

Constituintes químicos de *Burlemarxia rodriguesii* Menezes & Semir (Velloziaceae)

Adriana Brügger Alves*; Valdir Florêncio da Veiga Júnior;
Angelo da Cunha Pinto

Instituto de Química, Departamento de Química Orgânica,
UFRJ, Cidade Universitária, 21945-920, Rio de Janeiro, RJ,
Brasil
brugger@iq.ufrj.br

Resumo

Neste trabalho foi analisado o extrato apolar de *Burlemarxia rodriguesii* Menezes & Semir através da análise direta do extrato por métodos cromatográficos. Na análise por Cromatografia Gasosa de Alta Resolução (CGAR) e da Cromatografia de Alta Resolução acoplada à Espectrometria de Massas (CGAR-EM) foram detectados apenas os compostos majoritários. Para determinar os demais constituintes químicos presentes neste extrato foi realizado um pré-fracionamento no qual classes químicas como ácidos graxos, ésteres graxos, esteróis e terpenóides foram separados. A metodologia empregada permitiu a detecção e identificação de várias substâncias e séries homólogas através de co-injeções com padrões (em CGAR) e comparação de espectros (CGAR-EM).

A família Velloziaceae apresenta cerca de 270 espécies divididas entre seis gêneros: *Vellozia*, *Barbacenia*, *Xerophyta*, *Pleurostima*, *Aylthonia* e *Burlemarxia* (sensu Menezes & Semir)^{1,2}. Estes dois últimos gêneros são novos e ainda sem nenhum estudo fitoquímico. Esta família se distribui no Brasil, principalmente na Serra do Cipó e em algumas regiões da África. No estudo da família Velloziaceae existem várias controvérsias com relação à posição cladística de seus gêneros e espécies^{1,3}. Uma das formas de auxiliar na solução deste problema é a des-

crição fitoquímica das espécies.

A investigação da composição química das espécies desta família vem sendo realizada ao longo de vários anos em nosso grupo, com o isolamento de cerca de 250 terpenóides, entre di e triterpenos. A confecção deste banco de padrões possibilita a análise direta de extratos por métodos cromatográficos⁴, uma das formas mais utilizadas de identificação de substâncias em extratos apolares de plantas, medicinais ou não.

Esta análise, entretanto, terá seus resultados comprometidos se o extrato apresentar grande diversidade de compostos orgânicos ou grande quantidade de moléculas graxas, como hidrocarbonetos, ácidos graxos e derivados de degradação de clorofila, como o fitol.

Nesta comunicação, descreve-se o estudo através da CGAR-EM do extrato de baixa polaridade de *Burlemarxia rodriguesii* Menezes & Semir².

O extrato em hexano de *Burlemarxia rodriguesii*, esterificado com diazometano, foi analisado por CGAR. Obtido o perfil cromatográfico, o extrato foi submetido à análise por CGAR-EM. A análise do cromatograma de íons totais (CIT) do extrato de baixa polaridade só permitiu a detecção dos compostos majoritários. Foram detectados os ácidos palmítico, oléico, linoléico e esteárico (detectados na forma de ésteres metílicos), éster etílico do ácido palmítico, lupenona, estigmast-4-en-3-ona e tritriacotano.

De modo a possibilitar a análise de compostos minoritários foi realizado um fracionamento em coluna aberta recheada com gel de sílica utilizando quatro eluentes diferentes (heptano, heptano:éter etílico 8:2, éter etílico: acetato de etila 8:2), resultando num total de 5 frações. As frações mais polares foram esterificadas com diazometano para análise em CGAR e CGAR-EM, uma vez que foi utilizada coluna capilar contendo uma fase estacionária de baixa polaridade.

Para a confirmação das substâncias detectadas foi necessário buscar alguns padrões para co-injeção em CGAR. Os padrões de ésteres metílicos e etílicos e esteróis⁵ foram obtidos a partir de extrações e transformações em óleos de soja e de oliva. Os diterpenos e triterpenos foram selecionados no

Tabela 1. Composição das frações do extrato em hexano de *Burlemarxia rodriguesii*

| Código das frações | Compostos identificados | Forma de identificação |
|--------------------|--|------------------------|
| BRH1 | Série homóloga de hidrocarbonetos (C17-C35) | IR e FM |
| BRH2 | Série de ésteres etílicos (C16-C28) | IR, FM e CO |
| | lupenona, β -amirina | CO |
| | Δ^{18} fridelen-3-ona, alnusenona | IR e EM |
| BRH3 | α e β amirinas | CO |
| | Ácidos diterpênicos: labda-8(17)-13-dien-18-óico, catívico, halim-1(10)-en-15-óico e clerod-3-en-15-óico | IR e EM |
| BRH4 | Série homóloga de ésteres metílicos (C14-C30) | IR, FM e CO |
| | Campesterol, Estigmasterol, β -sitosterol | IR e EM |
| BRH5 | Acetatos de α e β -amirina e Δ^{18} fridelen-3-ol | IR e EM |

IR - Identificação realizada através de índices de retenção

EM - Identificação realizada através de comparação visual ou automática dos espectros de massas

FM - Componentes em composição minoritária detectados utilizando-se fragmentografia de massas

CO - Identificação realizada através de co-injeções em CGAR utilizando padrões em duas fases estacionárias diferentes

banco de padrões do grupo.

A tabela 1 mostra de uma forma simples a composição das frações.

As séries homólogas foram identificadas através de seus tempos de retenção, comparados com padrões, e de seus íons característicos, observados por espectrometria de massas. Foram identificadas séries homólogas de hidrocarbonetos (C17-C35), ésteres etílicos de ácidos graxos (C16-C28) e ácidos graxos (C14-C30).

Através de seus espectros de massas foram detectados os triterpenos: acetato de Δ 18-fridelen-3-ol, lupenona, α e β amirinas e seus acetatos, β amirona, alnusenona e Δ 18-fridelen-3-ona; os ácidos diterpênicos: clerod-3-en-15-óico, labda-8(17)-13-dien-18-óico e catívico; e os esteróis: campesterol, estigmasterol, β -sitosterol e estigmast-4-en-3-ona.

Os triterpenos pentacíclicos α e β amirona e lupenona foram detectados através de seus espectros de massas e a identificação confirmada através de co-injeção com padrões.

A identificação de compostos em extratos vegetais geralmente passa pelo fracionamento exaustivo, no processo conhecido como fitoquímica clássica, ou pela identificação direta em extratos brutos, com o uso de padrões. O pré-fracionamento realizado foi uma alternativa intermediária e eficiente para a identificação de compostos em extratos apolares, permitindo a identificação de várias séries homólogas e de misturas de esteróis e terpenóides em pouco tempo e com um gasto mínimo de solventes e adsorventes.

Material e Métodos

As folhas, raízes, tronco e bainha foliar de *Burlemarxia rodriguesii* Menezes & Semir foram coletadas no município de Gouveia, na Serra do Cipó, Chapada Diamantina, MG, em Novembro de 1993. O espécime foi identificado pela Dra. Nanuza L. Menezes, do Instituto de Botânica da Universidade de São Paulo e uma exsicata foi depositada no herbário do mesmo instituto. O extrato de baixa polaridade foi obtido com todas as partes coletadas, através de percolação com hexano a frio por 15 dias.

As análises cromatográficas foram feitas em cromatógrafo de gás HP 5790 e HP 5880 acoplado à espectrômetro de massas HP 5987A (ionização por impacto de elétrons – 70 eV e analisador quadrupolo). As condições de análise foram as mesmas para os dois instrumentos: gás de arraste: H_2 , fluxo: 2 ml/min, injetor: 270°C, detector por ionização de chama: 300°C, coluna SE-54, DI=0,25 mm, d_f =0,25 μ m, L=15m, programação de temperatura: 100 °C a 290 °C, 4 °C/mim.

Referências

- ¹Menezes N L, Evolution in Velloziaceae, with special reference to androecial characters. Petaloid Monocotyledons: Horticultural and Botanical Research Linnean Society Symposium. Series 1980; 8: 117-139
- ²Menezes, N L; Semir J, *Burlemarxia*, a new genus of Velloziaceae. Taxon, 1991; 40: 413-426
- ³Smith L M, Ayensu E S. A revision of American Velloziaceae. Smith. Contr. Botanical. 1976; 30: 1-172
- ⁴Patitucci M L, Veiga Junior V F, Pinto A C, Zoghbi M G, Silva J

R A, Utilização de Cromatografia Gasosa de Alta Resolução na detecção de classe de terpenos em extratos brutos vegetais. Química Nova, 1995; 18: 262-266

- ⁵Pinto A C, Simoni M S C, Cunha M P C C, Coelho R B, Patitucci M L, Mistura Natural de esteróides, uma alternativa para aplicação de padrões em análises por Cromatografia Gasosa de Alta Resolução. Química Nova; 1994, 17, 333-335