

ANNA KAROLINNE DOS SANTOS SILVA

ESTUDO FITOQUÍMICO DA PLANTA Solanum paniculatum L.



ANNA KAROLINNE DOS SANTOS SILVA

ESTUDO FITOQUÍMICO DA PLANTA Solanum paniculatum L.

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado ao curso de Licenciatura Plena em Ciências Biológicas da Universidade Estadual do Piauí como requisito para obtenção do título de Licenciada em Ciências Biológicas.

Orientador: Prof. Dr. Francisco Artur e Silva Filho.

Parnaíba – PI



S586e Silva, Anna Karolinne dos Santos.

Estudo fitoquímico da planta Solanum paniculatum L. / Anna Karolinne dos Santos Silva. – 2021.

28 f.: il.

Monografia (graduação) – Universidade Estadual do Piauí – UESPI, Licenciatura Plena em Ciências Biológicas, *Campus* Alexandre Alves de Oliveira, Parnaíba-PI, 2021.

"Orientador: Prof. Dr. Francisco Artur e Silva Filho."

- Jurubeba.
 Análise fitoquímica.
 Cromatografía.
- 4. Metabólitos secundários. I. Título.

CDD: 570.7



Agradecimentos

Agradeço primeiramente a Deus, pelo dom da vida e que em todos os momentos me abençoou com força e coragem durante toda esta caminhada.

Aos meus pais, Tadeu Alves e Antonia Cecilia, por todo amor, carinho, parceria, confiança e não medirem esforços para que eu pudesse ter uma educação de qualidade. A toda minha família que de uma certa forma me ajudou: meu irmão Thiago que me levava toda manhã para a universidade, mesmo chegando atrasado no serviço; as minhas tias, Valdenice e Nadir, que me presentearam com uma impressora por saber que seria bastante útil durante toda minha vida acadêmica e profissional.

Agradeço a todos os professores que contribuíram para minha formação, em especial ao meu professor orientador Francisco Artur, que acreditou em mim para ser sua bolsista no laboratório e me fez despertar uma paixão pela bioquímica, que desde o primeiro período me tratou com respeito e paciência em todos os momentos, principalmente nos que eu estava angustiada.

Aos meus amigos que sempre me falavam palavras incentivadoras, em especial Heryca Frazão, que em um momento de fragilidade, tomou a frente e escolheu meu curso de graduação, que por fim me deu várias oportunidades.

E a todos que de alguma forma colaboraram nesta trajetória de transformação acadêmica.

ANNA KAROLINNE DOS SANTOS SILVA

ESTUDO FITOQUÍMICO DA PLANTA Solanum paniculatum L.

		Trabalho de Conclusão do Curso apresentado ao curso de Licenciatura Plena em Ciências Biológicas da Universidade Estadual do Piauí como requisito para obtenção do título de Licenciada em Ciências Biológicas.
Aprovada em:		
	BANCA	A EXAMINADORA:
		ancisco Artur e Silva Filho
	Universidade E	Stadual do Piauí - Orientador
	Profa. Dr ^a . Maria da	Conceição Sampaio Alves Teixeira
	Universidade E	stadual do Piauí – Avaliadora
	Profa. Dr ^a . Ke	lly Sivocy Sampaio Teixeira

UNINASSAU- Avaliadora

Parnaíba/Piauí 2021

RESUMO

A prática de utilizar espécies vegetais para obtenção da cura ou amenização de agravos, faz parte da história da civilização. Dessa forma, as plantas medicinais são fundamentais fontes no desenvolvimento de fitoterápicos, visto que contribuem também para a investigação de princípios ativos que atuam em novos fármacos. A família da Solanaceae, compreende as plantas lenhosas, facilmente encontrada nas regiões neotropical, geralmente são arbustos com até três metros de altura. A Solanum paniculatum L., popularmente conhecida como jurubeba verdadeira, se destaca por ser citada, em estudos etnobotânicos, por diferentes populações que relatam o uso dessa espécie no tratamento de algumas patologias e assim apresentando um provável potencial como fitoterápico. O nosso trabalho objetivou a realização de estudos fitoquímicos da espécie S. paniculatum. O trabalho consiste em uma pesquisa explicativa, experimental, e para tanto, foi realizada a coleta e a identificação do material botânico, levantamento bibliográfico da espécie estudada, obtenção dos extratos e identificação química das classes de metabólitos secundários, através de teste e reações específicas para cada classe de metabólitos em uma análise fitoquímica preliminar, bem como o fracionamento dos extratos por cromatografia em coluna aberta em sílicagel-60 e eluentes com diferentes de polaridade. A análise fitoquímica preliminar evidencia a presença de saponinas, antraquinonas, cumarinas, flavonóides, alcalóides e taninos, compostos que segundo a literatura, apresentam potencial para uso terapêutico de ação anti-inflamatórias, antifúngicas, antipsoriática, antivirais, antioxidantes à antitumoral. O estudo fitoquímico do extrato hexânico das folhas de S. paniculatum resultou no isolamento do esteróide estigmast-7,22-dien-3-ol, conhecido também como espinasterol.

Palavras Chaves: Jurubeba; Análise Fitoquímica; Cromatografia; Metabólitos Secundários.

ABSTRACT

The practice of using plant species to obtain cures or alleviate diseases is part of the history of civilization. In this way, medicinal plants are fundamental sources in the development of phytotherapeutics, since they also contribute to the investigation of active principles that act in new drugs. The Solanaceae family comprises woody plants, easily found in the Neotropics, generally shrubs up to three meters high. Solanum paniculatum L., popularly known as true Jurubeba, stands out for being cited, in ethnobotanical studies, by different populations that report the use of this species in the treatment of some pathologies and thus presenting a probable potential as a phytotherapic. Our work aimed to conduct phytochemical studies of the species S. paniculatum. The work consists of an explanatory and experimental research, and for such, the collection and identification of the botanical material, bibliographical survey of the studied species, extracts acquisition and chemical identification of the classes of secondary metabolites, through specific tests and reactions for each class of metabolites in a preliminary phytochemical analysis, as well as the fractionation of the extracts by open column chromatography in silica gel-60 and eluents with different polarity. The preliminary phytochemical analysis shows the presence of saponins, anthraguinones, coumarins, flavonoids, alkaloids and tannins, compounds that, according to the literature, present potential therapeutic use for anti-inflammatory, antifungal, antipsoriatic, antiviral, antioxidant and antitumor actions. The phytochemical study of the hexanic extract of S. paniculatum leaves resulted in the isolation of the steroid stigmast-7,22-dien-3-ol, also known as spinasterol.

Key-words: Jurubeba; Phytochemical Analysis; Chromatography; Secondary Metabolites.

SUMÁRIO

1. Apresentação e Justificativa	3
2. Objetivos	5
2.1. Objetivo Geral	5
2.2. Objetivos Específicos	5
3. Métodos e Procedimentos	5
3.1 Levantamento Bibliográfico da Espécie Estudada	6
3.2 Coleta e Identificação do Material Botânico	6
3.3 Obtenção dos Extratos	6
3.4 Prospecção Fitoquímica Preliminar	6
3.5 Isolamento dos Constituintes Fixos	8
3.5 Identificação Estrutural dos Compostos Isolados	9
4. Resultados e Discussões	10
4.1 Análise fitoquímica preliminar	10
4.2 Isolamento e Determinação Estrutural do Composto Isolado	13
5. Considerações Finais	17
6. Referências Bibliográficas	18
7. Anexos	21

1. Apresentação e Justificativa

Substâncias orgânicas originadas de fontes naturais há muito tempo são utilizadas no tratamento de inúmeras enfermidades no ser humano. Assim, o uso de plantas para fins medicinais tem renovado e provocado interesse pelo conhecimento das características dos fármacos dela originada, incluindo sua morfologia, composição química, propriedades farmacológicas, dentre outras (ARGENTA *et al.*, 2011).

Diferentes ecossistemas produzem uma variedade enorme de substâncias com estruturas químicas diferentes, que podem ser úteis para diversos fins. Dentro desse contexto, a flora brasileira representa uma das mais ricas fontes de novas substâncias bioativas. É importante destacar que poucas espécies vegetais brasileiras foram estudadas em busca de moléculas bioativas (AMORIM *et al.*,2003)

A família Solanaceae faz parte dos sistemas ecológicos pertencentes às regiões tropicais e subtropicais e têm na América do Sul seu centro de diversidade e distribuição (NEE, 1999). Arbustos, árvores, raramente lianas, frequentemente hemiparasitas de raízes, ocasionalmente latescentes (SOUZA; LORENZI, 2005). Inclui 34 gêneros e aproximadamente 492 espécies, segundo a plataforma Flora do Brasil. Dentre as espécies da família Solanaceae destaca-se *Solanum paniculatum* L. (Figura 1), popularmente conhecida como "jurubeba-verdadeira", fazendo parte do extrato arbusto da Caatinga figurando como uma das principais espécies.

Estudos preliminares da composição química dos extratos aquosos de talos, folhas e raízes de *S. paniculatum*, revelou a presença de carboidratos, saponinas, glicosídeos cardiotônicos, antraquinonas, flavonoides e taninos. No entanto, não foram apresentados relatos de isolamento de metabólitos essenciais para essa espécie. O estudo dos constituintes voláteis das folhas de *S. paniculatum*, utilizando GC-MS, revelou a presença de 33 componentes, representando como componente majoritário o benzaldeído (63,5%), seguido pelo cianeto de benzila (13%) e isoforona (3,5%) (COUTINHO, 2009) (GODINHO *et al.*, 2015).

O interesse de estudo dessa espécie consiste em seu uso na medicina popular, apresentando atividade anti-inflamatória (BOSCOLO, 2013) (CORDEIRO; FÉLIX, 2014),

antimicrobiana (JAMES *et al.*, 2007), antifúngica (OMER; ELNIMA, 2003), efeito anticonvulsivante (QUINTANS *et al.*, 2002), antineoplásica (VOSS; EYOL; BERGER, 2006) (ENDRINGER *et al.*, 2009), problemas hepáticos (FAGUNDES; OLIVEIRA; SOUZA, 2017) (RIBEIRO *et al.*, 2014) (SILVA *et al.*, 2015a) (SILVA *et al.*, 2015b) e estomacais (GUIMARÃES *et al.*, 2017) (SILVA *et al.*, 2015a), moluscicida (UCHOA *et al.*, 2006), além de seus efeitos vaso protetores. Porém pouco se sabe sobre sua composição química e quais biomoléculas são associadas as quais atividades.

A presença comum da *S. paniculatum* no norte do estado do Piauí, bem como, relatos de seu uso como droga vegetal na ação cicatrizante por populares, somada a falta de relatos científicos sobre a composição química de seus metabólitos e de ação cicatrizante, estimulou o interesse dos estudos fitoquímicos desta espécie.



Figura 1: Arbusto (A), Folha e flor (B) de Solanum paniculatum.



Fonte: Adriane Aragão, 2018.

2. Objetivos

2.1. Objetivo Geral

Realizar a investigação fitoquímica da espécie *Solanum paniculatum*, contribuir com o desenvolvimento do conhecimento químico da espécie, e a formação de recursos humanos na área de Produtos Naturais.

2.2. Objetivos Específicos

- 1. Coletar e identificar o material vegetal da espécie S. paniculatum;
- 2. Obter os extratos etanólicos e hexânicos de folhas e caules de *S. paniculatum*;
- 3. Determinar a presença das classes de metabólitos secundários nos extratos etanólicos e hexânicos das folhas e caules de *S. paniculatum*, através de análise fitoquímica preliminar;
- 4. Isolar metabólitos secundários do extrato hexânico de *S. paniculatum*, através de cromatografía em coluna;
- 5. Identificar os metabólitos isolados.

3. Métodos e Procedimentos

3.1 Levantamento Bibliográfico da Espécie Estudada

Foi realizado inicialmente um levantamento bibliográfico no Chemical Abstracts com o objetivo de obtermos informações a respeito de possíveis metabólitos secundários isolados anteriormente, quais as técnicas de isolamento e purificação utilizados e as atividades farmacológicas da espécie escolhida para o estudo e de outras espécies do gênero.

3.2 Coleta e Identificação do Material Botânico

A coleta do material vegetal foi realizada no mês de outubro de 2020, no povoado de Carreiras, no município de Caxingó, Estado do Piauí (<u>latitude</u> 03°25'03" <u>sul</u> e a <u>longitude</u> 41°53'46" <u>oeste</u>). O material coletado constitui folhas, caule, frutos e flores, que posteriormente foram utilizadas para o preparo das exsicatas que foram depositadas no Herbário Delta do Parnaíba da Universidade Federal do Piauí (UFPI), sob a inscrição N° 004638.

3.3 Obtenção dos Extratos

As folhas e caule da *S. paniculatum* foram separados e posteriormente secas, trituradas e submetidas a uma extração exaustiva a frio. As folhas foram submetidas a uma extração com hexâno e álcool etílico, respectivamente, e os caules foram submetidos a uma extração somente com álcool etílico. O extrato hexânico das folhas (EHFS) e os extratos etanólicos das folhas (EEFS) e caule (EECS) forma obtidos após sua concentração sob pressão reduzida em temperatura de 60 °C em rotaevaporador da marca Fisatom®, com auxílio de uma bomba à vácuo.

3.4 Prospecção Fitoquímica Preliminar

A partir dos extratos hexânico e etanólicos das folhas e caules, foi possível fazer estudo fitoquímico preliminar, onde foi usado o teste qualitativo de espuma para a identificação de saponinas, onde consistia em colocar em tubo de ensaio, o extrato com 10ml de água destilada e ferver por 3 minutos, posteriormente agitar no sentido vertical durante 15 segundos. Já para

a identificação das antraquinonas, foi feita duas reações a reação Borntäger direta e indireta, sendo que na reação direta o extrato foi adicionado em um tubo de ensaio, e adicionado 4 mL de éter etílico, agitado durante 2 minutos, posteriormente adicionado 1mL de solução de hidróxido de amônia (NH₄OH) 10% ao extrato orgânico, e verificada a coloração final da reação, obtendo-se a coloração avermelhada como resultado positivo para a presença das antraquinonas, na reação de Borntäger indireta com hidrólise, colocou-se água destilada (20mL) ao extrato vegetal, e levando à fervura, em seguida adicionou-se 5mL de ácido clorídrico (HCl) a 10%, após o resfriamento o preparo foi filtrado em funil de separação, adicionado 5mL de clorofórmio (CHCl₃), homogenizado, e deixado em repouso até a separação das fases, a fase orgânica foi separada e posteriormente adicionada 3mL de solução de hidróxido de amônia (NH₄OH) 10%, agitado e deixado em repouso, tendo a coloração final rosa como resposta positiva para presença de antraquinonas.

Na identificação de cumarinas o extrato foi adicionado em béquer de 100 mL juntamente com 50 mL de éter etílico, a solução recém preparada foi dividida em dois tubos de ensaio devidamente etiquetados, em um dos tubos foram adicionadas 8 gotas de hidróxido de sódio (NaOH) e o segundo tubo serviu de controle, ambos os tubos foram submetidos à luz U.V. (365nm). O teste foi novamente repetido utilizando placas de cromatografía de camada delgada (CCD), onde foram aplicados dois *spots* da solução inicialmente preparada com o estrato e o éter etílico, e em cima de um dos *spots* foi adicionada 2 gotas de NaOH e posteriormente a placa foi levada para à luz U.V. (365nm). A fluorescência tanto do tubo de ensaio quanto dos *spots* adicionados de NaOH, confirmaria a presença de cumarinas

A caracterização de flavonóides e antocianos foi realizada por uma série de reações genéricas como descritos a seguir. Inicialmente os extratos foram solubilizados em 30mL de etanol 70%, aquecido até a ebulição, posteriormente resfriados e divididos em tubos de ensaio. A primeira reação de caracterização realizada foi a reação de Shinoda, onde foram adicionados fragmento de magnésio metálico e 1mL de ácido clorídrico concentrado a 3mL da solução hidroalcoólica dos extratos anteriormente preparados, o aparecimento da coloração avermelhada indicaria a presença de flavonoides e/ou antocianos. Posteriormente foram realizados uma série de 2 reações que poderiam confirmar a presença dessas classes nos extratos, sendo a primeira uma reação com cloreto férrico (FeCl₃), onde foram adicionadas 02

gotas de cloreto férrico a 2% em 3 ml nas soluções hidroalcoólica dos extratos, a presença de flavonoides promoveria a mudança de cor da solução para amarelo, violeta ou castanho. A segunda reação específica para os flavonoides foi com hidróxido de alumínio (Al (OH)₃), onde foram adicionadas 02 gotas de hidróxido de sódio a 10% em 3ml nas soluções hidroalcoólica dos extratos, onde a presença de flavonoides provocaria a mudança de cor das soluções analisada para a cor amarela e suas variações.

A identificação da presença de alcalóides foi realizada através de uma série de indicadores e reagentes específicos como mostrados a seguir. Inicialmente foram preparados as soluções dos extratos etanólicos, onde foi colocado cerca de 2g de cada extrato etanólico das folhas e caules em tubos de ensaios diferentes, e adicionados 20ml de H2SO4 a 1%, em cada tubo, e fervidos por 2 minutos, logo após foram filtrados com algodão em funil de vidro, após resfriado os filtrado foi redistribuído em 8 tubos de ensaios, e em cada um deles foi gotejado 2 a 7 gotas dos seguintes reagentes específicos descritos a seguir com seus respectivos resultados positivos: Dragendorff (Iodo bismutato de potássio) na presença de alcalóides formam precipitado laranjado; Mayer (Iodo mercurato de potássio) na presença de alcalóides formam precipitado branco; Bertrand (Ácido sílico-túngstico) na presença de alcalóides formam precipitado branco; Bouchard/Wagner (Iodo-iodeto de potássio) na presença de alcalóides formam precipitado marrom.

3.5 Isolamento dos Constituintes Fixos

Com os extratos das folhas e caules já concentrados e secos, iniciou-se a realização da cromatografia em camada delgada (CCD) com objetivo de comparar os extratos recém preparados quanto a sua composição química, na CCD foram utilizados indicadores como vanilina (indicador universal) e reagente de Dragendorff (indicador das classes de alcalóides e antraquinonas).

O extrato hexânico das folhas foi adsorvido em quantidade apropriada de sílica-gel por meio de atrito mecânico em gral de porcelana e acondicionado sobre sílica-gel em funil de separação e eluído com hexano, clorofórmio, acetato de etila e etanol, para obtenção das respectivas frações. Após sucessivos tratamentos cromatográficos foi possível o isolamento de um dos metabólitos secundários existentes na fração clorofórmica, onde a fração foi

adsorvida e empacotada em coluna cromatográfica contendo sílica-gel. As quantidades de sílica-gel utilizadas variaram para cada fracionamento, conforme a quantidade e o grau de pureza da amostra. Os fracionamentos cromatográficos foram acompanhados através da obtenção de sub-frações, as quais posteriormente foram reunidas conforme semelhança dos constituintes químicos revelados através de cromatografia em camada delgada, referida como CCD.

3.5 Identificação Estrutural dos Compostos Isolados

As determinações estruturais dos metabólitos secundários isolados foram realizadas através da análise dos dados espectroscópios de Infravermelho (IV), Ressonância Magnética Nuclear (RMN) de 1H e 13C uni e bi-dimensionais, espectrometria de massas (E.M.) e determinação do ponto de fusão dos compostos. Estes aparelhos encontram-se no Departamento de Química Orgânica e Inorgânica da Universidade Federal do Ceará e Universidade Federal do Piauí

4.1 Análise fitoquímica preliminar

Após separação, secagem e trituração foram obtidos 1,974 Kg do caule e 1,250 Kg das folhas. Que logo após a extração a frio, com hexano e etanol, e rotaevaporados foram obtidos 97 g de extrato hexânico das folhas de *S. paniculatum* (EHFS), 215 g de extrato etanólico das folhas de *S. paniculatum* (EEFS) e 64 g de extrato etanólico do caule de *S. paniculatum* (EECS).

O quadro 01, mostra o resumo da análise fitoquímica preliminar dos, onde viu-se a presença de saponinas, antraquinonas, cumarinas, flavonóides, alcalóides e taninos nos extratos etanólicos de folhas (EEFS) e caule (EECS) da *S. paniculatum*. Também foi realizada a identificação no extrato hexânico das folhas de *S. paniculatum* (EHFS). As reações com teste positivo (+) foram sinalizadas na tabela, bem como as reações negativas (-).

Quadro 01. Análise fitoquímica preliminar dos extratos de S. paniculatum, com base em reações especificas.

Reação	EECS	EEFS	EHFS		
Saponinas					
Saponina Espumídica	+	+	-		
	Antraquinonas				
Reação de Borntäger Direta	+	+	+		
Reação de Borntäger Indireta (Fase aquosa)	-	-	-		
Reação de Borntäger Indireta (Fase orgânica)	+	+	+		
	Cumarinas				
U.V. (365 nm) Fluorescência	-	+	+		
Flavonóides					
Cloreto Férrico	+	+	+		
Hidróxido de Sódio	+	+	-		
Shinoda	+	+	-		
Alcalóides					
Dragendorff	+	+	+		

Mayer	+	-	-		
Bertrand	+	+	+		
Bouchard/Wagner	+	+	-		
Taninos					
Acetato de Chumbo 10% + + -					
Acetato de Cobre 5%	-	-	-		
Cloreto Férrico 2%	+	+	-		

Fonte: Próprio autor, 2021. EERS (Extrato Etanólico das Raízes de *Solanum*); EEFS (Extrato Etanólico das Folhas de *Solanum*); EHFS (Extrato Hexânico das Folhas de *Solanum*).

Conforme o quadro 01, as saponinas foram encontradas através da reação das saponinas espumídicas tanto nos EEFS e EECS, as antraquinonas foram identificadas nos EEFS e EECS através das reações de Reação de Borntäger Direta, Reação de Borntäger Indireta (Fase orgânica) e negativa para a Reação de Borntäger Indireta (Fase aquosa). As cumarinas foram identificadas por meio de U.V. (365 nm) e fluorescência no EECS e EHFS. Enquanto os flavonóides foram encontrados nos EEFS e EECS pelas reações de cloreto férrico, hidróxido de sódio e Shinoda. Os alcalóides foram obtidos pelas reações de Dragendorff, Bertrand, Bouchard/Wagner nos EEFS e EECS, o teste de Mayer foi positivo apenas nos EEFS. Os taninos foram encontrados por reações de acetato de chumbo 10% e de cloreto férrico 2% nos EEFS e EECS.

Contudo, além dessas substâncias comprovadas pela realização de testes de identificação química nesta pesquisa, outros componentes químicos são evidenciados através da literatura. Sendo elas: ácidos graxos, esteróides, jasmololona, nootkatone, triterpenos, álcool dicetônico, ésteres alifáticos, hidrocarbonetos e compostos terpenoídicos (COUTINHO, 2009) (TERÇO; LIMA, 2016).

As classes de metabólitos secundários contidos nos extratos de *S. paniculatum*, revelam que a espécie apresenta um grande potencial como fitoterápico, como é mostrado na tabela 01, que correlaciona as classes de compostos identificados nos extratos de *S. paniculatum* e sua contribuição e influência na saúde do homem.

Tabela 01. Potencial Fitoterápico de Cada Metabólito Secundário.

Metabólito Secundário	Atividade no Organismo
Saponinas	Anticarcinogênicas
	Para patologias cardiovasculares
	Para infecções por HSV e HIV
	Para distúrbios do sono
Antraquinonas	Antioxidante
-	Laxantes e Purgantes
	Diuréticas
	Imunoestimulante
	Antifúngicas
	Antipsoriática
	Antivirais
	Antitumoral
Cumarinas	Antibacteriana
	Antimelanogênica
	Atividade Sedativa
	Ansiogênica
	Anti-HIV
	Antituberculose
	Anti-influenza
	Antiinflamatória
	Imunossupressora
	Para terapêutica do cancro (câncer)
	Alzheimer
Flavonóides	Vasoprotetores
Travolloides	Anti-Inflamatórias
	Antioxidantes
	Antivirais
	Hormonal
	Antitumoral
	Antifungicas
	Antibacterianas
	Antiparasitárias
	Imunomoduladora (Inibição De Enzimas)
	Vascular
	Cardioprotetora
Alcalóides	Atividade Antineoplásica
Alcaloides	Atua no CNC
	Antibacteriana
	Antiparasitária
	Antifúngica
т.	Imunomoduladora
Taninos	Cicatrizantes
	Protetor da Pele
	Reepitelizantes
	Antissépticos
	Hemostáticos

Adstringentes
Antioxidantes
Antibacteriana
Anticancerígeno
Regulação De Enzimas e Proteínas
Para Patologias no Estômago

Fonte: Próprio autor.

4.2 Isolamento e Determinação Estrutural do Composto Isolado

Após análise em CCD o extrato hexânico das folhas de *S. paniculatum* (EHFS) apresentou-se mais promissora, então foi realizada uma cromatografia filtrante de 2,00g de EHFS que produziu quatro frações: hexânica com 580 mg (EHFS-H); clorofórmica com 825 mg (EHFS-C); acetato de etila com 311 mg (EHFS-Ac) e metanólica com 254 mg (EHFS-M).

Após sucessivas cromatografias da fração EHFS-C (825 mg) em sílicagel-60 (Ø 40 – 63 μm) em coluna abertas de 2 cm de diâmetro, possibilitou a obtenção de 12,5mg da fração EHFS-C (11-15) (6-12), denominada de FSP-1, que apresentou-se como cristais amorfo e solúvel em clorofórmio e com ponto de fusão 150,2 – 151,7 °C.

O espectro na região do infravermelho de FSP-1 (Fig. 01, anexo) mostrou uma banda intensa em 3448 cm⁻¹ correspondente à deformação axial da ligação O-H característica de álcool, além de bandas em 2945, 1459 e 1380 cm⁻¹ relacionadas a deformações axiais da ligação C-H de carbonos alifáticos. Também foi observada uma banda em 1654 cm⁻¹ referente à deformação axial de ligação C=C, e outra banda em 1065 cm⁻¹ representado uma deformação axial de ligação C-O.

Através da análise de espectro de RMN ¹³C-BB (75 MHz, CDCl₃) de FSP-1 (Fig. 02, anexo) verificou-se a presença de 29 linhas espectrais. Comparando-se os espectros de RMN ¹³C-BB e RMN ¹³C-DEPT 135° (75 MHz, CDCl₃) de FSP-1 (Fig. 03, anexo), pôde-se deduzir a presença de onze absorções correspondentes a carbonos metínicos, nove absorções de carbonos metílenicos e seis absorções de carbonos metílicos. Por diferença de espectros, constatou-se a ausência de três absorções relativas aos carbonos não-hidrogenados (Tabela 02).

Tabela 02 – Deslocamento químico RMN ¹³C-BB de FSP-1 com padrão de hidrogenação

С	СН	CH2	CH3	TOTAL
139,7	138,3	39.6	12,4	
43,5	129,6	38,2	13,2	

1-OH				$C_{29}H_{48}O$
C3	C ₁₁ H ₁₁	C ₉ H ₁₈	C ₆ H ₁₈	$C_{29}H_{47}$
	32,0			
	40,4			
	41,0	21,7		
	49,6	23,2		
	51,4	25,5		
	55,3	29,6	12,2	
	56,1	31,7	19,2	
	71,2	37,3	21,2	
34,4	117,6	29,8	21,5	

Utilizando-se da teoria do deslocamento químico pôde-se inferir para de FSP-1, a presença de um carbono oxigenado em δ 71,4 (C-3) e quatro carbonos olefínicos em δ 139,7 (C-8); 138,3 (C-22); 129,6 (C-23) e 117,6 (C-7), corroborando a análise feita no espectro de IV.

O espectro de RMN 1 H (300 MHz, CDCl₃) de FSP-1 (Fig. 04, anexo) mostrou uma absorção em δ 3,60 (m, 1H-3) atribuída a hidrogênio de carbono carbinólico. Foram observadas também absorções em região de desproteção em δ 5,15 (dd, J = 8,7; 14,7 Hz; 1H-7), 5,05 (dd, J = 8,4 Hz; 14,3 Hz; 1H-22) e 5,00 (dd, J = 8,1 Hz; 13,9 Hz; 1H-23) referentes a hidrogênios de carbonos olefínicos, e dois sinais em δ 0,55 (s, 3H-18) e 0,80 (s, 3H-19) característicos de grupamentos metilas ligadas a carbonos não-hidrogenados.

De acordo com os dados apresentados nestes espectros, pôde-se sugerir para FSP-1 a fórmula molecular $C_{29}H_{48}O$, corroborada pelo espectro de massas (E.M.) que apresentou razão m/z igual 412 Da (Fig. 05, anexo) tendo, portanto, seis lacunas de insaturação. Como duas insaturações estão relacionadas a duas duplas ligações, as outras quatro restantes devem ser atribuídas a uma estrutura tetracíclica. A presença de carbonos olefínicos, dois grupamentos metila ligados a carbonos não-hidrogenados, nove carbonos metilênicos e um carbono metínico carbinólico, possibilitaram deduzir que FSP-1 trata-se de um esteróide contendo um esqueleto do tipo estigmastano.

A comparação dos dados de RMN ¹³C de FSP-1, com os dados descritos na literatura (BRAZ-FILHO, R., 1986) para esteróides da série estigmastano (Tabela 03), confirmou a identidade deste composto como sendo o esteróide estigmast-7,22-dien-3-ol, conhecido também como espinasterol (01).

Estrutura 01 – Estrutura do Espinasterol

Tabela 03 – Análise comparativa dos deslocamentos químicos δ (ppm) de RMN 13C de FSP-1 (75 MHz, CDCl3) com o espinasterol [BRAZ-FILHO, R., 1986] (75 MHz, CDCl3).

С	FSP-1	Espinasterol [BRAZ-FILHO, R., 1986]
1	38,2	38,1
2	29,8	29,8
3	71,2	71,4
4	37,3	38,1
5	40,4	40,4
6	31,7	31,6
7	117,6	117,8
8	139,7	139,6
9	49,6	49,8
10	34,4	34,3
11	21,7	21,7
12	39,6	39,6
13	43,5	43,6
14	55,3	56,1
15	23,2	23,1
16	28,6	28,9
17	56,1	56,3
18	12,4	12,4
19	13,2	13,4
20	41,0	40,6
21	21,5	21,7
22	138,3	138,2
23	129,6	129,6
24	51,4	51,6
25	32,0	32,0
26	21,2	21,5
27	19,2	19,1
28	25,5	25,5
29	12,2	12,4

O esteróide espinasterol possui diversos benefícios no seu uso terapêutico como ação antinociceptiva (FREITAS et al, 2009), atividade antitumoral em células do câncer de mama,

câncer de ovário e câncer cervical (JEON et al, 2005), inibição da proliferação de células glomerulares mesangiais (JEONG et al, 2004), atividade antiulcerogênica (KLEIN JUNIOR et al, 2010) e antigenotóxica (VILLASEÑOR et al, 1996).

5. Considerações Finais

A análise fitoquímica preliminar evidencia a presença de saponinas, antraquinonas, cumarinas, flavonóides, alcalóides e taninos, compostos que segundo a literatura, apresentam potencial para uso terapêutico de ação anti-inflamatórias, antifúngicas, antipsoriática, antivirais, antioxidantes à antitumoral. O estudo fitoquímico do extrato hexânico das folhas de *S. paniculatum* resultou no isolamento do esteróide estigmast-7,22-dien-3-ol, conhecido também como espinasterol, que chama bastante atenção por ser defendida na literatura que possui ação antitumoral contra as células cancerígenas da mama, do ovário e do cervical.

Os resultados obtidos através da investigação química de *S. paniculatum* confirmam o grande potencial químico-botânico e até possível ação terapêutica da espécie, que exige uma continuidade da investigação fitoquímica da mesma com finalidade em aplicar seus metabólitos como novos princípios ativos para possíveis recursos humanos na área de Produtos Naturais.

- AMORIM, E. L. C.; LIMA, C. S. A.; HIGINO, J. S.; SILVA, L. R. S.; ALBUQUERQUE, V. P. Fitoterapia: Instrumento para uma melhor qualidade de vida. **Infarma**. São Paulo, v.15, n. 1-3, p.66-69, 2003.
- ARAGÃO, A. C. Estudo fitoquímico e levantamento das atividades farmacológicas de *Solanum paniculatum* L. Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação de Enfermagem) Universidade Estadual do Piauí. Parnaíba. 2018.
- ARGENTA, S. C.; ARGENTA, L. C.; GIACOMELLI, S. R.; CEZAROTTO, V. S. Plantas medicinais: Cultura popular versus ciência. **Vivências: Revista Eletrônica de Extensão da URI**, vol. 7, n.12, p.51-60, 2011.
- BOSCOLO, O. H. Para comer, para beber ou para remédio? Categorias de uso múltiplo em Etnobotânica. **Cadernos UniFOA**, Edição Especial Ciências da Saúde e Biológicas. ISSN 1809-9475, p.61-67, Maio/2013.
- CHAVES, D. C. Contribuição ao conhecimento químico de plantas do nordeste: Cayaponia racemosa Gogn. (Dissertação de mestrado Universidade federal do Ceará), Fortaleza-ce, p.48-54, 2002.
- CORDEIRO, J. M. P.; FÉLIX, L. P. Conhecimento botânico medicinal sobre espécies vegetais nativos da caatinga e plantas espontâneas no agreste da Paraíba, Brasil. **Rev. Bras. Pl. Med.**, Campinas, v.16, n.3, supl. I, p.685-692, 2014.
- COUTINHO, E. M. de O. *Estudo Fitoquímico E De Atividade Biológica De Espécies De Solanum (Solanaceae)*. 2009. 147f. Dissertação ao Programa De Pós-Graduação em Ciências Farmacêuticas- Universidade Federal do Rio de Janeiro Faculdade de Farmácia, Rio de Janeiro, 2009.
- ENDRINGER, D. C.; VALADARES, Y. M.; CAMPANA, P. R. V.; CAMPOS, J. J.; GUIMARÃES, K. G.; PEZZUTO, J. M.; BRAGA, F. C. Evaluation of Brazilian Plants on Cancer Chemoprevention Targets In Vitro. **Phytotherapy Research**. Res. 23, 000–000. Published online in Wiley InterScience (www.interscience.wiley.com) DOI: 10.1002/ptr.3050, 2009.
- FAGUNDES, N. C. A; OLIVEIRA, G. L; SOUZA, B. G. Etnobotânica de plantas medicinais utilizadas no distrito de Vista Alegre, Claro dos Poções Minas Gerais. **Revista Fitos**, Rio de Janeiro, e-ISSN: 2446-4775, v. 11, n.1, p.1-118, 2017.
- FREITAS, C. S.; BAGGIO, C. H.; SANTOS, A. C.; MAYER, B.; TWARDOWSCHY, A.; LUIZ, A.P.; MARCON, R.; SOLDI, C.; PIZZOLATTI, M.G.; SANTOS, E. P.; MARQUES, M.C.A.; SANTOS, A. R. S. Antinociceptive properties of the hydroalcoholic extract, fractions and compunds obtained from the aerial parts of *Baccharis illinita* DC in mice. **Basic &**

- Clinical Pharmacology & Toxicology. v.104, n.4, p.285-292, 2009.
- GODINHO, C. S.; SILVA, C. M. da; MENDES, C. S. O; FERREIRA, P. R. B., OLIVEIRA, D. A. de. Estudo Fitoquímico De Espécies Arbóreas Do Cerrado. **Revista Multitexto**, v. 3, n. 01, 2015.
- GUIMARÃES, L. L; VENTURA, A. L; CAPELLARI, L. R.; SOUZA, V. V. DE; TOMA, WALBER. Análise fitoquímica de plantas medicinais indicadas popularmente na forma de garrafadas para o tratamento da úlcera gástrica. **Unisanta Health Science**. v.1, n.1, p.88-97, 2017.
- JAMES, D. B.; ABU, E. A.; WUROCHEKKE, A. U.; ORJI, G. N. Phytochemical and Antimicrobial Investigation of the Aqueous and Methanolic Extracts of *Solanum paniculatum*. **J. Med. Sci.** p.284-288, 2007.
- JEON, G. C.; PARK, M. S.; YOON, D. Y.; SCHIN, C. H.; SIN, H. S.; UM, S. J. Antitumor activity of spinasterol isolated from *Pueraria roots*. **Experimental and Molecular Medicine.** v.37, n.2, p.111-120, 2005.
- JEONG, S. I.; KIM, K. J.; CHOI, M. K.; KEUM, K. S.; LEE, S.; AHN, S. H.; BACK, S. H.; SONG, J. H.; JU, Y. S.; CHOI, B. K.; JUNG, K. Y. α-spinasterol isolated from the root of *Phytolacca americana* and its pharmacological property on diabetic nephropathy. **Planta Medica.** v.70, n.8, p.736-739, 2004.
- KLEIN JUNIOR, L. C.; GANDOLFI, R. B.; SANTIN, J. R.; LEMOS, M.; CECHINEL FILHO, V.; ANDRADE, S. F. Antiulcerogenic activity of extract, fractions, and some compounds obtained from *Polygala cyparissias* St. Hillarie & Moquin (Polygalaceae). **Naunyn Schmiedeberg's Archives of Pharmacology.** v. 381, n.2, p.121-126, 2010.
- LOPES, G. F. G; PANTOJA, S. C. S. Levantamento Das Espécies De Plantas Medicinais Utilizadas Pela População De Santa Cruz Rio De Janeiro- RJ. **Revista Eletrônica Novo Enfoque**, v.16, n.16, p.62-80, 2013.
- NEE, M. Synopsis of Solanum the New World. In Solanaceae. **Advances in Biology and Utilization**, v. IV, p.285–333, 1999.
- OMER, M. E. F. A.; ELNIMA, E. I. Antimicrobial activity of *Solanum paniculatum*. **Fitoterapia.** p.122-126, 2003.
- QUINTANS JÚNIOR, L. J.; ALMEIDA, R. N.; FALCÃO, A. C. G. M.; AGRA, M. F.; SOUZA, M. F. V.; BARBOSA FILHO, J. M. Avalição da Atividade Anticonvulsivante de Plantas do Nordeste Brasileiro. **Acta Farm. Bonaerense**. p.179-184, 2002.
- RIBEIRO, D. A.; MACÊDO, D. G.; OLIVEIRA, L. G. S.; SARAIVA, M. E.; OLIVEIRA, S. F.; SOUZA, M. M. A.; MENEZES, I. R. A. Potencial terapêutico e uso de plantas medicinais

- em uma área de Caatinga no estado do Ceará, nordeste do Brasil. **Rev. Bras. Pl. Med.**, Campinas, v.16, n.4, p.912-930, 2014.
- Solanaceae in **Flora do Brasil 2020 em construção.** Jardim Botânico do Rio de Janeiro. Disponível em: http://floradobrasil.jbrj.gov.br/reflora/floradobrasil/FB225. Acesso em: 21 Jan. 2020.
- SILVA, M. D. P.; MARINI, F. S.; MELO, R. S. Levantamento de plantas medicinais cultivadas no município de Solânea, agreste paraibano: reconhecimento e valorização do saber tradicional. **Rev. Bras. Pl. Med.**, Campinas, v.17, n.4, supl. II, p.881-890, 2015a.
- SILVA, M. P. da; BARROS, R. F. M. de; MOITA NETO, J. M. Farmacopeia natural de comunidades rurais no Estado do Piauí, Nordeste do Brasil. **Desenvolv. Meio Ambiente**, v.33, p.193-207, abr. 2015b.
- SOUZA, V. C.; LORENZI, H. Botânica Sistemática: guia ilustrado para identificação das famílias de Angiospermas da flora brasileira, baseado em APG II. **Nova Odessa: Instituto Plantarum**, 2005.
- TERÇO, J. W. S.; LIMA, R. A. Identificação Das Classes De Metabólitos Secundários No Extrato Etanólico Dos Frutos E Folhas De *Solanum Paniculatum L*. South American. **Journal of Basic Edication, Tachnical and Technological,** ISSN: 2446-2821. v.3. n.2, p.92-99, 2016.
- UCHOA, U. T.; JÚNIOR, R. A.; CARVALHO, C. M.; ABREU, F. C.; GOULART, H. F.; SANTANA, A. E. G. Ação Moluscicida da Madeira do Caule da *Solanum paniculatum* L. **29^a** Reunião Anual da Sociedade Brasileira de Química. 2006.
- VILLASEÑOR, I. M.; LEMON, P.; PALILEO, A.; BREMMER, J. B. Antigenotoxic spinasterol from *Cucurbita maxima* flowers. **Environmental Mutagenesis.** v.360, p.89-93, 1996.
- VOSS, C.; EYOL, E.; BERGER, M. R. Identification of potente anticâncer activity in *Solanum paniculatum* aqueous extracts used by African traditional medicine. **Toxicology and Applied Pharmacology**, p.177-187, 2006.

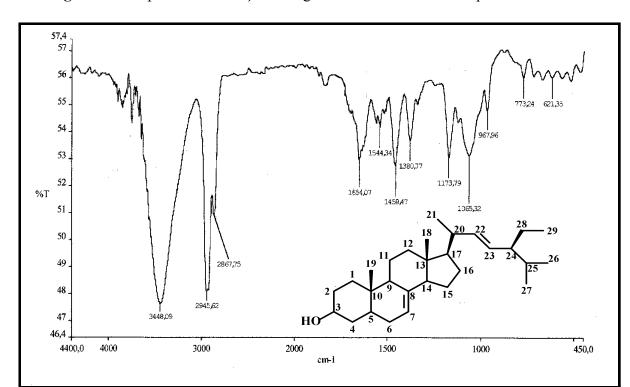
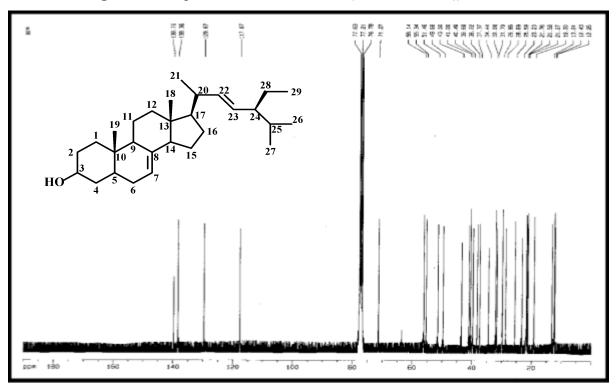


Figura 01 – Espectro de absorção na região do I.V. de FSP-1 com pastilhas de KBr.

Figura 02 – Espectro de RMN ¹³C-CPD (75 MHz, CDCl₃) de FSP-1.





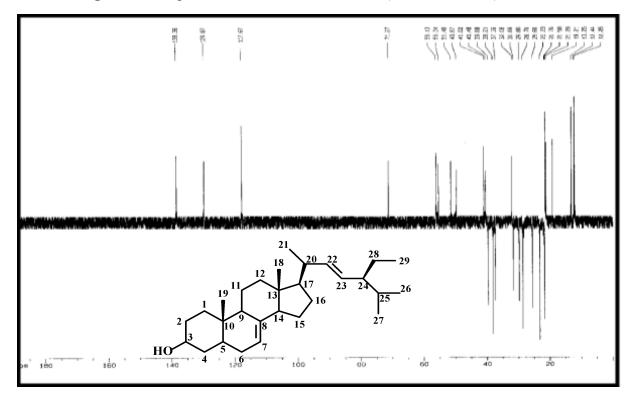
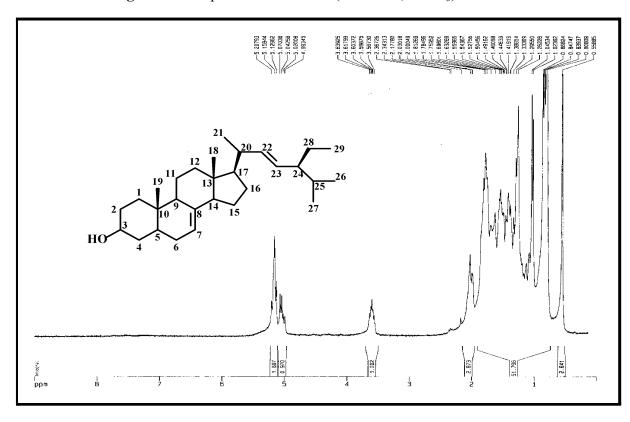


Figura 04 – Espectro de RMN ¹H (125 MHz, CDCl₃) de FSP-1.



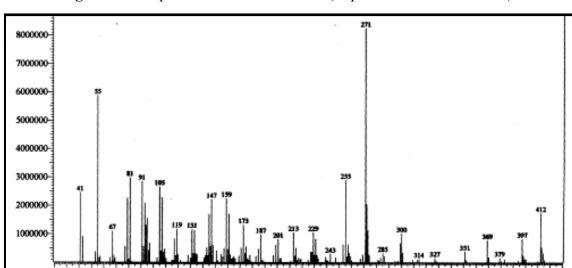


Figura 05 – Espectro de massa de FSP-1 (impacto eletrônico a 70 eV).