

---

## COMPOSIÇÃO QUÍMICA DE *Aegiphila sellowiana* Cham. (VERBENACEAE)

Claire Mariano de Camargos\*  
Wagner Vilegas\*  
Álvaro Cabrera\*

---

Este trabalho contribui para a caracterização química de *Aegiphila sellowiana* Cham. (Verbenaceae). As partes aéreas da planta foram extraídas com solventes orgânicos e fracionadas cromatograficamente. As frações resultantes foram analisadas por métodos espectrométricos, fornecendo hidrocarbonetos alifáticos lineares, estigmasterol,  $\alpha$ -amirina e o verbascosídeo.

### INTRODUÇÃO

A Serra do Taboão - Campo do Meio - MG é uma região de cerrado, cuja vegetação está constantemente ameaçada de extinção devido às atividades predatórias dos homens, como por exemplo as queimadas. Nesta Serra ocorre uma grande variedade de plantas e dentre elas a *Aegiphila sellowiana* Cham., da família das Verbenáceas.

São poucas as informações químicas sobre o gênero *Aegiphila*, embora se acredite que espécies deste gênero sejam úteis contra o envenenamento ofídico (1). A literatura reporta a presença de triterpenos e de esteróides e seus glicosídeos em *A. lhotzkyana* e *A. obducta* (2,3).

---

\* Departamento de Química Orgânica, Instituto de Química de Araraquara, Universidade Estadual Paulista. R. Prof. Francisco Degni, s/n, CP. 355, CEP 14800-900, Araraquara, SP. E-mail: vilegasw@iq.unesp.br ou vilegasw@techs.com.br

---

## COMPOSIÇÃO QUÍMICA

### MATERIAL E MÉTODOS

Partes aéreas da planta foram coletadas em março de 1990 na Serra do Taboão. A espécie foi identificada pelo prof. Hermógenes F. Leitão Filho, da UNICAMP.

As partes aéreas foram secas em estufa a 60°C, fornecendo 400 g de planta seca. Em seguida, a planta foi moída em moinho de facas e extraída em Soxhlet sucessivamente com hexano, diclorometano e etanol. Os solventes foram evaporados à pressão reduzida em rotoevaporador, fornecendo 11,5g de extrato hexânico, 4,0g de extrato diclorometânico e 44,5g de extrato etanólico.

O extrato hexânico foi desclorofilado através de filtração em coluna cromatográfica contendo 200g da mistura de carvão ativo + sílica 1:1. Eluiu-se primeiro com 1 l de etanol e depois com 1 l de diclorometano. A fração diclorometânica, isenta de clorofila, foi concentrada em rotoevaporador e fracionada por coluna de sílica gel eluída com hexano e, aumentando gradativamente a polaridade, adicionando-se acetato de etila. As frações resultantes foram avaliadas por cromatografia comparativa em camada delgada de sílica, eluída com mistura de hexano/acetato de etila 8:2. As frações resultantes foram denominadas As.1, As.2 e As.3 e foram analisadas por RMN 1H e por CG-DIC e CG-EM.

O extrato etanólico bruto foi desclorofilado de forma idêntica à descrita acima, mas forneceu somente a fração etanólica. Após evaporação do etanol, a fração etanólica sofreu partição entre n-butanol e água a fim de separar os glicosídeos dos açúcares livres. A fase n-butanólica foi fracionada em coluna de sílica gel eluída com mistura de CHCl<sub>3</sub>/Metanol/Água 64:36:8. As frações resultantes foram analisadas por cromatografia comparativa em camada delgada de sílica. Obteve-se um sólido que foi purificado em coluna de Sephadex LH-20 eluída com metanol. Em seguida, foram registrados os espectros de RMN 1H e RMN de 13C deste sólido, denominado As.4.

### Equipamentos e Materiais

CG-DIC (Cromatografia Gasosa com Detector de Ionização de Chama): Cromatógrafo Shimadzu GC 14-B; Integrador Shimadzu C-R6A Chromatopac, Coluna CBP-5 (25m x 0,33mm d.i.); Temperatura inicial da coluna: 100°C; Temperatura do Injetor: 250°C; Temperatura do detector: 280°C; Programação de temperatura: 100°/2 min, subindo 10°C/min até 280°C; Gás de arraste: H<sub>2</sub>; Volume injetado: 1,0 (L; Razão de split: 1:10.

CG-EM (Cromatografia Gasosa acoplada à Espectrometria de Massas): Espectrômetro HP 5970 com detector seletivo de massas (70eV) acoplado a cromatógrafo à gás HP 5890 (coluna CBP-5, 25m x 0,25mm d.i; Temperatura inicial: 280°C; Programação de temperatura: 50C/min, de 60° a 280°C; gás de arraste: H<sub>2</sub>).

RMN (Ressonância Magnética Nuclear): Espectrômetro Bruker AC-200F, operando a 200 MHz para prótons e 50 MHz para <sup>13</sup>C. Solventes: CDCl<sub>3</sub> para as frações As.1 e As.3 e DMSO-d<sub>6</sub> para As.4. TMS como padrão.

Nas cromatografias em camada delgada foi usada sílica gel G Merck Art. 7731 e nas cromatografias em coluna sílica gel Merck Art. 7736.

### RESULTADOS

O espectro de RMN <sup>1</sup>H da fração As.1 forneceu apenas um pico proeminente em 1,2 ppm e outro pico menos intenso em 0,8 ppm, característico da presença de hidrocarbonetos alifáticos lineares de cadeia longa. Para identificá-los, utilizamos CG-DIC. Construímos a curva de calibração logTr x número de átomos de carbono utilizando-se padrões de hidrocarbonetos alifáticos com 20, 26 e 32 átomos de carbono, conforme descrito na literatura (4). Em seguida, a fração As.1 foi analisada por CG-DIC nas mesmas condições. Através da interpolação dos logTr dos picos da amostra na curva de calibração, pôde-se confirmar a presença de hidrocarbonetos alifáticos lineares dentro da faixa de 25 a 31 átomos de carbono, sendo majoritário o hidrocarboneto C<sub>29</sub>H<sub>60</sub>.

A fração As.2 foi obtida em pequena quantidade e por isso foi analisada por CG-EM. O cromatograma desta fração mostrou a presença de uma substância com tempo de retenção 41.106 min, pico base com m/z 218 e M<sup>+</sup> = 426. Comparação com dados da literatura sugeriram que a substância é a  $\alpha$ -amirina (5-7). A confirmação foi feita através de análise por CG-DIC usando padrão.

A fração As.3 foi analisada por RMN <sup>1</sup>H e de <sup>13</sup>C fornecendo deslocamentos químicos idênticos aos do estigmasterol. Confirmação foi feita através de análise por CG-DIC usando padrão.

A fração As.4 forneceu um sólido pastoso, bastante polar. A análise deste sólido por RMN <sup>1</sup>H e de <sup>13</sup>C forneceu deslocamentos químicos idênticos aos do Verbascosídeo [(-3',4'-diidroxifenil)etil-O-(-L-rhamnospiranosil(1(3)-(-D-(4-O-cafeoil)glucopiranosídeo)] (8).

### CONCLUSÃO

Os resultados desta pesquisa indicam a ocorrência de hidrocarbonetos, estigmasterol,  $\alpha$ -amirina e de derivados de ácidos fenólicos em *Aegiphila sellowiana*, sendo este último a substância principal. Até o momento não existe evidência da correlação entre a presença desses constituintes e a alegada atividade antiofídica no gênero *Aegiphila*.

### SUMMARY

This paper deals with the chemical characterization of *Aegiphila sellowiana* Cham. (Verbenaceae). Aerial parts from this plant were extracted with organic solvents and submitted to chromatographic separation. The resulting fractions were analysed by spectrometric methods identifying saturated hydrocarbons, stigmasterol,  $\alpha$ -myrin and verbascoside.

### UNITERMOS

*Aegiphila sellowiana*, Verbenaceae, verbascosídeo,  $\alpha$ -amirina, estigmasterol.

### REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. PIO CORREA, M.- Dicionário de Plantas Úteis do Brasil e das Exóticas Cultivadas. Rio de Janeiro: Ministério da Agricultura, v.2, p.369, 1926.
2. LEITÃO, S.G., KAPLAN, M.A.C., DELLE MONACHE, F., AKIHISA, T., TAMURA, T. Sterols and sterol glucosides from two *Aegiphila* species. *Phytochemistry*, v.31. n.8, p.2813-17, 1992.
3. LEITÃO, S.G., KAPLAN, M.A.C., DELLE MONACHE, F. Acylglucosylsterol from two *Aegiphila* species. *Phytochemistry*, v.36, n.1, p. 167-170, 1994.
4. LANÇAS, F.M. Cromatografia em fase gasosa. São Carlos: Suprema, 1993.

5. BUDZIKIEWICKZ, H., WILSON, J.M., DJERASSI, C. Mass spectrometry in structural and stereochemical problem. XXXII. Pentacyclic triterpenes. *J. Am. Chem. Soc.* v. 85, p. 3688-99.
6. OGUNKOYA, L. Application of mass spectrometry in structural problems in triterpenes. *Phytochemistry*. v.20, p. 121-6, 1981
7. HEUPEL, R.C., Varietal similarities and differences in the polycyclic isopentenoid composition of sorgum. *Phytochemistry*. v.24, p. 2929-37, 1985.
8. ANDARY, C., WILDE, R., LAFFITE, C., PRIVAT, G., WINTERNITZ, F. Structures of Verbascoside and Orobanchoside, caffeic acid sugar esters from *Orobanche rapum-genistae*. *Phytochemistry*. v.21, n.5, p. 1123-7, 1982.