

Flavonóide glicosídico de *Zanthoxylum naranjillo* (Rutaceae).

Caio G. Braguine^{1,*} (PG), Eveline S. Costa¹ (PG), Ademar A. da Silva Filho¹ (PQ), Jairo K. Bastos² (PQ), Márcio L. A. e Silva¹ (PQ), Wilson R. Cunha¹ (PQ), Ana H. Januário¹ (PQ), Patrícia M. Pauletti (PQ)¹.
*caiobraguine@aluno.unifran.br

¹ Núcleo de Pesquisas em Ciências Exatas e Tecnológicas, Universidade de Franca, 14404-600, Franca, SP, Brasil;

² Faculdade de Ciências Farmacêuticas de Ribeirão Preto, Universidade de São Paulo, 14040-903, Ribeirão Preto.

Palavras Chave: *Zanthoxylum naranjillo*, Rutaceae, CLAE.

Introdução

O isolamento, a partir da fração AcOEt das folhas de *Zanthoxylum naranjillo*, de três derivados do ácido benzóico e do ácido 5-O-cafeoilchiquímico, bem como a diminuição na ovoposição devido a separação dos casais de *Schistosoma mansoni*, promovida pelos ácidos protocatecuico e *p*-hidroxibenzoico¹. Bem como, o isolamento do alcalóide magnoflorine da fração *n*-BuOH motivaram a continuação do estudo fitoquímico da fração *n*-BuOH das folhas empregando a Cromatografia Líquida de Alta Eficiência preparativa.

Resultados e Discussão

A análise da fração *n*-BuOH por CLAE-UV (λ 254 nm), obtida por partição a partir do extrato etanólico das folhas, evidenciou a presença de pelo menos doze picos cromatográficos (Figura 1).

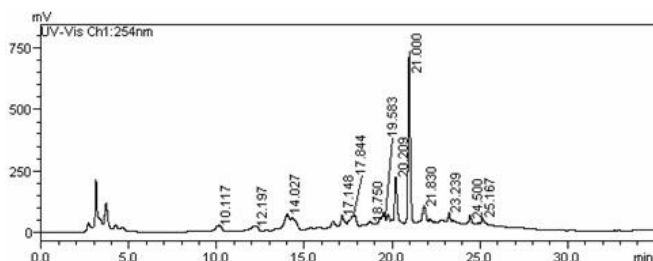


Figura 1. Cromatograma da Fração-*n*-BuOH. (Volume de injeção: 20 μ L, fluxo: 1,0 mL/min. e condição: H₂O (+0,1% HAc): CH₃OH, gradiente linear, (5%→100%) em 30 min., 5 min. 100 % CH₃OH, 15 min. de equilíbrio, 2 minutos para retornar a condição inicial)

Assim, uma pré-purificação da fração (4 g) foi realizada em Sephadex LH-20 e CH₃OH como eluente. Foram coletadas 32 subfrações que foram analisadas por CCDC eluída em CH₂Cl₂:CH₃OH:H₂O (43:37:20, v/v/v, fase inferior) e agrupadas segundo semelhança em 16 subfrações.

A melhor condição isocrática foi determinada para a subfração 14-16 (235 mg) e esta foi submetida a fracionamento via CLAE-preparativa Utilizou-se como fase móvel CH₃OH : H₂O (35:65 v/v) (0,1 % HAc), coluna de sílica ODS, fluxo 10,0 mL/min. e λ

254 nm. As subfrações coletadas foram analisadas por CLAE analítico usando como fase móvel CH₃OH-H₂O (0,1 % HAc) 35:65 e 30:70. O flavonóide (**1**) foi isolado na subfração 7 (t_R 32,0 min., 21,1 mg) e foi identificado como sendo a Apigenin-6-C- β -D-glucopyranosídeo por RMN 1D e 2D e EM-ESI.³ Uma unidade de C-glicosídica foi sugerida pela presença de um hidrogênio anomérico em 4,58 δ (1H, d, J = 9,8 Hz), que foi confirmado pela presença dos sinais no espectro de RMN ¹³C em 73,9 δ (C-1'') e pela correlação entre o H-1'' e C-1''. O espectro de massas apresentou íon com m/z = 431 e quando analisado em conjunto com os dados de RMN permitiram atribuir a fórmula molecular C₂₁H₂₀O₁₀ para **1**.

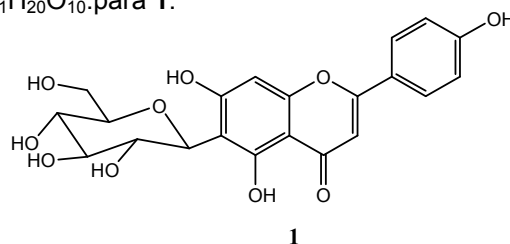


Figura 2. Estrutura da substância **1**.

Conclusões

A substância **1** foi isolada por CLAE-preparativa em duas etapas, uma das quais, um pré-tratamento com Sephadex LH-20. Levantamento bibliográfico de *Z. naranjillo* e do gênero, evidenciaram que este é o primeiro relato de **1** na espécie e em *Zanthoxylum*.

Agradecimentos

Os autores agradecem à FAPESP, CNPq e CAPES.

¹ Braguine, C. G.; Costa, E. S.; Magalhães, L. G.; Rodrigues, V.; da Silva Filho, A. A.; Bastos, J. K.; Silva, M. L. A.; Cunha, W. R.; Januário, A. H. e Pauletti, P. M. *Z Naturforsch C* **2009**, 64, 793.

² Braguine, C. G.; Costa, E. S.; da Silva Filho, A. A.; Bastos, J. K.; Silva, M. L. A.; Cunha, W. R.; Januário, A. H. e Pauletti, P. M. *In 17º Encontro da SBQ Regional Interior Paulista Waldemar Saffioti*, **2009**, PN 25.

³ Agrawal, P. K. *Carbon-13 NMR of flavonoids*. Amsterdam: Elsevier, 1989.