

MÉTODO DE ISOLAMENTO E IDENTIFICAÇÃO DE ESCOPOLAMINA EM *Datura suaveolens* (TROMBETEIRA-BRANCA).

Diógenes Aparício Garcia Cortez*
Lúcia Elaine Ranieri Cortez**

CORTEZ, D. A. G.; CORTEZ, L. E. R. Método de isolamento e identificação de escopolamina em *Datura suaveolens* (trombeteira-branca). *Arq. Ciênc. Saúde Unipar*, 2(1): 29-32, 1998.

RESUMO: Desenvolveu-se um método de isolamento e identificação de escopolamina das folhas de *Datura suaveolens* para ser utilizado em aulas práticas de farmacognosia e fitoterapia, utilizando-se a extração ácido-básica para obtenção dos alcalóides totais. Para o isolamento da escopolamina foram utilizadas técnicas de cromatografia de adsorção em coluna de sílica gel, e para a identificação foi empregada a cromatografia em camada delgada, com utilização de padrão secundário.

PALAVRAS-CHAVE: alcalóides; *Datura suaveolens*; Solanaceae.

METHOD FOR THE ISOLATION AND IDENTIFICATION OF SCOPOLAMINE FROM *Datura suaveolens* (TROMBETEIRA-BRANCA).

CORTEZ, D. A. G.; CORTEZ, L. E. R. Method for the isolation and identification of scopolamine from *datura suaveolens* (trombeteira-branca). *Arq. Ciênc. Saúde Unipar*, 2(1): 29-32, 1998.

ABSTRACT: A method for isolation and identification of scopolamine of leaves from *Datura suaveolens* was developed for use in classes of pharmacognosy and phytoterapy through acid-base extraction of total alkaloids. For the scopolamine isolation it has been used the technique of column chromatography on silica gel and thin layer chromatography was employed for identification with secondary standard.

KEY WORDS: alkaloids; *Datura suaveolens*; Solanaceae.

Introdução

A trombeteira-branca (*Datura suaveolens*), conhecida popularmente também como saia-branca, é uma planta originária da América do Sul. O decocto das folhas é utilizado na medicina popular no tratamento do reumatismo, nevralgias faciais, dores reumáticas, coqueluche e na forma de cigarros é indicado na dispnéia asmática (CORREA, 1978).

Espécies como a *Datura metel* L., *Scopola carniolica* Jacq e outras Solanaceae são empregadas na indústria farmacêutica para extração dos seus alcalóides, principalmente da escopolamina (Figura 1), que entra na fabricação do Buscopan® (MUHTADI *et al.*, 1990).

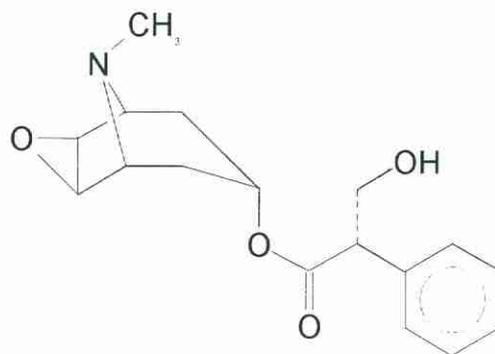


Figura 1- Fórmula estrutural da escopolamina (1).

Deste gênero a *Datura stramonium* é uma planta farmacopeica (SILVA, 1926), que é utilizado o pó de suas folhas como antiasmático e o seu conteúdo de alcalóides totais deve ser de 0,23 a 0,27%, calculado

* Professor Dr. do Departamento de Farmácia e Farmacologia - Universidade Estadual de Maringá.

** Professora da Unipar e Chefe do Departamento de Farmácia - Universidade Paranaense.

Endereço para correspondência: Lucia Elaine Ranieri Cortez – UNIPAR., Departamento de Farmácia. Pça. Mascarenhas de Moraes, s/n - Umuarama - PR, CEP: 87502-210

como hiosciamina pelo método de titulometria ácido-básico (REYNOLDS, 1993).

A espécie em estudo a *Datura suaveolens*, além de suas propriedades medicinais, é utilizada como planta ornamental, sendo considerada como uma planta tóxica. O teor de seus alcalóides totais das folhas desta espécie varia entre 0,33 a 0,56% durante o ano, e este é mais alto quando a planta está florida e o teor de escopolamina em relação ao de atropina é bem maior variando de 1:3 de janeiro a março e de 1:6,5 de julho a agosto, determinado através do método de cromatografia gasosa (AKISUE *et al.*, 1977).

O capítulo de alcalóides nos cursos de farmacognosia e fitoterapia é um terço do conteúdo programático destas disciplinas sendo necessárias várias aulas práticas para o aluno obter noções da análise e identificação de alcalóides nos fitoterápicos, empregando-se técnicas de identificação preliminares e doseamentos não específicos (COSTA, 1970).

O objetivo deste trabalho foi o desenvolvimento de uma técnica nova, acessível e de baixo custo para o isolamento e identificação de escopolamina para ser utilizada nas aulas práticas de farmacognosia e fitoterapia, empregando-se métodos de cromatografia de adsorção em camada delgada e coluna, utilizando-se as folhas da *Datura suaveolens*.

Material e Método

Coleta e identificação do material botânico

As folhas da *Datura suaveolens* foram coletadas no horto de plantas medicinais da Universidade Estadual de Maringá (folhas e caule) e o material botânico foi identificado pelo prof. Dr. Condorcet Aranha, e uma exsicata foi depositada no herbário do Instituto Agrônomo de Campinas.

Obtenção do padrão secundário de escopolamina.

Utilizou-se para a extração da escopolamina uma ampola 1 ml de Hioscina

do laboratório União Química com 20 mg de bromidrato de escopolamina. O conteúdo da ampola foi alcalinizado NH_4OH até pH 10 e extraído com hexano. A fase orgânica foi separada e evaporada em pressão reduzida até a secura, obtendo-se o alcalóide na sua forma livre.

Análise do padrão secundário e do composto 1

Os espectros de absorção na região do infravermelho foram registrados em pastilhas de KBr num espectrômetro FTIR BOMEM MB-100, utilizando-se como referência interna um filme de poliestireno com uma banda de absorção em 1028 cm^{-1} .

Cromatografia em camada delgada (CCD) para alcalóides

- Fase estacionária: placa de vidro (5X10 cm) impregnada com 0,25 mm de sílica gel GF (Merck).
- Fase móvel: $\text{CHCl}_3:\text{MeOH}:\text{NH}_4\text{OH}$ (50:9:1)
- Detecção: visualização em luz ultra violeta e revelação com reativo de Dragendorff modificado por Munier e Macheboeuf (STAHL, 1969).

Preparação do extrato metanólico e extração de alcalóides totais.

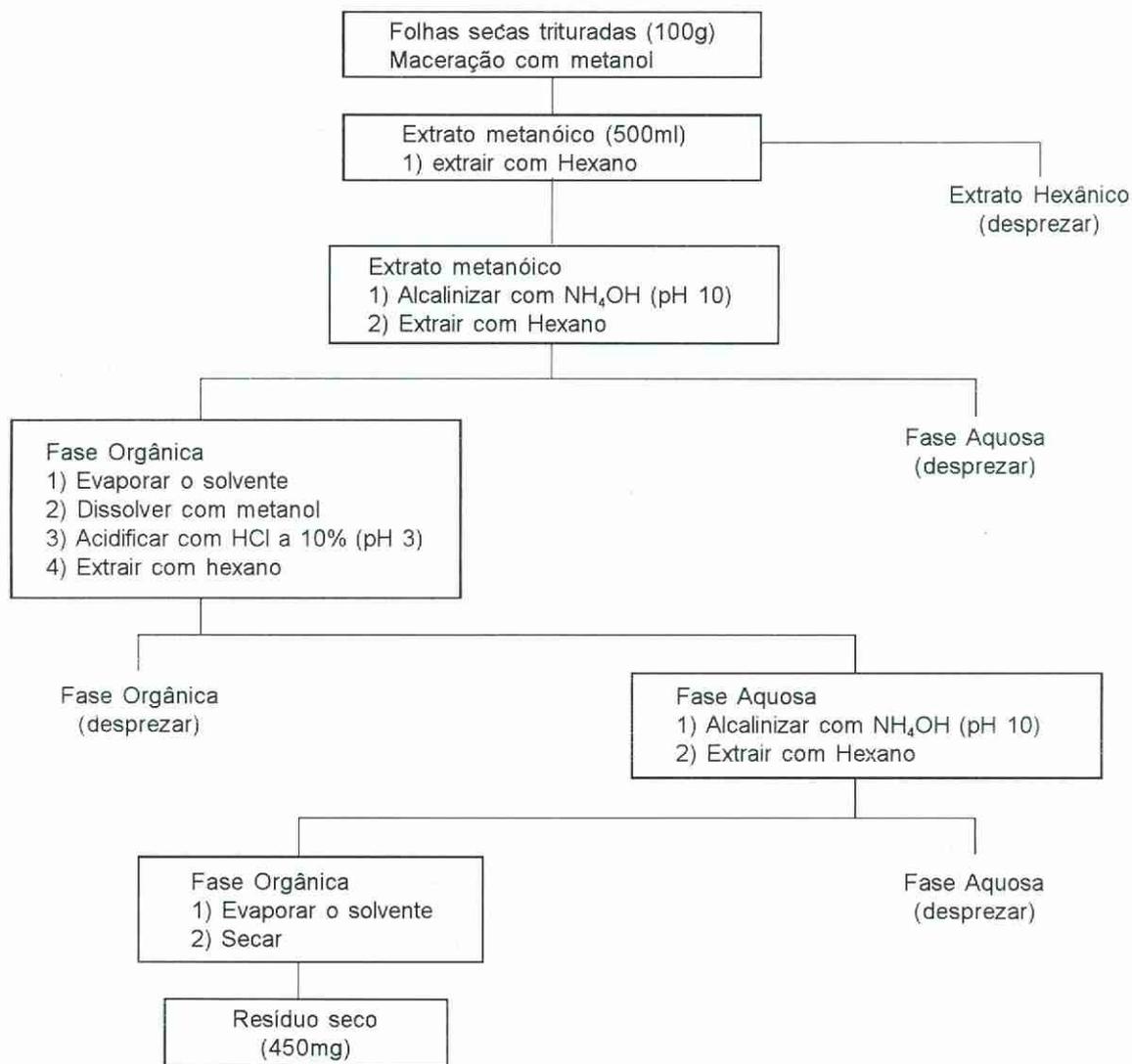
As folhas foram secas em estufa de ar circulante a 45°C , trituradas em moinho de facas e armazenadas em freezer. As folhas (100g) foram maceradas em metanol, até a extração total dos alcalóides, obtendo-se um extrato metanólico com volume final de 500 ml. A extração dos alcalóides foi pelo método ácido básico a partir do extrato metanólico obtido. Para o controle da extração dos alcalóides foi utilizado o reativo de Mayer (COSTA, 1970) até a reação apresentar negativa (ausência de precipitado branco).

Isolamento da escopolamina.

A fração alcalóidica (450 mg) foi fracionada em cromatografia de adsorção em coluna, utilizando-se uma coluna de vidro (diâmetro interno= 41 mm) empacotada com sílica gel (22,5 g) (70-230 mesh) (TABER, 1982), utilizando-se como fase móvel: $\text{CHCl}_3:\text{CHCl}_3:\text{Acetona}$ (95:5; 90:10; 80:20) e MeOH. Obteve-se 37

frações de 10 ml que foram analisadas comparativamente através de cromatografia em camada delgada para alcalóides. Foram reunidas as frações semelhantes

cromatograficamente de 26 a 29 obtendo-se o composto 1 (46 mg) (Figura 1).



Esquema 1 - Extração ácido-base de alcalóides das folhas da *Datura suaveolens*

Resultados

Extração ácido básica dos alcalóides totais

Da extração ácido básica obteve-se 450 mg de alcalóides totais que foram analisados através de CCD para alcalóides, utilizando-se como referência 25 µg do padrão secundário de escopolamina e como amostra os alcalóides totais (30 µg). Após a revelação com o reagente de Dragendorff, observou-se uma mancha avermelhada com o valor de Rf de 0,46 idêntico ao do padrão secundário de escopolamina.

Identificação da escopolamina

O composto 1 (46 mg) foi analisado em cromatografia de camada delgada para alcalóides

aplicando-se na origem da placa cromatográfica 25 µg do composto 1 e do padrão secundário de escopolamina. Após a revelação com o reativo de Dragendorff, observou-se duas manchas avermelhadas com o mesmo Rf de 0,46. O espectro de IV do composto 1 apresentou bandas em 1730 cm⁻¹ referente a carbonila de éster e bandas características do anel aromático em 1166, 1047 e 853, 736 cm⁻¹. Através dos dados de CCD e de IV, o composto 1 foi identificado como escopolamina.

Discussão

Na determinação dos alcalóides totais observou-se um teor de 0,45%, estando de acordo com os dados da literatura (AKISUE *et al.*, 1977).

O isolamento de escopolamina (46 mg) pela cromatografia de adsorção em sílica gel mostrou-se eficiente e de custo baixo quando comparado ao uso da cromatografia gasosa para o doseamento deste alcalóide em especialidades farmacêuticas (USP XXIII, 1995) e na *Datura suaveolens* (AKISUE *et al.*, 1977).

O método de CCD empregado para a identificação da escopolamina isolada da *Datura suaveolens*, utilizando-se padrões secundários na referência, mostrou-se eficiente, como confirmado pela análise no IV do composto (1), foi identificado como escopolamina quando comparado aos dados da literatura (MOFFAT *et al.*, 1986).

O uso de padrões secundários foi uma alternativa econômica para ser utilizada nas aulas práticas de laboratório, podendo ser preparado e estocado até o vencimento do seu prazo de validade, sendo necessário o controle de qualidade quando obtido.

Outra alternativa é a obtenção do padrão secundário diretamente das indústrias farmacêuticas que fornecem gratuitamente a matéria-prima acompanhada de laudos analíticos comprovando a qualidade.

Conclusão

Os métodos para o isolamento e identificação de escopolamina das folhas de *Datura suaveolens*, empregando-se inicialmente a extração ácido-básica e cromatografia de adsorção de coluna e camada delgada, mostraram uma alternativa econômica aos métodos de cromatografia gasosa, para a realização de uma prática de laboratório visando a identificação de alcalóides.

A facilidade da obtenção do material botânico e do padrão secundário de uma especialidade farmacêutica contribuíram para a eficácia do método.

Empregando-se esta metodologia, os alunos podem aprender a utilizar diversos métodos de cromatografia como a de partição líquido-líquido empregada na obtenção dos alcalóides totais, a de adsorção em coluna para o isolamento e purificação de escopolamina, além da cromatografia em camada fina utilizada para a análise das frações obtidas e do composto (1).

Agradecimento

Agradecemos ao Prof. Dr. Condorcet Aranha, Chefe da seção da Botânica Econômica do Instituto Agrônomo de Campinas, pela identificação da espécie vegetal em estudo.

Referências Bibliográficas

- AKISUE, M. K., AKISUE, G., OLIVEIRA, F., WASICKY, R., SAITO, M. L. Contribuição ao estudo farmacognóstico de *Datura suaveolens* Humboldt et Bonpland ex Willdenow. **An. Farm. Quim. S. Paulo.** 17(2): 75-99, 1977.
- CORRÊA, M. P. **Dicionário das plantas úteis do Brasil.** Rio de Janeiro, Ministério da Agricultura. IBDF, 1978. v. VI, p. 288
- COSTA, A. F. **Farmacognosia.** Lisboa, Fundação Calouste Gulbenkian, 1970. v. III, p. 823
- MOFFAT, A. C., JACKSON, J. V., MOSS, M. S., WIDDOP, B. **Clarke's isolation and identification of drugs.** London, The Pharmaceutical Press, 1986. p. 674-5
- MUHTADI, F. J.; HASSAN, M. M. A. In: **Analytical Profiles of Drugs Substances** v. 19, FLOREY, K. Academic Press, New York, 1990. p. 477-551
- REYNOLDS, E. F. **Martindale The Extra Pharmacopoeia.** London, The Pharmaceutical Press, 1993. p. 432.
- SILVA, R. A. D. **Farmacopéia dos Estados Unidos do Brasil.** São Paulo, Companhia Editora Nacional, 1926. p. 337.
- STAHL, E. **Thin-layer chromatography.** New York, Springer-Verlag, 1969. p. 873-4.
- TABER, D. F. TLC Mesh column chromatography. **J. Org. Chem.** 47: 1351-2, 1982.
- UNITED States pharmacopoeia 23.ed. Rockville: United States Pharmacopoeial Conventional, 1995. p. 1401.