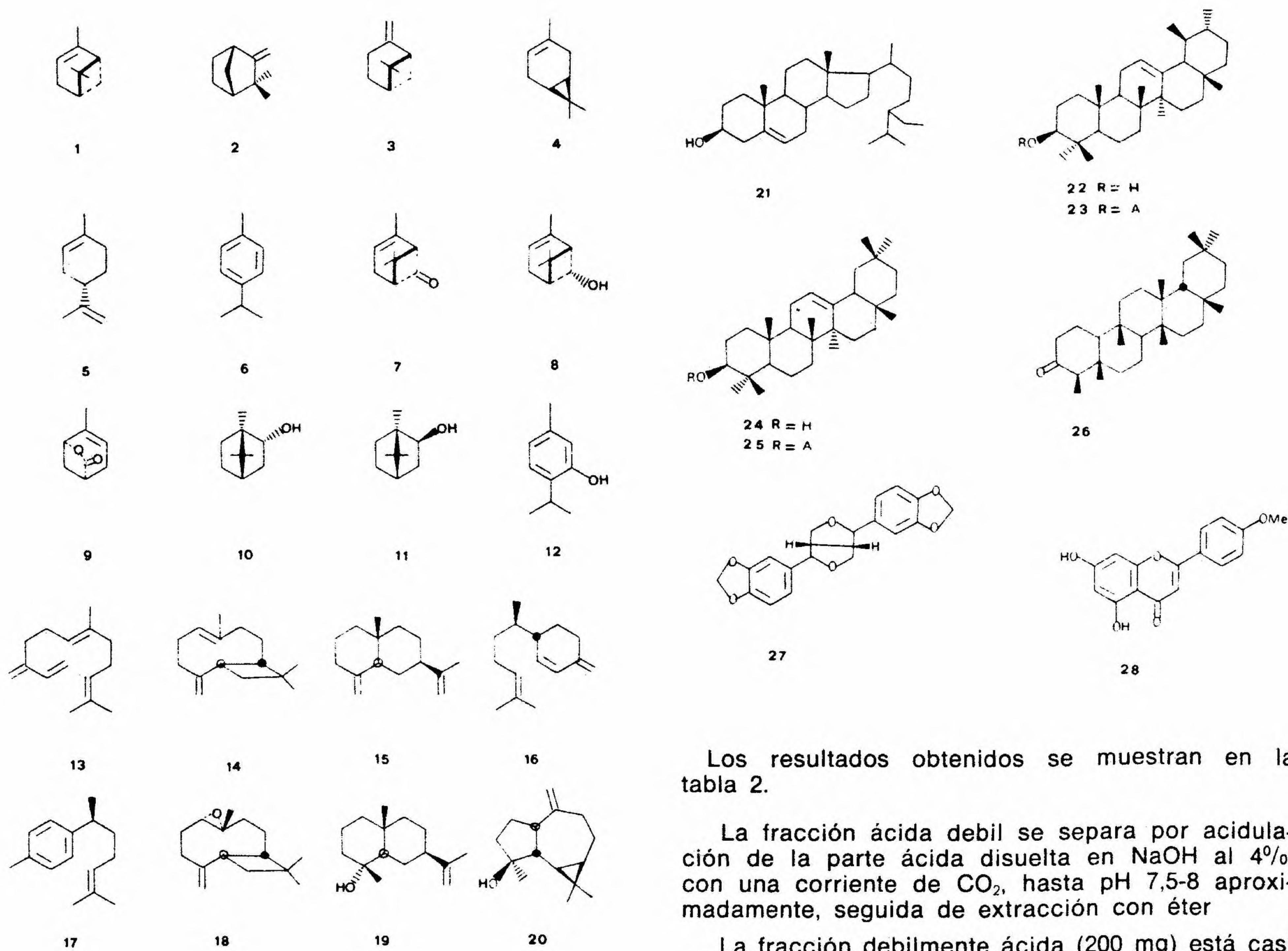
Composición	%	$[\alpha]_D$	Identificación	Bibliografía
1. $\alpha$ -Pineno	8,50	25°	IR, RMN	*
2. Canfeno	0,93		Tr Cr G/L	*
3. $\beta$ -Pineno	1,50		Tr Cr G/L	*
4. $\Delta^3$ -Careno	1,00		Tr Cr G/L	*
5. Limoneno	10,70	- 115°	IR, RMN	*
6. $p$ -Cimeno	1,07		Tr Cr G/L	*
7. Crisantenona	43,24	+ 76,98°	UV IR, RMN, SMC	1 3
8. Crisanteno	1,01	22,44°	IR, RMN	1 3
9. Filifolida A	1,24	- 38°	IR, RMN, EM	4
10. Borneol	4,47	+ 19°	IR, RMN	*
11. Isoborneol	1,20	-	Tr Cr G/L	*
12. Timol	1,43		IR, RMN	*
13. $\beta$ -Farneseno	1,07		IR, RMN, EM	5
14. $\beta$ -Cariofileno	0,72	10°	IR, RMN, EM	6
15. $\beta$ -Selineno	0,65	+ 15°	IR, RMN, EM	7
16. $\beta$ -Sesquifelandreno	0,68		UV IR, RMN, EM	8
17. ar-Curcumeno	1,14	10,6°	IR, RMN, EM	9
18. Oxido cariofileno	12,36	- 53,7°	IR, RMN, EM	6
19. Selin-11-en-4 $\alpha$ -ol	1,57	- 15,7°	IR, RMN, EM	10
20. Espanulenol	0,98	+ 16,1°	IR, RMN, EM	11

\* Identificados por comparación con muestras auténticas.

**Tabla 2**

Composición	PF	$[\alpha]_D$	$M^+$	Bibliografía
21. $\beta$ -Sitosterol	137°	— 33°	414	*
22. $\alpha$ -Amirina	184-5°	— 80°	426	* 12
23. Acetato de $\alpha$ -amirina	224°	+ 77,5°	468	*
24. $\beta$ -Amirina				G/L * 12
25. Acetato de $\beta$ -amirina				G/L *
26. Friedelina	257-8°	— 19°	426	13
27. Sesamina	123°	+ 58,4°	354	14

\* Identificados por comparación con muestras auténticas.



Los resultados obtenidos se muestran en la tabla 2.

La fracción ácida débil se separa por acidulación de la parte ácida disuelta en NaOH al 4%, con una corriente de  $\text{CO}_2$ , hasta pH 7,5-8 aproximadamente, seguida de extracción con éter.

La fracción débilmente ácida (200 mg) está casi exclusivamente constituida por acacetina, 28, que después de purificada por cromatografía preparativa de capa fina, seguida de recristalización en acetona-metanol, funde a 262° y fue identificada por comparación de sus propiedades espectroscópicas, con los datos suministrados por la bibliografía [15] UV  $\lambda_{\text{max}}^{\text{EtOH}}$  a 268 y 329 nm IR (KBr) 3.140, 1.660, 1.610, 1.590, 1.570, 1.550, 1.500, 1.440, 1.350, 1.310, 1.275, 1.170, 1.150, 1.100, 1.080, 1.020, 890, 825, 810, 790, 765, 740  $\text{cm}^{-1}$ .

La acetilación de 28 a la temperatura ordinaria, conduce a un diacetato de PF 203° (MeOH). IR: 1.770, 1.760, 1.640, 1.510, 1.420, 1.365, 1.250, 1.175, 1.130, 1.095, 1.080, 1.020, 970, 910, 895, 855, 825, 770  $\text{cm}^{-1}$  RMN ( $\text{CDCl}_3$ )  $\delta$  = 2,33 (3H, s), 2,42 (3H, s), 3,85 (3H, s), 6,58 (1H, s), 6,83 (1H, d,  $J$  = 2 Hz), 7,01 (2H, d,  $J$  = 9 Hz), 7,34 (1H, d,  $J$  = 2 Hz), 7,81 (2H, d,  $J$  = 9 Hz) ppm.

\* \* \*

## Bibliografia

- [1] J. DE PASCUAL T., BELLIDO H.S., BELLIDO I.S., *An. Quim.*, 58 B, 339 (1962).
- [2] OPSINA H., *Tesis doctoral*, Facultad de Medicina, Universidad de Salamanca (1965).
- [3] GONZALEZ A.S., *Tesis doctoral*, Facultade de Ciencias, Universidad de Salamanca (1974).
- [4] TORRANCE S.J., STEELINK C., *J. Org. Chem.*, 39, 1068 (1974).
- [5] CORNELL D.W., SUTHERLAND M.D., *Austr. J. Chem.*, 19, 283 (1966).
- [6] J. DE PASCUAL TERESA, BELLIDO I.S., SAN FELICIANO A., BARRERO A.F., *An. Quim.*, 72, 657 (1976).
- [7] GANTER C., KELLER-WOJTKIEWICZ B., *Helv. Chim. Acta*, 54, 183 (1971).
- [8] MOSHOMAS M.G., LUND E.D., *The Flavour Ind.*, 1970, 375 y bibliografía allí citada.
- [9] DAMOVARAN N.P. y col., *Tetrahedron*, 24, 4113 (1968); ALEXANDER J., RAO G.S.K., *Indian J. Chem.*, 9, 776 (1971).
- [10] J. DE PASCUAL T., BELLIDO I.S., GONZALEZ M.S., *An. Quim.*, 74, 91 (1978) y bibliografía allí citada.
- [11] ABE H., KAWASHIMA T., MARUTA I., KODAMA M., ITO S., *Phytochemistry* 10, 3330 (1971).
- [12] J. DE PASCUAL T., URONES J.G., SANCHEZ A., BASABE P., *An. Quim.*, 74, 675 (1978) y bibliografía allí citada.
- [13] AGETA H., IWATA K., *Tetrahedron Letters*, 1966, 6039; VERPOORTE R., TAKAHASHI T., *Bull. Chem. Soc. Japan*, 46, 959 (1973).
- [14] WEINGES W., *Ber.*, 94, 2522 (1961); JONES A. y col., *J. Org. Chem.*, 27, 3232 (1962).
- [15] BAKER W., HEMMING R., OLLIS W.D., *J. Chem. Soc.*, 1951 691, *Ibid.*, 1963, 1477