

## References

- <sup>1</sup> Cechinel VF, Yunes RA. Estratégias para obtenção de compostos farmacologicamente ativos a partir de plantas medicinais. Conceito sobre modificação estrutural para otimização da atividade. *Química Nova*. 1998; 21(1): 99-105
- <sup>2</sup> Zief M Kiser R. An overview of Solid Phase Extraction for sample preparation. *American Laboratory*. 1990; 70-83
- <sup>3</sup> Green JB, Hoff RJ, Woodward PW, Stevens LL. Separation of liquid fossil fuels into acid, base and neutral concentrates. An improved nonaqueous ion exchange method. *Fuel* 1984; 63: 1290-1301
- <sup>4</sup> Soares KCC, Saraiva E, Taddei LEM, Carvalhaes, SF. Caracterização da capacidade de fixação e rendimento de recuperação de bases orgânicas em resinas catiônicas macroporosas com aplicação em *Peschiera affinis*. 23<sup>o</sup> Reunião da Sociedade Brasileira de Química (Annual Meeting of the Brazilian Society of Chemistry). 2000
- <sup>5</sup> Potier P. Rhône-Poulenc lecture. Search and Discovery of New Antitumor Compounds. *Chemical Society Reviews*. 1992; 21:113-119
- <sup>6</sup> Huhtikangas A, Pennanen S, Lousnamaa M. Process for the preparation of dimeric *Catharanthus* alkaloids. WO 89/12056 (1989), FI 89/00104 (1989), Appl. FI 882755 (1988), Class. Int. C07D 519/04
- <sup>7</sup> d'Avila LA, Mazzei JL, Carvalhaes GK, Martins HM, Anastácio CS, Carvalhaes SF, Furtado EG. Extração alternativa de alcalóides anti-cancerígenos da Vinca Rosa Brasileira. XV Simpósio de Plantas Mediciniais do Brasil (Symposium on Medicinal Plants of Brazil). 1998
- <sup>8</sup> Mazzei JL, Martins HM, Carvalhaes GK. Análise de alcalóides da Vinca brasileira por CLAE. XXXV Congresso Brasileiro de Química (Brazilian Congress of Chemistry). 1995
- <sup>9</sup> Atta-ur-Rahman, Bashir M. A rapid procedure for the isolation of catharanthine, vindoline and vinblastine. *Journal of Medicinal Plant*. 1983; 47:246-256
- <sup>10</sup> Gunasekera SP. Method of isolation vinblastine. WO 88 03135 (1998), Appl US 922514 (1996), Class. Int. C07D 519/04
- <sup>11</sup> Naaranlahti T, Nordström M, Huhtikangas A. Determination of *Catharanthus* alkaloids by reversed-phase high-performance liquid chromatography. *Journal of Chromatography*. 1987; 410(2):488-493

## Constituintes químicos do extrato acetato de etila das partes aéreas de *Solanum paludosum* Moric.

Tania Maria Sarmento da Silva<sup>1</sup>; Cleiser de Castro Silva<sup>1</sup>; Raimundo Braz-Filho<sup>2</sup>; Mario Geraldo de Carvalho<sup>1</sup>; Marcelo Sobral da Silva<sup>3</sup>; Maria de Fátima Agra<sup>3</sup>

<sup>1</sup> Departamento de Química, Instituto de Ciências Exatas, Universidade Federal Rural do Rio de Janeiro, 23851-970, Seropédica, Rio de Janeiro, RJ

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

<sup>3</sup> Centro de Ciências da Saúde, Laboratório de Tecnologia Farmacêutica, Universidade Federal da Paraíba, João Pessoa, PB, Brasil

sarmento@ufrjr.br

### Abstract

Phytochemical investigation of the aerial parts of *S. paludosum* afforded 3,4,7,8-tetramethyl gossypetin, 3,7-dimethyl kaempferol, 3-methyl kaempferol, 3-methyl apigenin, and 3-methyl quercetin ethers, besides N-p-trans-coumaroyltiramine, and protocatechic acid. The structures were established from spectral data of the natural substances and the permethyl and acetyl derivatives of tetramethyl gossypetin.

*Solanum paludosum* Moric. é uma espécie incluída no subgênero *Leptostemonum* (Solanaceae) que se apresenta sob forma de arbusto. Estudo com espécies de *Solanum* da Paraíba<sup>6</sup> revelou a presença de 0,67 % do alcalóide solasodina nos frutos verdes de *Solanum paludosum*<sup>1</sup>. Este alcalóide é um importante precursor para formação de hormônios esteroidais.

Em comunicação anterior foram descritos o isolamento e a identificação de duas substâncias das partes aéreas de *S. jabrense*, o alcalóide N $\beta$ -metiltetraidro- $\beta$ -carbolina<sup>7</sup>, e o sesquiterpeno solavetivona<sup>8</sup>, que apresentou efeito espasmolítico inespecífico em íleo isolado de cobaia<sup>2,3</sup>.

Este trabalho relata o resultado obtido na investigação do extrato acetato de etila da parte aérea de *Solanum paludosum*.

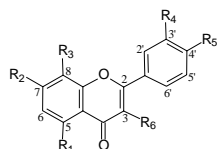
### Material e Métodos

**Material vegetal:** a parte aérea de *Solanum paludosum* foi coletada em janeiro de 1999 no Campus Universitário, João Pessoa, Paraíba. Uma exsiccata encontra-se depositada no Herbário Prof. Lauro Pires Xavier (M. F. Agra 3224 JPB), Universidade Federal da Paraíba, João Pessoa, Paraíba.

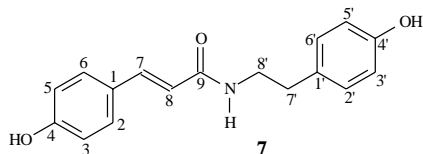
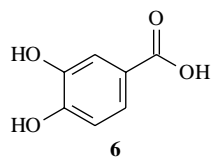
**Extração e isolamento:** o material coletado foi seco, pulverizado (1,1 kg) e percolado em etanol. O resíduo obtido do extrato

etanólico (100,1 g) foi dissolvido em ácido acético (20 %) para remoção dos alcalóides e extraído com benzeno-éter (1:1). O extrato benzeno-etéreo (50 g) foi submetido a partições sucessivas com MeOH-H<sub>2</sub>O (8:2), hexano e acetato de etila. O resíduo obtido da solução AcOEt (12 g) foi cromatografado em sephadex LH-20 (Coluna A), fornecendo quatro frações. A segunda fração (A-2) foi submetida a coluna rápida de gel de sílica sob média pressão, coletando-se dez frações. As frações A-2/2 e A-2/3 forneceram um material cristalino amarelo, em forma de agulhas, que foram separados da água mãe e identificados como os flavonóides 1 (120 mg P.F.: 185-186 °C) e 2 (40 mg P.F.: 218-219 °C), respectivamente. O flavonóide 1 (40 mg) foi metilado seletivamente com diazometano, originando o derivado metilado 1a (35 mg P.F.: 150-152 °C), e acetilado (43,6 mg) com anidrido acético na presença de piridina, fornecendo o produto peracetilado 1b (40 mg P.F.: 164-168 °C). A água mãe da fração A-2/3 foi submetida a várias filtrações em colunas de sephadex e sílica gel sob média pressão, obtendo-se uma mistura contendo os flavonóides 2 e 3 (40 mg) e o flavonóide 4 puro (50 mg P.F.: 238-240 °C). A terceira fração da coluna A (A-3) foi cromatografada em sephadex, obtendo-se uma mistura das substâncias 5 e 6 (10 mg), e a alcalimida 7 (5 mg P.F.: 235-238 °C).

As estruturas das substâncias foram deduzidas com base na análise dos dados fornecidos pelos espectros UV, RMN <sup>1</sup>H e RMN <sup>13</sup>C. A presença de flavonóides metoxilados no gênero *Solanum* é restrita<sup>4,9</sup> e constatou-se a existência de outros exemplos de éteres metílicos neste gênero. O composto 7, N-p-coumaroiltiramina, está citado como um novo alcalóide paprazina<sup>5</sup>. Entretanto esta alcalimida já é bem conhecida e todos os dados espectrométricos já foram atribuídos<sup>10,11</sup>.



	R <sub>1</sub>	R <sub>2</sub>	R <sub>3</sub>	R <sub>4</sub>	R <sub>5</sub>	R <sub>6</sub>
1	OH	OCH <sub>3</sub>	OCH <sub>3</sub>	OH	OCH <sub>3</sub>	OCH <sub>3</sub>
1a	OH	OCH <sub>3</sub>	OCH <sub>3</sub>	OCH <sub>3</sub>	OCH <sub>3</sub>	OCH <sub>3</sub>
1b	OAc	OCH <sub>3</sub>	OCH <sub>3</sub>	OAc	OCH <sub>3</sub>	OCH <sub>3</sub>
2	OH	OCH <sub>3</sub>	H	H	OH	OH
3	OH	OCH <sub>3</sub>	H	H	OH	H
4	OH	OCH <sub>3</sub>	H	H	OH	OCH <sub>3</sub>
5	OH	OH	H	OH	OH	OCH <sub>3</sub>



As substâncias 1 (3,7,8,4'-tetra-O-metilgossipetina), 2 (7-O-metilcampferol), 3 (7-O-metilapigenina) e 7 (N-p-coumaroiltiramina) estão sendo registradas pela primeira vez no gênero *Solanum*.

## Agradecimentos

Os autores agradecem ao CENAUREMN, Curso de Pós-graduação em Química Orgânica da UFC, pela obtenção dos espectros a 500 MHz e ao CNPq, CAPES e FAPERJ pelos auxílios e bolsas concedidas.

## Referências

- <sup>1</sup> Bhattacharyya J. Isolation of Solasodine from the Fruits of *Solanum asperum* and *Solanum paludosum*. J. Nat. Prod., 1984 47(6): 1059-1060
- <sup>2</sup> Cavalcante F A, Silva T M S, Carvalho M G, Braz-Filho R, Silva B A. Ação Espasmolítica de Solavetivona, Sesquiterpeno Isolado de *Solanum jabrense* Agra & Nee (Solanaceae), Envolve Bloqueio do Cálcio. XVI Latinamerican Congress of Pharmacology. Livro de Resumos 2000a [10.170]
- <sup>3</sup> Cavalcante F A, Medeiros A F D, Claudino F S, Silva T M S, Carvalho M G, Braz-Filho R, Silva B A. Outros Estudos Sobre o Mecanismo de Ação Espasmolítica de Solavetivona, sesquiterpeno Isolado de *Solanum jabrense* Agra & Nee (Solanaceae), XVI Simpósio de Plantas Mediciniais do Brasil, Livro de Resumos 2000b. FM-138
- <sup>4</sup> Kumari G N K, Mohan Rao L J, Prakasa Rao N S. Myricetin Methyl Ethers from *Solanum pubescens*. Phytochemistry. 1984. 23 (11): 2701-2702
- <sup>5</sup> Rahman A U, Bhatti M K, Akhtar F, Choudhary M I. Alkaloids of *Fumaria indica*. Phytochemistry. 1992. 31 (8): 2869-2872
- <sup>6</sup> Silva T M S, Bhattacharyya J, Agra M F. Estudo de Solasodina e Outros Alcalóides de *Solanum* L. na Paraíba: Subgênero *Leptostemonum* Dunal, XVII Reunião Nordestina de Botânica. Livro de Resumos. 1993
- <sup>7</sup> Silva T M S, Braz-Filho R, Carvalho M G de, Silva M S, Agra M F. Alcalóide β-Carbolínico isolado de *Solanum jabrense*. 22ª Reunião da Sociedade Brasileira de Química. Livro de Resumos. 1999. PN-089
- <sup>8</sup> Silva T M S, Braz-Filho R, Carvalho M G de, Silva M S, Agra M F Solavetivona, um Sesquiterpeno Isolado das Partes Aéreas de *Solanum jabrense*. 23ª Reunião da Sociedade Brasileira de Química. Livro de Resumos. 2000. PN-072
- <sup>9</sup> Wollenweber E e Dörr, M. Exudate Flavonoids in Some Solanaceae. Biochem. Syst. and Ecol. 1995. 23 (4): 457-458
- <sup>10</sup> Yoshihara T, Takamatsu S, Sakamura S. 3 New Phenolic Amides from Roots of Eggplant (*Solanum melongena* L) Agric. Biol. Chem. Tokyo. 1978. 42(3): 623-627
- <sup>11</sup> Zhao G X, Hui Y H, Rupprecht J K, McLaughlin J L, Wood K V. Additional Bioactive Compounds and Trilobacin, a Novel Highly Cytotoxic Acetogenin from the Bark of *Asimina triloba*. J. Nat. Prod. 1992. 55(3): 347-356