

Fracionamento do óleo essencial de *Anemia tomentosa* var. *anthriscifolia* por Cromatografia Contra-corrente.

Shaft Corrêa Pinto¹ (PG)*, Fernanda das Neves Costa (PG)¹, Danilo Ribeiro de Oliveira¹ (PG),
Gilda G. Leitão¹ (PQ), Humberto R. Bizzo³ (PQ), Suzana G. Leitão² (PQ).
*shaftcp@yahoo.com.br

¹Núcleo de Pesquisa de Produtos Naturais – NPPN / CCS / UFRJ

²Faculdade de Farmácia – DPNA / CCS / UFRJ; ³Embrapa Agroindústria de Alimentos.

Palavras Chave: *Anemia tomentosa*, Óleo essencial, Cromatografia Contra-Corrente.

Introdução

A família Anemiaceae (Pteridófitas) é constituída por apenas um gênero com mais de 100 espécies terrestres, distribuídas nas Américas, África, Índia e ilhas do Oceano Índico¹. Existem quatro variedades de *Anemia tomentosa* reconhecidas, sendo *A. tomentosa* var. *anthriscifolia* a principal². A espécie coletada de encosta rochosa de Bom Jesus do Itabapoana, RJ, teve suas exsiccatas depositadas no Herbário do Instituto Jardim Botânico do Rio de Janeiro (RB438910).

O óleo essencial extraído pelo método de Clevenger foi analisado por CG-EM e CG-DIC. Em sua composição apresentou os sesquiterpenos triquinânicos e como constituintes majoritários o pré-silfiperfolano-1-ol (31,2%) e o silfiperfol-6-eno (13,4%). Este óleo essencial apresenta composição semelhante à do óleo essencial caracterizado de *A. tomentosa* var. *anthriscifolia* coletada em Vila Velha, ES³.

A cromatografia contra-corrente (CCC) é um método cromatográfico de separação líquido-líquido sem o uso de suportes sólidos. O aparelho de CCC da P. C. Inc. é um equipamento com coluna de rotação planetária. Colunas deste tipo promove agitação vigorosa do sistema de solventes realizando cerca de 13 partições por segundo⁴. A rotação utilizada normalmente de 800rpm promove separações rápidas e eficientes.

Resultados e Discussão

A separação por CCC foi realizada no equipamento da P.C. Inc. Para a escolha do sistema bifásico de solventes para o fracionamento do óleo essencial de *A. tomentosa* foram feitos testes de partição com acetonitrila, hexano e acetato de etila em diferentes proporções para testar o comportamento dos constituintes do óleo essencial. No sistema hexano/acetonitrila (1:1, v/v), as substâncias se distribuíram de forma uniforme entre as duas fases. A adição do acetato de etila em pequenas quantidades não alterou a distribuição das substâncias entre as duas fases do sistema bifásico de solventes. O hexano satura a acetonitrila (1:1?

0,85:1,15), desta forma a fase rica em acetonitrila (fase inferior, FI) foi escolhida como fase móvel e a fase rica em hexano (fase superior, FS), como fase estacionária, o modo de eluição é do tipo 'cabeça-cauda', neste aparelho. A porcentagem de retenção da fase estacionária para o sistema bifásico de solventes é de 77,5%. Foram realizadas separações isocráticas, nas seguintes condições: $V_{coluna} = 80\text{mL}$, $\varnothing = 1,6\text{mm}$, loop de injeção de 5,0mL; fluxo da bomba = $2,0\text{mL}\cdot\text{min}^{-1}$, coletou-se 4,0mL por tubo; 850rpm. A rotação foi desligada após coletados 160mL, ou seja, duas vezes o volume da coluna, equivalente a duas vezes o coeficiente de partição $K=1$, e 80mL com rotação desligada. 500mg do óleo essencial foram solubilizados em 5,0mL do sistema bifásico de solventes e injetados na coluna após o equilíbrio hidrodinâmico das fases. Gerou nove frações (AT01 a AT09). O constituinte majoritário, o pré-silfiperfolano-1-ol, foi concentrado na fração AT05 (125mg), tendo sido isolado com 95,6% de pureza por CG-EM e CG-DIC. Este mesmo sesquiterpeno compôs a fração anterior (72,7%), junto com o cameronano-7-a-ol (27,3%). As frações AT06 (76,9%) e AT07 (89,1%) forneceram sesquiterpenos cuja identificação será feita através de espectroscopia de RMN ^1H e ^{13}C .

Conclusões

A técnica de cromatografia contra-corrente se mostrou rápida e eficiente no fracionamento do óleo essencial de *A. tomentosa* var. *anthriscifolia*. O sistema bifásico de solventes hexano/acetonitrila (1:1, v/v) mostrou-se eficaz para a partição do óleo essencial, permitindo o isolamento do sesquiterpeno Pré-silfiperfolano-1-ol com 95,6% de pureza por CG-EM e CG-DIC. Outros sistemas bifásicos de solventes devem ser testados para a purificação das frações AT06 e AT07.

Agradecimentos

Ao CNPq e a CAPES.

¹Smith, A. R.; Pryer, K. M.; Schuettpehl, E.; Korall, P.; Schneider, H.; Wolf, P. G. *Taxon*. **2006**, 55, 705.

²Juliani, R. H.; Zygadlo, J. A.; Scriveri, R.; de la Sota, E.; Simon, J. E. *Flavour Fragr. J.*, **2004**, 19, 541.

³Pinto, S. C.; Oliveira, D. R.; Leitão, G. G.; Bizzo, H. R.; Leitão, S. G. *30^a Reunião Anual da Sociedade Brasileira de Química*. **2007**, PN-188.

⁴Ito, Y. *J. Chromatogr.* **1984**, 358, 325.