

# Aislamiento de 5-Hidroxi-7, 4'-Dimetoxiflavona del EUPATORIUM AMPLUM Benth (Compositae)

Cecilia E. de Pérez, Ana M. Roa y Yolanda Castellanos  
Sección de Química, Orgánica, Departamento de Química  
Universidad Nacional, Bogotá

## SUMARIO

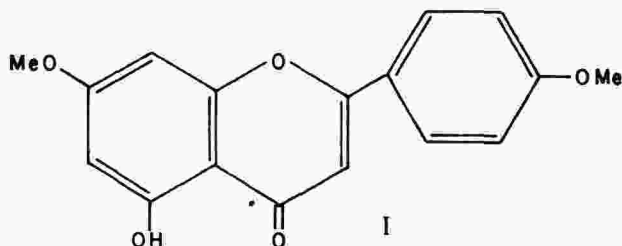
El compuesto 5-hidroxi-7,4'-dimetoxiflavona (I) fue aislado de un extracto etanólico de las hojas del *Eupatorium amplum* Benth. Esta fue caracterizada con base en su estudio espectroscópico.

## ABSTRACT

From an ethanolic extract of leaves of *Eupatorium amplum* Benth was isolated the 5-hydroxy-7,4'-dimethoxyflavone (I). Its structure was confirmed by spectral methods.

## INTRODUCCION

De plantas pertenecientes al género *Eupatorium* se han aislado varios tipos de compuestos, entre ellos lactonas sesquiterpénicas y flavonoides, habiendo presentado algunos de ellos actividad biológica (1,2). Se han estudiado cerca de 50 especies de dicho género, habiéndose aislado estructuras flavonoides de aproximadamente 22 especies; entre ellos flavonas, flavononas, flavonoles, dihidroflavonoles, isoflavonas y chalconas (3, 4, 5).



Como parte de un estudio que hemos comenzado con especies de este género frecuentemente encontradas en nuestro país, mostramos aquí el aislamiento y caracterización de la 5-hidroxi-7,4'-dimetoxiflavona ó metil acetina (I) de las hojas de *Eupatorium amplum* B., planta que crece como maleza en las cercanías de Bogotá, y de la cual no se conoce ningún estudio químico previo.

## RESULTADOS Y DISCUSION

De la fracción soluble en diclorometano, procedente del fraccionamiento del extracto etanólico (libre de clorofilas) entre diclorometano-agua, se aisló un compuesto amarillo de estructura flavonoide (prueba de Shinoda positiva). Este presentó características de flavona con OH en posición 5, en base al estudio de sus espectros U.V., según Mabry y colaboradores (6) así: presencia de  $\lambda$  max en 328 y 270 nm; formación de un complejo estable con  $AlCl_3$ ; el espectro obtenido después de adición de  $AlCl_3$ , presentó desdoblamiento en 4 máximos con un desplazamiento batocrómico de 48 nm de la banda  $I_a$  con respecto a la banda I original; este último espectro no fue alterado por adición de HCl. Se descarta la presencia de OH en las posiciones 3, 7, 4' y en posiciones adyacentes, debido a que el espectro original no es alterado por adición de NaOAc ó  $NaOAc - H_3BO_3$ .

El E.M. presenta un ión molecular a m/e 298 (100%) que está de acuerdo con un peso molecular calculado para  $C_{17}H_{14}O_4$ . Las señales a m/e 166 y 132 indican que en cada uno de los anillos A y B se encuentra un grupo metoxilo como constituyente; los otros valores se pueden racionalizar con base en las fragmentaciones propuestas para las flavonas en general (7).

El espectro  $RMN^1H$  confirma la presencia de los grupos metoxilos y permite localizarlos en las posiciones 7 y 4', con base en la siguiente asignación ( $\delta$ , asignación): 3.85 (2 MeO), 6.35 (H en 6), 6.49 (H en 8), 6.60 (H en 3), 6.95 (H en 3' y H en 5'), 7.80 (H en 2' y H en 6'), 12.80 (OH) (I).

Además de los datos anteriores se observó en el espectro I.R., entre otras las siguientes absorciones ( $cm^{-1}$ ): 3.400 (OH); 3.070, 1.605, 1.580, 1.510 (aromaticidad); 1.660 (C = O). El punto de fusión está de acuerdo con el publicado por Bauer y colaboradores (8).

Esta flavona, no parece estar entre las más frecuentemente encontradas en las plantas ya que solo se ha publicado su aislamiento del abedul (8), del *Rosmarinus officinalis* L. (9), del *Baccharis rhomboidalis* R. (10) y del *Eupatorium tinnifolium* (11).

## PARTE EXPERIMENTAL

Los espectros UV fueron tomados en solución metanólica en un espectrofotómetro Beckman, DBG. El IR en un Perkin Elmer 467, el EM en un Perkin Elmer 270 B (las intensidades dadas son aproximadas) y el  $RMN^1H$  en un Perkin Elmer R 12 B.

La planta recolectada en el alto de San Miguel (2.750 m), sobre la carretera que de Bogotá conduce a Fusagasugá; fué determinada por el profesor R. Jaramillo del Instituto de Ciencias Naturales de la Universidad Nacional de

Colombia. Un ejemplar reposa en el Herbario Nacional con el N° COL 107104. Las hojas secas y molidas (1.9 Kg) se extrajeron con EtOH en soxhlet, durante 48 hr. El extracto etanólico se evaporó a presión reducida, se redisolvió en la mínima cantidad de EtOH y se adicionó en agua caliente lentamente hasta fin de precipitación (1:1). Después de 24 hr. de reposo, el líquido sobrenadante se decantó y se evaporó a presión reducida, obteniéndose un jarabe de color café (33.8 g). Este residuo se sometió a una participación diclorometano-agua. La solución en diclorometano se secó y se evaporó a presión reducida, obteniéndose un jarabe (13.1 g), el cual se fraccionó por cromatografía en columna de sílica gel (150 g), utilizando como eluente diclorometano y mezclas diclorometano-metanol de polaridad creciente. Se colectaron fracciones de 10 ml que se controlaron por CCD. De las 25 primeras fracciones (eluidas con diclorometano) se aisló por precipitación con MeOH la **5-hidroxi-7,4'-dimetoxiflavona** (I), recristalizada en CHCl<sub>3</sub>-MeOH (8:2) (30 mg) y que presentó las siguientes características:

- pf: 174-175 °C; Prueba de Shinoda: coloración roja
- I R (KBr): 3.420, 3.070, 2.920, 2.840, 1.660, 1.605, 1.580, 1.510, 1.380, 1.270, 835, 803 cm<sup>-1</sup>.
- U V (MeOH): 328, 270; (AlCl<sub>3</sub>) 376, 341, 302, 275; (AlCl<sub>3</sub>-HCl) 376, 341, 302, 275; (MeONa) 288; (AcONa) y (AcONa- H<sub>3</sub>BO<sub>3</sub>) 328 y 270 nm.
- RMN<sup>1</sup>H (60 MHz, CDCl<sub>3</sub>); δ (multiplicidad, integración): 3.85 (s, 6H), 6.35 (s, 1H), 6.49 (s, 1H), 6.60 (s, 1H), 6.95 (d, J=9, 2H), 7.80 (d, J=9, 2H), 12.80 (s, 1H).
- E. M.; m/e (intensidad aprox.): 298 (100), 270 (32), 255 (29), 166 (25), 138 (19), 135 (32), 132 (28), 117 (13).

Las otras fracciones eluidas de la columna con diclorometano-metanol, han presentado gran complejidad y actualmente se adelanta el aislamiento de otras flavonas y su caracterización.

## AGRADECIMIENTOS

El presente trabajo se realizó gracias a los aportes del Departamento de Química y del Proyecto Multinacional de Química O.E.A.

## BIBLIOGRAFIA

1. S. Kupchan et al, Tetrahedron, **25**, 1603 (1969)
2. S. Kupchan et al, J. Org. Chem., **38**, 2189 (1973)
3. G. Ferraro and J. Coussio, Phytochemistry, **12**, 1825 (1973)
4. P.K. Bose et al, Phytochemistry, **12**, 667 (1973)
5. E.O. Arene, G.R. Pettit and R.H. Ode, Lloydia, **41**, 186 (1978) In: C.A. **89** (5), 39397x (1978)
6. T.L. Mabry, K.R. Markham and M.B. Thomas, "The systematic identification of Flavonoids", Springer Verlag, Berlin, 1970, Cap. 5, pp 41-52

7. T.L. Mabry, *Rev. Latinoamer. Quím.*, **6**, 105 (1975)
8. K.H. Bauer and H. Dietrich, *Ber.*, **66B**, 1053 (1933) In: C.A. 4801 (1933)
9. C.H. Brieskorn und H.J. Domling, *Arch. Pharmaz.*, **300**, 1042 (1967) In: C.H. Brieskorn und H. Michel, *Tetrahedron Letters*, 3447 (1968)
10. M. Silva and J.M. Mundaca, *Phytochemistry*, **10**, 1942 (1971)
11. B. Moreno, G. Delle Monache y G.B. Marini Bettolo, *Noticias Químicas*, **4**, 4 (1977)