

## Outros constituintes químicos de *Diplotropis ferruginea* Benth. (Fabaceae)

Almeida, J.R.G.S.<sup>1</sup>, da-Cunha, E.V.L.<sup>1</sup>, Silva, M.S.<sup>1</sup>, Athayde-Filho, P.F.<sup>1</sup>, Braz-Filho, R.<sup>2</sup>, Barbosa-Filho, J.M.<sup>1\*</sup>

<sup>1</sup>Laboratório de Tecnologia Farmacêutica, Universidade Federal da Paraíba

<sup>2</sup>Setor de Química de Produtos Naturais, Universidade Estadual do Norte Fluminense

### Abstract

The hexane extract of the stem bark of *Diplotropis ferruginea* Benth (Fabaceae), after chromatographic and phytochemical procedures, yielded the triterpene lupeol, which has been cited for the first time on *Diplotropis ferruginea*, and ethyl-2-hydroxy-4-methoxy-6-propyl-benzoate, described for the first time on literature. The structural determinations of these compounds were performed on the basis of <sup>1</sup>H and <sup>13</sup>C NMR spectroscopic analysis as well as comparison with literature values.

### Resumo

O extrato hexânico das cascas do caule de *Diplotropis ferruginea* Benth (Fabaceae), após procedimentos cromatográficos e fitoquímicos, forneceu o triterpeno lupeol, citado pela primeira vez em *Diplotropis ferruginea*, e etil-2-hidroxi-4-metoxi-6-propil-benzoate, descrito pela primeira vez em na literatura. As determinações estruturais desses compostos foram realizadas com base em análises espectroscópicas de <sup>1</sup>H e <sup>13</sup>C NMR, bem como também por comparação com valores da literatura.

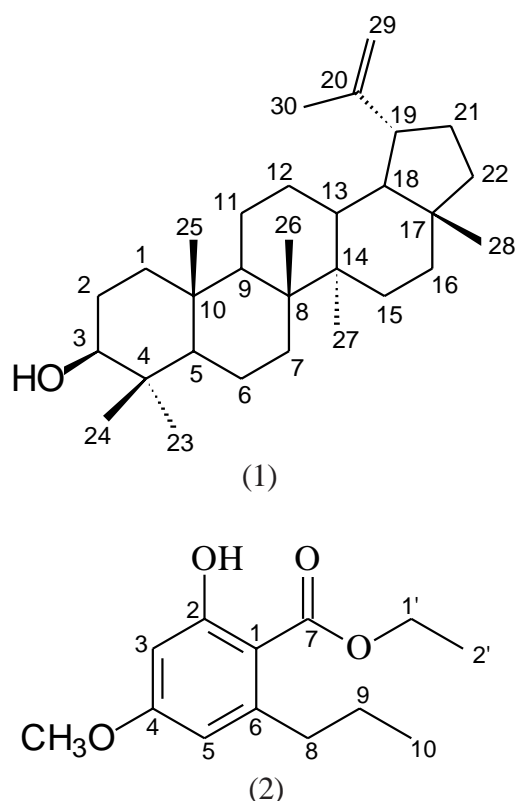
A família Fabaceae tem distribuição cosmopolita, apresentando entre 400 e 500 gêneros e mais de 10000 espécies. Dentre tais gêneros, encontra-se o gênero *Diplotropis*. Este gênero é constituído por aproximadamente 22 espécies, entre as quais se encontra *Diplotropis ferruginea* Benth<sup>1</sup>. O gênero é muito pouco estudado quimicamente; até o presente momento, de todas estas espécies, somente duas foram estudadas sob o ponto de vista fitoquímico. Em levantamento bibliográfico feito no Chemical Abstracts, Biological Abstracts e no banco de dados NAPRALERT até agosto de 2003 só haviam sido relatados dois estudos químicos envolvendo espécies do gênero *Diplotropis*: de

*Diplotropis martiusii* foram isolados alcalóides quinolizidínicos<sup>2</sup> e de *Diplotropis purpurea* foram isolados flavonóides, esteróides e um triterpeno<sup>3</sup>.

*Diplotropis ferruginea* Benth é uma árvore popularmente conhecida no nordeste do Brasil como "Sucupira-preta", onde é usada na medicina tradicional para o tratamento de reumatismo, artrite e diabetes<sup>4</sup>. Esta espécie é bastante distribuída nos estados da Bahia até Rio grande do Norte.

Em recente estudo químico realizado no Laboratório de Tecnologia Farmacêutica (LTF/UFPB) foi isolado do extrato hexânico desta planta um flavonóide denominado 3,4,5,8-tetrametoxi-2",3",6,7-furanoflavana<sup>5</sup>. Este trabalho teve como objetivo dar continuidade à investigação fitoquímica desta espécie.

As substâncias foram identificadas através de métodos espectroscópicos usuais de RMN de <sup>1</sup>H e <sup>13</sup>C (400 e 100 MHz respectivamente) e comparação com dados da literatura. Os dados espectroscópicos das substâncias 1 e 2 estão descritos nas tabelas 1 e 2. Da fração Df 22-25 foi identificado o triterpeno lupeol (1) (123,1 mg), já isolado anteriormente de *Diplotropis purpurea* [3]. Da fração Df 33-39 foi isolado um composto identificado como sendo 2-hidroxi-4-metoxi-6-propil-benzoato de etila (2) (47,2 mg), este, sendo descrito pela primeira vez na literatura. As estruturas dos compostos são mostradas na figura 1.



**Figura 1.** Substâncias isoladas de *Diplotropis ferruginea*

**Tabela 1.** Deslocamentos químicos de RMN de  $^{13}\text{C}$  de (1) isolado de *Diplotropis ferruginea* e comparação com valores da literatura [6] ( $\delta\text{C}$  ppm,  $\text{CDCl}_3$ )

C	1	Lupeol
4	38.7	38.3
8	40.8	40.9
10	37.2	37.1
14	42.8	42.8
17	42.9	42.9
20	151.0	150.6
<b>CH</b>		
3	79.0	78.8
5	55.3	55.2
9	50.4	50.3
13	38.0	38.0
18	48.3	48.2
19	47.9	47.9
<b>CH<sub>2</sub></b>		
1	38.8	38.7
2	27.4	27.4
6	18.3	18.3
7	34.3	34.2
11	20.9	20.9
12	25.1	25.1
15	27.4	27.4
16	35.6	35.5
21	29.8	29.8
22	40.0	39.9
29	109.3	109.2
<b>CH<sub>3</sub></b>		
23	27.9	28.0
24	15.4	15.4
25	16.1	16.1
26	15.9	15.9
27	14.5	14.5
28	18.0	18.0
30	19.3	19.3

**Tabela 2.** Deslocamentos químicos de RMN de  $^1\text{H}$  e  $^{13}\text{C}$  (400 MHz e 100 MHz) de (2) em  $\text{CDCl}_3$ . Deslocamentos químicos ( $\delta$ , ppm) e constante de acoplamento (J, Hz) em parênteses

C	$\delta\text{C}$	$\delta\text{H}$
1	105.0	-
2	164.0	-
4	165.6	-
6	138.8	-
7	170.8	-
<b>CH</b>		
3	98.8	6.29 (d, $J=2.6$ Hz)
5	110.7	6.33 (d, $J=2.6$ Hz)
<b>CH<sub>2</sub></b>		
8	39.0	2.85 (t, $J=7.6$ Hz)
9	25.0	1.61 (m)
1'	61.2	4.4 (q, $J=7.3$ Hz)
<b>CH<sub>3</sub></b>		
10	14.1	1.42 (t, $J=7.0$ Hz)
2'	14.2	0.96 (t, $J=7.3$ Hz)
CH <sub>3</sub> O-4	55.2	3.80 (s)
HO-2	-	11.83 (s)

**Materiais e métodos**

**Material vegetal:** as cascas do caule de *Diplotropis ferruginea* foram coletadas em setembro de 2002, na cidade de Caraúbas, Rio Grande do Norte, Brasil. Uma exsiccata da planta (Agra 9999) está depositada no Herbário Prof. Lauro Pires Xavier, do Laboratório de Tecnologia Farmacêutica da Universidade federal da Paraíba.

**Extração e isolamento:** as cascas do caule secas e pulverizadas (10 kg) foram extraídas com etanol 95%, fornecendo, após evaporação do solvente, 413 g do Extrato Etanólico Bruto (EEB). O EEB foi particionado com hexano e clorofórmio. A fase hexânica (30 g) foi cromatografada em coluna de sílica gel 60 usando-se como eluentes hexano, clorofórmio e metanol, em gradiente crescente de polaridade, da qual obteve-se 152 frações. As frações foram monitoradas através de cromatografia em camada delgada analítica (CCDA) usando como eluente hexano-clorofórmio (70:30), e reunidas de acordo com os seus Rf's. As frações Df 22-

25 e Df 33-39 foram purificadas por recristalização em metanol.

### Agradecimentos

Os autores agradecem ao CNPq/IMSEAR e CAPES pelo apoio financeiro e ao Banco de Dados NAPRALERT, da Universidade de Illinois, USA, pelo levantamento bibliográfico.

### Referências Bibliográficas

- <sup>1</sup> Heywood, V.H. *Flowering plants of the world*. London: B.T. Batsford LTD, 1993.
- <sup>2</sup> Kinghorn, A.D.; Balandrin, M.F.; Lin, L.J. Alkaloids of the Papilionoideae. *Phytochemistry*, v.21, p.2269-2275, 1982.
- <sup>3</sup> Braz-Filho, R.; Gottlieb, O.R.; Pinho, S.L.V.; Monte, F.J.Q.; Rocha, A.I. Flavonoids from amazonian leguminosae. *Phytochemistry*, v.12, p.1184, 1973.
- <sup>4</sup> Correia, M.P. *Dicionário das plantas úteis do Brasil e das exóticas cultivadas*. Rio de Janeiro: IBDF/Ministério da Agricultura, 1984. vol VI
- <sup>5</sup> Almeida, J.R.G.S.; Silva, M.S.; Barbosa-Filho, J.M.; Cunha, E.V.L.; Braz-Filho, R.; Marques, A.S.; Zheng, C. The assignment of <sup>1</sup>H and <sup>13</sup>C NMR spectra and X-ray crystallographic analysis of furanoflavan isolated from *Diploptropis ferruginea* Benth. *Annals of Magnetic Resonance* 2003 (submetido).
- <sup>6</sup> Razdan, T.K.; Harkar, S.; Qadri, B.; Qurishi, M.A.; Khuroo, M.A. Lupene derivatives from *Skimmia laureola*. *Phytochemistry*, v.27, p.1890-1892, 1988.

### \* Autor para correspondência

José Maria Barbosa Filho  
Laboratório de Tecnologia Farmacêutica,  
Universidade Federal da Paraíba  
CEP 58051-970 - João Pessoa - PB  
jbarbosa@ltf.ufpb.br

## Validação da metodologia de quantificação espectrofotométrica das saponinas de *Pfaffia glomerata* (Spreng.) Pedersen - Amaranthaceae

Vigo, C.L.S.<sup>2</sup>; Narita, E.<sup>2</sup>; Marques, L.C.<sup>1\*</sup>

<sup>1</sup>Departamento de Farmácia e Farmacologia, Universidade Estadual de Maringá

<sup>2</sup>Bolsistas de iniciação científica

### Resumo

Realizou-se validação analítica espectrofotométrica das saponinas totais das raízes de *Pfaffia glomerata*. Em testes iniciais utilizou-se saponina Merck em cinco concentrações (0,08-0,28 mg/ml) para obtenção da curva de calibração e verificação da linearidade, repetibilidade e reprodutibilidade. As raízes foram avaliadas em extratos hidroalcoólicos purificados com n-butanol. O reagente cromogênico escolhido foi Cloreto de Cobalto 0,2% em pico experimental em 284 nm. O tempo de leitura ideal foi de 10-20 minutos após o início da reação. O método mostrou linearidade para a faixa de concentrações utilizadas ( $R^2 = 0,9963$ ). A precisão (coeficientes de variação) situou-se entre 7-12%, indicando boa reprodutibilidade. O limite de quantificação situou-se em 0,08 mg/ml e o limite de detecção em 0,02 mg/ml. A exatidão do procedimento forneceu erro relativo de 6,3; 3,4; 3,5; 1,8 e 0,3% para as concentrações utilizadas. Os dados da curva-padrão foram aplicados em várias amostras de raízes levando ao valor média de  $13,5 \pm 2,0\%$ . Os dados obtidos permitem a quantificação espectrofotométrica das saponinas totais das raízes de *P. glomerata*.

### Abstract

Was made standardization for the spectrophotometric quantification method of *Pfaffia glomerata* roots saponins. The initial tests made use of Merck saponin, prepared in five different concentrations (0.08-0.28 mg/ml) for obtaining the calibration curve and