



Estudo Fitoquímico e Ensaio Biológico de *Martiodendron excelsum* (Benth.)

Isac J. Soares¹, Jonkácio A. de Melo¹, Leandro da S. Nascimento², Francisco das C. do Nascimento¹

¹Programa de Pós-Graduação em Química, Universidade Federal de Roraima – UFRR, Campus Paricarana, Boa Vista, RR, Brasil;

²Instituto Militar de Engenharia – IME, Programa de Pós-Graduação em Química, Praça General Tibúrcio, Praia Vermelha, Rio de Janeiro, RJ, Brasil;

fnascimento31@hotmail.com, fitoquimico1@gmail.com, lrhesus@hotmail.com

Abstract. *The present work describes the phytochemistry study of Martiodendron excelsum (Benth.) belong to the family of Leguminosae, sub-family Caesalpinoideae, tribe Cassieae and Martiodendron genus. The plant material was collected at the Campus Cauamé of the Agrarian Sciences of the Federal University of Roraima. That species has restricted distribution and it populates the area of Roraima and Guyana, being endemic of this area. It receives popular name of Tatabuballi for the natives, name this given to the wood. Classic chromatography in column of silica gel and recrystallize in ethanolic extract were the employed techniques for maid for the isolation and the representatives chemists component of the extract ethanolic purification and hexane of the wood of Martiodendron excelsum (Benth.). The mixtures of methyl esters were analyzed and define for chromatography Gaseous. The structural determinations accomplished through spectrometry methods as IV, unidimensional NMR as ¹H NMR, ¹³C NMR, bidimensional NMR as ¹H-¹H-COSY, HSQC. Did the investigation phytochemistry of those extracts supplied the following substances: β-sitosterol acetate, β-amirina and the mixture of β-sitosterol and estigmasterol besides a mixture of methyl ester.*

Resumo. *O presente trabalho descreve o estudo fitoquímico de Martiodendron excelsum (Benth.) O material botânico foi coletado no Campus Cauamé das Ciências Agrárias da Universidade Federal de Roraima. Essa espécie tem distribuição restrita e povoa a região de Roraima e Guiana, sendo endêmica desta região. As técnicas de cromatografia clássica em coluna de sílica gel e recristalização, em diferentes solventes, foram empregadas para o isolamento e purificação dos constituintes químicos do extrato etanólico do caule de Martiodendron excelsum (Benth.). As misturas de ésteres metílicos foram analisadas e determinadas por Cromatografia Gasosa. As determinações estruturais foram realizadas através de métodos espectrométricos como IV, RMN de ¹H, RMN de ¹³C, ¹H-¹H-COSY, HSQC. A investigação fitoquímica desses extratos forneceu as seguintes substâncias β-sitosterol acetilado, β-amirina e uma mistura de β-sitosterol e estigmasterol além de uma mistura de ésteres metílicos.*



1. Introdução

Leguminosae é uma das famílias mais numerosas das angiospermas, compreendendo 727 gêneros e cerca de 19325 espécies; está dividida em três subfamílias: Caesalpinioideae, Mimosoideae e Papilionoideae. Caesalpinioideae está constituída por 180 gêneros divididos em quatro tribos: Cercideae (12 gêneros), Detarieae (82 gêneros), Cassieae (20 gêneros) e Caesalpinieae (56 gêneros) [Lewis et al. 2005]. A tribo Cassieae compreende 20 gêneros e cerca de 2.268 espécies. Apresenta uma vasta distribuição geográfica, principalmente nas regiões tropicais e subtropicais. A maioria dos gêneros encontra-se nos trópicos, na África, América e Sudeste da Ásia, com grande ocorrência no Brasil, para onde foram citadas cerca de 790 espécies. São plantas de hábitos muito diversos, desde grandes árvores até ervas e trepadeiras, ocorrendo em diferentes latitudes e altitudes [Souza e Lorenzi, 2012; Judd et al, 2009; Silveira e Miotto, 2013].

Seus representantes podem apresentar folhas simples, compostas, pinadas, bipinadas, trifolioladas, digitadas e unifolioladas com disposição alterna e com pulvino na base dos pecíolos e dos peciólulos; flores actinomorfas ou zigomorfas, com cálice gamossépalo de maior frequência, podendo apresentar-se dialissépalo e corola dialipétala [Almeida e Martins da Silva, 1997; Judd et al. 2009]. O potencial econômico da família leguminosae é incontestável fornecendo madeiras, óleos e resinas de boa qualidade, seus frutos e sementes são consumidos como alimento e produzem matéria prima para perfumes, tinturas e fármacos, sendo muitas espécies utilizadas como ornamental [Cipriano et al. 2014; Fernandes et al. 2014].

As espécies da família Leguminosae povoam o Brasil desde a Amazônia até o Rio Grande do Sul. Nessa Família temos várias espécies que apresentam vários princípios ativos e uma relativa escassez de estudos fitoquímicos. Este gênero é formado de 2 séries e 6 espécies e pertence à família leguminosae, sub-família Caesalpinioideae e tribo Cassieae [Silveira e Miotto, 2013].

Este trabalho fitoquímico visa determinar os componentes químicos presentes na espécie *M. excelsum*, popularmente conhecida como Tatabuballi pelos indígenas, contribuindo assim para o conhecimento fitoquímico da planta que apresenta poucos estudos até o momento.

2. Materiais e Métodos

2.1 Material vegetal e obtenção do Extrato Etanólico do caule de *M. excelsum*

A casca do caule de *M. excelsum* foram coletadas no Centro de Ciências Agrárias da UFRR, campus Cauamé, Boa Vista, Roraima. A espécie foi identificada Dr^a. Andréia Silva Flores, pesquisadora do Museu Integrado de Roraima (MIRR), cuja exsicata (1618) se encontra depositada no Herbário do MIRR, Boa Vista, Roraima, Brasil.

A casca de *M. excelsum* (5,340 kg) após secagem à temperatura ambiente, foi triturada em moinho de faca e extraída exaustivamente em frasco de Mariotte com 8,0 L de etanol. Posteriormente, o extrato obtido foi filtrado a pressão reduzida em rotaevaporador, obtendo 130g de extrato concentrado [Nascimento et al. 2016].

2.2 Procedimentos experimentais gerais

Os espectros na região do infravermelho (IV) foram obtidos em um espectrômetro FT-IR Shimadzu, modelo Prestige 21, na região de 4000 a 400 cm^{-1} em pastilhas de KBr. As técnicas unidimensionais e bidimensionais de Ressonância Magnética Nuclear (RMN de ^1H , ^{13}C , HMQC e HMBC) foram realizadas em espectrômetro Bruker operado a 500 MHz para ^1H e 125 MHz para ^{13}C no Departamento de Química da Universidade Federal Minas Gerais. Os deslocamentos químicos foram registrados em unidade δ (ppm) e as constantes de acoplamento (J) em Hz. tetrametilsilano (TMS) foi empregado como padrão de referência interna, tendo CDCl_3 como solvente.

Para o fracionamento do extrato etanólico foi utilizado a cromatografia em coluna e camada fina com sílica gel 60 (0,063 – 0,200 mm) (70 – 230 mesh) da Vetec. Os solventes utilizados na cromatografia líquida em coluna foram, em ordem crescente de polaridade, o hexano, clorofórmio, acetato de etila e metanol, apresentando grau de pureza analítico. As placas cromatográficas foram reveladas com solução de vanilina ativada a 120 $^\circ\text{C}$ e luz ultravioleta em comprimento de 254 nm e 365 nm.

3. Resultados e Discussões

3.1 Constituintes Químicos de *M. excelsum*

O extrato etanólico da casca de *Martiodendron excelsum* (Benth) através de técnicas cromatográficas levou ao isolamento de uma β -amirina (1), de um β -sitosterol acetilado (2) e uma mistura de β -sitosterol (3) e estigmasterol (4) [Almeida et al. 2005; Jácome et al. 2004;]. Foram identificados pela comparação dos dados espectrais obtidos com os dos respectivos compostos descritos na literatura. O sinal residual do solvente ou o TMS foram utilizados como referência interna.

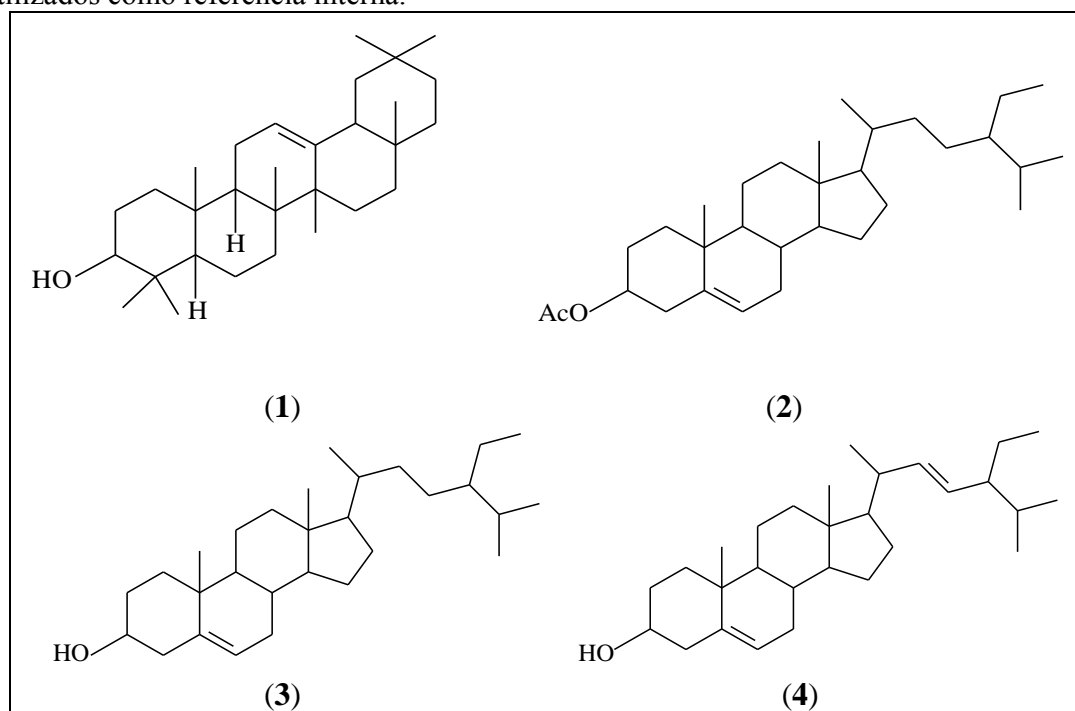


Figura 1. Estruturas químicas das substâncias isoladas *M. excelsum*.



A substância **1** (6,5 mg) foi obtida da fração eluída com hexano/clorofórmio 10% como um sólido branco cristalino com faixa de fusão 175,0 – 179,3 °C. O β -sitosterol acetilado **2** (12 mg), foi obtido da fração eluída com hexano/clorofórmio 20% como um sólido branco em pó com faixa de fusão 172,2 – 173,9 °C. A mistura de β -sitosterol **3** e o estigmasterol **4** foi obtida da fração clorofórmio/acetato de etila 60% da casca de *M. excelsum* como um sólido branco em forma de cristais finos que apresentou ponto de fusão na faixa 273,0 – 276,8 °C.

A identificação das substâncias isoladas foi feita através da análise dos espectros de IV, RMN de ^1H e RMN de ^{13}C envolvendo comparação com dados da literatura.

O espectro na região do infravermelho (IV) da substância **1** (KBr, cm^{-1}), apresentou bandas de absorções fortes no intervalo de 2960 a 2850 cm^{-1} , característicos de estiramentos C-H de alifáticos, bandas de absorções largas na região de 3450 a 3200 cm^{-1} característica de estiramentos de O-H em ligação de hidrogênio. O espectro também mostra absorção em torno de 1656 cm^{-1} , típica de estiramento C=C. As absorções em 1465, 1382, 1368 cm^{-1} podem ser atribuídas a estiramentos C-C e a deformações C-H de cadeias alifáticas. Apresenta absorções em 1063 a 1022 cm^{-1} características de estiramentos C-O de álcoois [Zanon et al. 2008, Chaturvedula e Prakash, 2012, Silverstein et al. 2015].

O espectro de RMN ^1H da substância **1** mostra informações importantes para a elucidação estrutural desta substância, sendo que hidrogênios olefínicos apresentam um deslocamento de aproximadamente 4,5–7,5 ppm. Nesta região do espectro verifica-se o sinal de duplo dubleto registrado em δ_{H} 5,185 (J=3,6 e 3,2 Hz) que podem ser atribuídos a hidrogênio de grupos alquenílicos de estruturas triterpênicas. Nas estruturas triterpênicas tipo oleanano tem-se insaturação na posição $\Delta^{12, 13}$ e sendo o carbono C^{13} destas estruturas um carbono quaternário, presume-se que o sinal duplo dubleto seja referente ao hidrogênio do carbono C-12. Este hidrogênio acopla com dois hidrogênios em C-11, resultando no sinal duplo dubleto para a estrutura de uma presumível β -amirina. O sinal registrado em δ_{H} 3,243 pode ser atribuído a hidrogênio em posição β em C-3, sendo que quando este hidrogênio se encontra em posição α seu sinal é em 3,4 ppm [Chaturvedula e Prakash, 2012; Assis Junior et al. 2013; Pierre e Moses, 2015]. Presume-se então que a posição da hidroxila seja a posição β , os sinais entre δ_{H} 1,965 a 0,727 podem ser atribuídos a hidrogênio de grupos alifáticos de esqueleto oleanano.

Notou-se ainda, sinal em δ_{C} 145,217 ppm corresponde a carbono não hydrogenado insaturado na posição C-13 de oleanano e outro sinal em δ_{C} 121,754 ppm que corresponde a carbono insaturado monohydrogenado em posição C-12 característicos de esqueleto oleanano em substâncias tipo β -amirina. O sinal em δ_{C} 79,056 ppm pode ser atribuído a carbono C-3 hidroxilado em conformação β (equatorial), sendo que este sinal seria em torno de δ_{C} 75 ppm para hidroxilas em conformação α (axial). Este deslocamento de C-3 é característico de sistema oleanano. No espectro tem-se o deslocamento de δ_{C} 79,056 ppm conduzindo novamente informação para uma hidroxila em posição β , característico de substância tipo β -amirina [Bandeira et al. 2007; Assis Junior et al. 2013].

O sinal de C-5 em δ_{C} 55,208 ppm dá o entendimento que a hidroxila está no mesmo plano deste carbono, fazendo com que seu deslocamento sofra desblindagem pelo oxigênio da hidroxila e conseqüentemente deslocando-se para campo mais baixo.



Seu sinal seria de δ_C 49,5 ppm se não houvesse este efeito. O mesmo ocorre com C-1, que teria seu deslocamento de δ_C 38,617 ppm para δ_C 34,000 ppm, característicos de sistema oleanano tipo β -amirina [Chaves et al. 2010; Assis Junior et al. 2013].

Os demais sinais entre δ_C 55,208 ppm e δ_C 15,509 ppm podem ser atribuídos aos átomos de carbono da cadeia alifática da β -amirina. O fato de se ter um deslocamento de δ_C 47,266 ppm em C-18 leva a uma proposta de ser a substância uma β -amirina, pois se esta fosse a α -amirina, o deslocamento deveria ser de δ_C 59,100 ppm devido a um deslocamento β a mais de (+9,4 ppm) e um deslocamento γ de (-2,5 ppm) causado pelo posicionamento da metila 29 na posição C-19, caracterizando um sistema oleanano tipo α -amirina [Almeida, 2005; Galotta e Boaventura, 2005; Assis Junior et al. 2013].

O espectro na região do IV da substância **2** (KBr, cm^{-1}), apresentou uma absorção em 1741 cm^{-1} característico de grupamento éster. Apresenta também bandas de absorções fortes no intervalo de 2915 a 2849 cm^{-1} , característicos de estiramentos C-H de alifáticos. As absorções em 1463 , 1383 e 1367 cm^{-1} podem ser atribuídas a estiramentos C-C e a deformações C-H de cadeias alifáticas. Absorções em 1196 e 1176 cm^{-1} caracterizam estiramentos O-C(O)-C de ésteres, estiramentos C-O acoplados com estiramentos C-C adjacentes em 1012 cm^{-1} [Silverstein et al. 2015].

Espectro de RMN de ^1H observado para o composto, que apresenta um perfil de uma estrutura esteroidal pelo fato de ter no espectro de RMN de ^1H , entre outros deslocamentos, a presença do multipeto centrado em δ_H 4,110 ppm que sinaliza a presença do hidrogênio carbinólico típico do sistema ciclopentano peridrofenantreno característico dos fitoesteróis e o deslocamento do sinal a campos mais baixos, de δ_H 3,4 a 4,11 ppm leva a crer que houve esterificação nesta hidroxila, também o deslocamento químico registrado em δ_H 5,373 ppm pode ser atribuído a hidrogênio H-6 da dupla ligação de estruturas tipo esteróis. O deslocamento químico δ_H 2,294 ppm pode também ser atribuído a hidrogênio de sistema acetato, os deslocamentos químicos entre δ_H 2,294 ppm pode também ser atribuído a hidrogênio de sistema acetato. Os deslocamentos químicos entre δ_H 2,051 e 0,684 podem ser atribuídos a hidrogênios de grupos alifáticos da estrutura esteroidal tipo β -sitosterol. Neste espectro também nota-se na integração de hidrogênios em relação à quantidade de carbonos apresentados no espectro de ^{13}C e há grande excesso quantitativo de hidrogênios, indicando que se trata de uma mistura e não uma substância totalmente pura [Chaturvedula e Prakash, 2012; Assis Junior et al. 2013; Silverstein et al. 2015].

Os espectros de RMN de ^{13}C e DEPT 135 do composto **2** apresentou 39 deslocamentos químicos. O deslocamento químico δ_C 141,0 ppm (correspondente a carbono não hidrogenado) e δ_C 123,850 ppm (correspondente a carbono metínico) característicos de estruturas esteroidais, sugerem que ME-05 é provavelmente um esteróide, sendo que não há deslocamento químico que caracterize um esteróide tipo estigmasterol.

Porém, o deslocamento químico em δ_C 172,440 ppm (correspondente a carbono não hidrogenado de sistema acetato) sendo característicos de substâncias acetiladas, levando a sugestão que se trata de um β -sitosterol acetilado. O deslocamento químico em δ_C 74,950 ppm é característico de carbono carbinólico tipo C-3 de β -sitosterol quando este carbono se encontra em campo mais baixo pelo fato de estar esterificado, neste caso ele está desprotegido na faixa de 3,0 ppm. Os demais deslocamentos químicos entre δ_C 74,950 ppm e 13,130 ppm podem ser atribuídos aos átomos de



carbono da cadeia alifática desse tipo de esteróide acetilado; [Assis Junior et al. 2013; Lomenick et al. 2015].

O mapa de contorno $^1\text{H} - ^1\text{H}$ COSY, mostrou correlações entre os deslocamentos químicos dos hidrogênios δ_{H} 1,261 (H-4) e δ_{H} 4,112 (H-3), e também correlações entre os deslocamentos químicos dos hidrogênios δ_{H} 2,294 (H-2) e δ_{H} 1,590 (H-1). Os deslocamentos correlacionados mostram que há proximidade destes hidrogênios. Isto leva a crer que os hidrogênios podem ser pertencentes aos carbonos C-4 e C-3 na primeira correlação e C-2 e C-1 na segunda correlação pelo fato do acoplamento em três ligações. E com o mapa de contorno HSQC, foi possível através da sessão expandida da região δ_{H} 2,6 – 0,5 ppm, identificar as correlações entre os hidrogênios e seus respectivos carbonos [Silverstein et al. 2015].

A mistura dos compostos **3** e **4**, foi obtida como um sólido incolor cristalizado. Forneceu teste positivo para triterpeno, quando tratado com reagente de Lieberman Burchard. Em CCD apresentou uma única mancha quando eluída com diferentes sistemas de solventes.

O espectro obtido na região do infravermelho apresentou bandas de absorções largas na região de 3450 a 3200 cm^{-1} é característica de estiramentos de O-H em ligação de hidrogênio. Apresenta estiramentos em região de 2900 a 2850 cm^{-1} , típicas de C-H de alifáticos. O espectro também mostra absorção em 1640 cm^{-1} , típica de estiramento C=C. As absorções em 1465, 1382, 1368 cm^{-1} podem ser atribuídas a estiramentos C-C e a deformações C-H de cadeias alifáticas. As absorções entre 1254 e 1133 cm^{-1} podem ser atribuídas a estiramentos C-O assimétrico e simétrico característicos de esteróis [Silverstein et al. 2015].

Analisando o espectro de RMN de ^1H das substâncias **3** e **4** permitiu identificar sinais característicos de uma mistura β -sitosterol e estigmasterol. Pode-se ver o deslocamento químico centrado em δ_{H} 5,351 ppm que apresenta-se como dubleto são deslocamentos químicos que podem representar deslocamento de H-6 de sistema esterol quando há interação de dois picos, um em δ_{H} 5,357 ppm e o outro em δ_{H} 5,345 ppm referentes a H-6 de estigmasterol e β -sitosterol, já os deslocamentos em δ_{H} 5,156 ppm e 5,019 ppm em forma de duplos dubletos apresenta-se como deslocamento típico de δ_{H} de H-22 e H-23 da substância estigmasterol. Estes deslocamentos químicos, por serem típicos de estigmasterol, levam a crer que a amostra seja uma mistura de β -sitosterol estigmasterol [Boligon et al. 2011; Chaturvedula e Prakash, 2012].

O deslocamento químico tipo multipletto registrado em δ_{H} 3,522 ppm pode ser atribuído a deslocamento de H-3 do sistema estigmasterol e β -sitosterol. Os sinais entre δ_{H} 2,286 e 0,682 ppm podem ser atribuídos a átomos de hidrogênio de grupos alifáticos típicos de misturas β -sitosterol - estigmasterol apresenta deslocamentos das metilas comparadas com a literatura [Silva et al. 2010; Boligon et al. 2011; Chaturvedula e Prakash, 2012].

A integração dos picos de H-6 e H-22 com H-23 fornece a porcentagem de 65,23% de β -sitosterol e 34,77% de estigmasterol para a mistura, cálculo está de acordo com Goulart et al. [1993].

Para o RMN de ^{13}C , constatou-se deslocamento químico em δ_{C} 140,232 ppm provavelmente corresponde a carbono não hidrogenado, supondo-se ser C5 de sistemas β -sitosterol, estigmasterol e da mesma forma o δ_{C} 121,176 ppm aparentemente



corresponde a carbono metínico C-6 do mesmo sistema. Porém, os deslocamentos químicos em δ_C 137,769 ppm e 128,758 ppm, ambos com alta probabilidade de serem atribuídos a carbonos metínicos C-22 e C-23 são característicos apenas da substância estigmasterol. O deslocamento químico em δ_C 71,280 deve corresponder a carbono C-3, carbono carbinólico das substâncias estigmasterol e β -sitosterol. Os demais deslocamentos químicos podem ser atribuídos aos átomos de carbono da estrutura alifática desses esteróides, comparados com a literatura Nes et al. [1992] (50 MHz, $CDCl_3$); Goulart et al. [1993] (50 MHz, $CDCl_3$).

3.2 Dados Físico-Químicos das substâncias isoladas

β -amirina

IV (KBr, cm^{-1}): 3433, 2960, 2935, 2865, 2850, 1708, 1656, 1640, 1485, 1382, 1240, 1063, 1054, 1022, 958, 801, 627.

RMN de 1H (400 MHz, $CDCl_3$) δ : 3,24 (H-3); 5,19 (H-12); 1,24 (H-23); 1,00 (H-24); 0,87 (H-25); 1,14 (H-26); 0,97 (H-27); 0,94 (H-28); 0,83 (H-29); 0,79 (H-30).

RMN de ^{13}C (100 MHz, $CDCl_3$) δ : 38,62 (C-1); 27,27 (C-2); 79,06 (C-3); 38,80 (C-4); 55,21 (C-5); 18,40 (C-6); 32,69 (C-7); 39,83 (C-8); 47,67 (C-9); 37,17 (C-10); 23,55 (C-11); 121,75 (C-12); 145,22 (C-13); 41,75 (C-14); 26,18 (C-15); 26,97 (C-16); 32,51 (C-17); 47,27 (C-18); 46,86 (C-19); 31,10 (C-20); 34,76 (C-21); 37,17 (C-22); 28,11 (C-23); 15,51 (C-24); 15,59 (C-25); 16,83 (C-26); 26,00 (C-27); 28,41 (C-28); 33,35 (C-29); 23,71 (C-30).

β -sitosterol acetilado

IV (KBr, cm^{-1}): 2915, 2849, 2651, 1741, 1702, 1665, 1638, 1463, 1383, 1377, 1367, 1284, 1266, 1221, 1198, 1178, 1012, 997, 726, 718, 628, 593.

RMN de 1H (200 MHz, $CDCl_3$) δ : 4,11 (H-3); 5,37 (H-6); 1,89 (H-7); 1,26 (H-19); 0,89 (H-21); 0,89 (H-26); 0,94 (H-27); 0,85 (H-29); 2,29 (H-acet).

RMN de ^{13}C (50 MHz, $CDCl_3$) δ : 36,54 (C-1); 28,20 (C-2); 74,05 (C-3); 37,39 (C-4); 141,00 (C-5); 122,96 (C-6); 32,31 (C-7); 29,65 (C-8); 50,41 (C-9); 37,88 (C-10); 21,44 (C-11); 38,55 (C-12); 43,59 (C-13); 57,07 (C-14); 24,68 (C-15); 28,63 (C-16); 56,41 (C-17); 12,37 (C-18); 19,71 (C-19); 32,24 (C-20); 19,41 (C-21); 34,32 (C-22); 26,45 (C-23); 46,22 (C-24); 21,44 (C-25); 20,20 (C-26); 19,16 (C-27); 23,08 (C-28); 12,24 (C-29); 172,44 (C-acetil); 21,41 (OCH₃).

β -sitosterol

IV (KBr, cm^{-1}): 3429, 2960, 2935, 2890, 2856, 2850, 1708, 1640, 1619, 1465, 1382, 1368, 1062, 1054, 1022, 959, 801, 591.

RMN de 1H (200 MHz, $CDCl_3$) δ : 3,52 (H-3); 5,36 (H-6); 0,68 (H-18); 1,01 (H-19); 0,93 (H-21); 0,86 (H-26); 0,84 (H-27); 0,85 (H-29).

RMN de ^{13}C (50 MHz, $CDCl_3$) δ : 36,73 (C-1); 31,34 (C-2); 71,28 (C-3); 41,69 (C-4); 140,23 (C-5); 121,18 (C-6); 31,38 (C-7); 50,71 (C-9); 35,98 (C-10); 20,67 (C-11); 39,25



(C-12); 41,69 (C-13); 56,25 (C-14); 23,83 (C-15); 28,37 (C-16); 56,25 (C-17); 11,32 (C-18); 19,28 (C-19); 35,61 (C-20); 18,86 (C-21); 33,43 (C-22); 25,57 (C-23); 45,32 (C-24); 28,64 (C-25); 20,55 (C-26); 18,44 (C-27); 23,77 (C-28); 11,51 (C-29).

Estigmasterol

IV (KBr, cm^{-1}): 3429, 2960, 2935, 2890, 2856, 2850, 1708, 1640, 1619, 1465, 1382, 1368, 1062, 1054, 1022, 959, 801, 591.

RMN de ^1H (200 MHz, CDCl_3) δ : 3,52 (H-3); 5,35 (H-6); 0,70 (H-18); 1,01 (H-19); 1,04 (H-21); 0,86 (H-26); 0,81 (H-29).

RMN de ^{13}C (50 MHz, CDCl_3) δ : 36,73 (C-1); 31,34 (C-2); 71,28 (C-3); 42,79 (C-4); 142,23 (C-5); 121,18 (C-6); 31,38 (C-7); 31,15 (C-8); 50,71 (C-9); 36,73 (C-10); 20,55 (C-11); 39,94 (C-12); 41,79 (C-13); 56,34 (C-14); 24,86 (C-15); 28,64 (C-16); 56,34 (C-17); 11,70 (C-18); 20,55 (C-19); 41,69 (C-20); 20,67 (C-21); 137,77 (C-22); 128,76 (C-23); 50,71 (C-24); 31,38 (C-25); 22,55 (C-26); 19,28 (C-27); 25,57 (C-28); 11,45 (C-29).

4. Conclusões

O estudo Fitoquímico realizado no caule de *Martiodendron excelsum* (Benth), forneceu como resultado quatro substâncias que são a β -amirina, β -sitosterol acetilado e uma mistura de β -sitosterol e estigmasterol. Suas estruturas foram elucidadas através da associação de técnicas espectroscópicas em IV, RMN de ^1H , RMN de ^{13}C , DEPT 135, COSY, HSQC. Essas substâncias foram isoladas pela primeira vez de *M. excelsum*.

Agradecimentos

Agradecemos ao PROCAD/CAPES pelo apoio financeiro no desenvolvimento dessa pesquisa, e ao Instituto de Química da Universidade Federal de Minas Gerais pela obtenção dos espectros.

Referências

- Almeida, S. C. X.; Lemos, T. L. G.; Silveira, E. R. S.; Pessoa, O. D. L. (2005) "Constituintes Químicos voláteis e não voláteis de *Cochlospermum vitifolium* (Willdenow) Sprengel". *Quimica Nova*, v. 28, n. 1, p. 57-60.
- Assis Junior, L. R.; Garcez, F. R.; Garcez, W.S. (2013) "Pregnanos e outros constituintes das raízes de *Macrosiphonia petraea* (A. St.-Hil.) Kuntze (Apocynaceae)". *Quim. Nova*, v. 36, n 4, S1-S19.
- Bandeira, P. N.; Lemos, T. L. G.; Costa, S. M. O.; Santos, H. S. (2007) "Obtenção de derivados da mistura triterpenoídica α - e β -amirina". *Brazilian Journal of Pharmacognosy* v. 17, n 2, p. 204-208.



- Boligon, A. A.; De Brum, T. F.; Frohlich, J. K.; Zadra, M.; Froeder, A. L. F.; Gindri, A. L.; Athayde, M. L. (2011) “Quantificação de β -sitosterol e estigmasterol nas cascas do tronco e folhas de *Scutia buxifolia* Reissek”. SEPE, XV Simpósio de ensino pesquisa e extensão, p. 1-6.
- Chaturvedula, V. S. P.; Prakash, I. (2012) “Isolation of Stigmasterol and β -Sitosterol from the dichloromethane extract of *Rubus suavissimus*”. International Current Pharmaceutical Journal, v. 9, n 1, p. 239-242.
- ChaveS, M. H.; Citó, A. M. G. L.; Lopes, J. A. D.; Costa, D. A.; Oliveira, C. A. A.; Costa, A. F.; Brito Junior, E. M. B. (2010) “Fenóis totais, atividade antioxidante e constituintes químicos de extratos de *Anacardium occidentale* L., Anacardiaceae”. Brazilian Journal of Pharmacognosy v. 20, n. 1, p. 106-112.
- Cipriano, J.; Martins, L.; Deus, M. S. M.; Peron, A. P. (2014) “O Gênero *Hymenaea* e suas espécies mais importantes do ponto de vista econômico e medicinal para o Brasil”. Caderno de Pesquisa, série Biologia, v. 26, n. 2.
- Fernandes, J. M.; Garcia, F. C. P.; Amorozo, M. C. M.; Siqueira, L. C.; Marotta, C. P. B.; Cardoso, I. M. (2014) “Ethnobotany of Leguminosae among agroecological farmers in the Atlantic Forest, Araponga, Minas Gerais, Brazil”. Rodriguésia v. 65, n. 2, p. 539-554.
- Galotta, A. L. Q. A.; Boaventura, M. A. D. (2005) “Constituintes químicos da raiz e do talo da folha do açaí (*Euterpe precatória* Mart., Arecaceae)”. Química Nova, v. 28, n. 4, p. 610-613.
- Goulart, M. O. F.; Sant’ana, A. E. G.; Lima, R A.; Cavalcante, S. H.; Carvalho, M. G.; BRAZ FILHO, R. (1993) “Fitoconstituintes químicos isolados de *Jatropha elliptica*. Atribuição dos deslocamentos químicos dos átomos de carbono e hidrogênio dos diterpenos Jatrolonas A e B”. Química Nova, v. 16, n. 2, p. 95-100.
- Jácome, R. L. R. P.; Oliveira, A. B.; Raslan, D. S.; Wagner, H. (2004) “Estudo químico e perfil cromatográfico das cascas de *Aspidosperma parvifolium* A. DC. (“Pau-Pereira”)”. Química Nova, v. 27, n. 6, p. 897-900.
- Judd, W. S.; Campbell, C. S.; Kellogg, E. A.; Stevens, P. F.; Donoghue, M. J. (2009) “Sistemática Vegetal”. Um Enfoque Filogenético. Porto Alegre: Artmed. 632p.
- Lomenick, B; SHI, H.; Huang, J.; Chen, C. (2015) “Identification and characterization of β -sitosterol target proteins”. Bioorganic & Medicinal Chemistry Letters v. 25, p. 4976–4979
- Nascimento, L. S. N; Rabelo, S. A. C.; Silva, G. R.; Nascimento, F. C.; Santos, R. C. (2016) “Atividade biológica de *Davilla kunthii* A. St. Hil. (Dilleniaceae). Revista Brasileira de Plantas Mediciniais, Campinas, v. 18, n. 1, p. 172-179.
- Nes, W. D.; Norton, R. A.; Benson, M. (1992) “Carbon-13 NMR studies on sitosterol biosynthesized from [^{13}C] mevalonates”. Phytochemistry, v. 31, n. 3, p. 805-811.
- Pierre, L. L.; Moses, M. N. (2015) “Isolation and Characterisation of Stigmasterol and β -Sitosterol from *Odontonema Strictum* (Acanthaceae)”. JIPBS, v. 2, n. 1, p. 88-95,



- Silva, F. O.; OLiveira, I. R.; Silva, M. G. V.; Filho-Braz, R. (2010) “Constituintes químicos das folhas de *Senna spectabilis* (DC) Irwin & Barneby var. excelsa (Schrad.) Irwin & Barneby”. Química Nova, v. 33, n. 9, p. 1874- 1876.
- Silveira, F. S.; Miotto, S. T. S. (2013) “A família Fabaceae no Morro Santana, Porto Alegre, Rio Grande do Sul, Brasil: aspectos taxonômicos e ecológicos”. Revista Brasileira de Biociências, v. 11, n. 1, p. 93-114.
- Silverstein, R. M. Webster, F. X.; Kiemle, D. J. Bryce, D. L. (2015) “Spectrometric Identification of Organic Compounds”. John Wiley & Sons, New York, 8 ed., p. 464.
- Souza, V. C.; Lorenzi, H. (2012) “Botânica Sistemática: guia ilustrado para identificação das famílias de Fanerógamas nativas e exóticas no Brasil, baseado em APG III”. Instituto Plantarum, Nova Odessa, São Paulo, 3ª ed. 768p.
- Zanon, R. B.; Danielle, F. P.; Ticiane, K. B.; Mariane, S.; Margareth, L. A. (2008) “Fitoconstituíntes isolados da fração em diclorometano das folhas de *Vernonia tweediana* Baker”. Revista Brasileira de Farmacognosia. Brazilian Journal of Pharmacology, v. 18. n. 2, p. 226 – 229.