

## Aplicação da CLAE na análise fitoquímica de *Aspidosperma nitidum*

Patrícia Coelho do Nascimento (PG), Renata Mendonça Araújo (PQ), Edilberto Rocha Silveira\* (PQ), e-mail: [edil@ufc.br](mailto:edil@ufc.br)

Departamento de Química Orgânica e Inorgânica, Centro de Ciências, Universidade Federal do Ceará, CP 12.200, Fortaleza – CE, 60.021-970, Brasil.

Palavras Chave: *Aspidosperma nitidum*, CLAE, alcalóides indólicos, RMN.

### Introdução

A família Apocynaceae caracteriza-se quimicamente pela ocorrência freqüente de estruturas alcalóidicas, sendo que em espécies do gênero *Aspidosperma* há predominantemente a ocorrência de alcalóides indólicos de considerável diversidade estrutural e diversidade de ação farmacológica<sup>1</sup>.

Tendo em vista a importância química e biológica dos alcalóides indólicos em espécies de *Aspidosperma*, iniciou-se o estudo fitoquímico do extrato etanólico da casca do caule de um espécime de *Aspidosperma nitidum*.

Os alcalóides indólicos são normalmente polares e instáveis, sendo a Cromatografia Líquida de Alta Eficiência (CLAE) um dos métodos mais utilizados<sup>2</sup> no isolamento e purificação de compostos desta classe, principalmente a cromatografia no modo reverso, pois pode-se utilizar fases móveis aquosas<sup>3</sup>, aumentando a interação entre a matriz e o eluente.

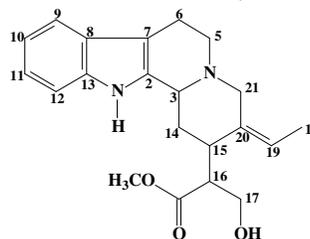
### Resultados e Discussão

A fração aquosa obtida da partição do extrato etanólico da casca do caule (142,05 g) de *Aspidosperma nitidum* foi submetida a tratamento cromatográfico em gel de Sephadex LH-20, rendendo uma fração rica em alcalóides indólicos (710,0 mg). Esta fração foi analisada por CLAE em sistema de eluição gradiente utilizando H<sub>2</sub>O.TFA 0,1% / CH<sub>3</sub>CN (80:20-20:80) para definir o perfil cromatográfico da fração numa ampla faixa de eluição, revelando a concentração da totalidade da amostra entre os tempos de retenção de 10 a 13 minutos, o que permitiu a avaliação de métodos de eluição isocráticos utilizando H<sub>2</sub>O.TFA 0,1% / CH<sub>3</sub>CN inicialmente na proporção 1:1, em seguida alterando a proporção da fase aquosa, para aumentar a solubilidade da fração alcaloídica. A eluição em H<sub>2</sub>O.TFA 0,1% / CH<sub>3</sub>CN (80:20) mostrou suficiente resolução e aumento na seletividade, tendo sido escolhido para purificação dos constituintes desta fração. Foram obtidas 7 frações, que depois de analisadas por RMN <sup>1</sup>H, revelou a presença de alcalóides indólicos em todas elas.

As frações 4 (TR = 8 min) e 7 (TR = 18 min) foram caracterizadas como sendo os alcalóides indólicos ácido metil-harmano-3-carboxílico (38,0 mg) e di-hidrocorinanteol (36,6 mg), já relatados

anteriormente. A fração 6 (TR = 14 min) (48,3 mg) foi recromatografada por CLAE por eluição com H<sub>2</sub>O.TFA 0,2%/CH<sub>3</sub>CN (80:20), possibilitando o isolamento do alcalóide indólico des-hidrositsirikina (**1**) (11,4 mg). As demais frações obtidas estão em fase de caracterização estrutural.

As estruturas foram determinadas por Ressonância Magnética Nuclear (RMN <sup>1</sup>H e <sup>13</sup>C) utilizando experimentos uni e bidimensionais (HMBC, HSQC, COSY e NOESY).



(1)

### Conclusões

A metodologia desenvolvida nas análises por CLAE, utilizando coluna de octadecilsilano e sistema de eluição com H<sub>2</sub>O.TFA/CH<sub>3</sub>CN mostrou-se bastante eficiente no isolamento da mistura de alcalóides indólicos do extrato etanólico da casca do caule de *Aspidosperma nitidum*. O isolamento desses compostos confirma as informações presentes na literatura a respeito da predominância de alcalóides indólicos em espécies do gênero *Aspidosperma* e contribui para o conhecimento químico da espécie em epígrafe.

### Agradecimentos

CNPq, CAPES, FUNCAP, FINEP e PRONEX

<sup>1</sup> Pereira, M. M.; Jácome, R. L. R. P.; Alcântara, A. F. C.; Alves, R. B. e Raslan, D. S. *Química Nova*, **2007**, Vol. 30, No. 4, 970-983.

<sup>2</sup> Ylinen, M.; Suhonen, P. T.; Naranlahti, T.; Lapinjaki, S. P. e Huhtikangas, S. P. Gas chromatographic-mass spectrometric analysis of major indole alkaloids of *Catharanthus roseus*. *Journal of Chromatography A*, **1990**, Vol. 505, No. 2, 429-434.

<sup>3</sup> Degani, A. L. G.; Cass, Q. B. e Vieira, P. C. *Cromatografia. Química Nova na Escola*, **1998**, Vol. 7, 21-25.