

## ESTUDO E CARACTERIZAÇÃO DE EXTRATO DE RUBUS IMPERIALIS, RUBUS ROSAEFOLIUS (OU ROSIFOLIUS) E RUBUS NIVEUS POR CROMATOGRAFIA LÍQUIDA ACOPLADA A ESPECTRÔMETRO DE MASSAS (CLAE EM/EM)

Silvia N. Moreno Silva\*, Edson Luiz Maistro, Rivaldo Niero, Fábio Boylan, Paulo César P. Rosa.

### Resumo

O projeto teve como objetivo avaliar o perfil dos extratos do *Rubus imperialis*, *Rubus rosaefolius* e *Rubus niveus*. Um dos métodos utilizados foram métodos cromatográficos e espectrometria de massas. Usados para separar compostos e identificá-los, respectivamente. A presença de alguns compostos como por exemplo: niga-ichigoside ( $m/z$  666), ácido tormêntico ( $m/z$  487) e outros compostos, os quais estão presentes em partes aéreas de espécies que são usadas na medicina popular, para tratamento de várias doenças.

### Palavras-chave:

*Rubus*, separação cromatográfica, espectrometria de massas

### Introdução

Rosaceae é uma grande família de plantas, dentro desta família encontra-se o gênero *Rubus*. O gênero *Rubus* inclui mais de 750 espécies agrupadas em 12 subgêneros, encontrado em todos os continentes, com exceção da Antártida. As plantas pertencentes a esse grupo têm sido usadas na medicina popular para tratar doenças como diabetes, contra bactérias Gram-positivas, antialérgicos, dermatite atópica e asma, além de apresentar atividade anti-inflamatórias e antimicrobiana, analgésica, hiperglicêmico, citotóxicos contra vírus e atividade antinociceptiva. No Brasil tem as espécies de *Rubus* têm sido usados como fitomedicamentos de acordo com a cultura etnofarmacológica. Um estudo da composição dos extratos faz-se importante para um melhor entendimento das atividades conhecidas. Assim foi obtido o perfil das três espécies de *Rubus* (*Rubus imperialis*, *Rubus rosaefolius* e *Rubus niveus*) e posteriormente usou-se técnicas de separação dos compostos para completar o perfil dessas três espécies uma vez que já possuem histórico de uso na medicina popular<sup>(1,2,3,4)</sup>

### Resultados e Discussão

Para a caracterização do extrato e isolamento dos compostos foi usada inicialmente a cromatografia em camada delgada, (CCD) utilizando sílica em placa de alumínio como fase estacionária e fase móvel uma mistura de clorofórmio-metanol-água (9:1:1, v/v/v) acetato de etila 100% para avaliar a separação das frações obtida por cromatografia em contracorrente (CCC) (Intro Prep<sup>TM</sup>), no total de 72 frações para as espécies avaliadas. As frações com dados semelhantes por CCD foram unificadas obtendo-se 10 frações para cada espécie de *Rubus* que foram analisadas por cromatografia líquida acoplada a espectrofotômetro de massas, UPLC/MS-Q-TOF por CLAE/DAD. As frações 5, 6 e 7 do *Rubus niveus*, frações 3 e 4 do *Rubus imperialis* e frações 2 e 3 do *Rubus rosefolius* foram obtidas separações satisfatórias. Os dados da separação por espectrometria de massas e CLAE/DAD indicaram a presença de compostos como niga-ichigosideo, e derivados dos ácidos tormêntico, elágico e ursólico.



Figura 1. Cromatoplaça para *R. imperialis*, fase móvel 100% de acetato de etila e revelador ácido sulfúrico 20% com etanol

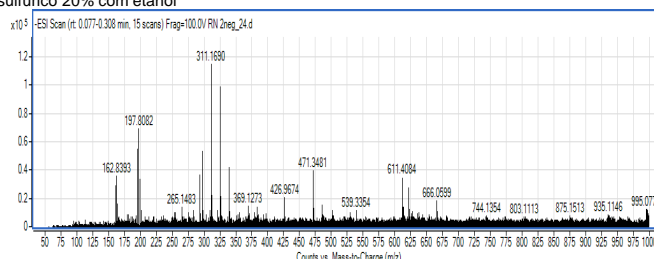


Figura 2. UPLC/MS-Q-TOF, análise do íon com  $m/z$  666,0599, *Rubus niveus*, fração 2.

### Conclusões

A técnica de separação por cromatografia em contracorrente apresentou-se como ferramenta eficaz na purificação de compostos presentes nos extratos das espécies de *Rubus* avaliadas. Os compostos identificados podem justificar a atividade farmacológica conhecidas das espécies de *Rubus* como antinociceptiva e antiviral.

### Agradecimentos

CNPq-PIBIT; FAEPEX-UNICAMP; Laboratório de Insumos e Medicamentos, FCF-UNICAMP.

<sup>1</sup> ALVES, A. B. C. R. et al. Genetic assessment of *Rubus imperialis* (Rosaceae) extract in vivo and its potential chemoprevention against cyclophosphamide-induced DNA damage. *Journal of Ethnopharmacology*, Brazil, v. 153, p. 694-700, mar. 2014.

<sup>2</sup> CRUZ, A. B. et al. Antimicrobial activity of *Rubus imperialis* (Rosaceae). *Acta Farma Bonaerense*, Brazil, v. 25, n. 2, p. 256-259, dez. 2005.

<sup>3</sup> KANEGUSUKU, M. et al. Cytotoxic, Hypoglycemic Activity And Phytochemical Analysis Of *Rubus Imperialis* (Rosaceae). *A Journal of Biosciences, Zeitschrift für Naturforschung C*, German, v. 57, p. 272-276, abr. 2002.

<sup>4</sup> TOLENTINO, F. et al. In vivo evaluation of the genetic toxicity of *Rubus niveus* Thunb. (Rosaceae) extract and initial screening of its potential chemoprevention against doxorubicin-induced DNA damage. *Journal of Ethnopharmacology*, Brazil, v. 164, p. 89-95, fev. 2015.