

AISLAMIENTO E IDENTIFICACION DE COMPUESTOS FENOLICOS DE  
Helichrysum picardii BOISS. & REUTER.

PUERTA\*, R.; SAENZ\*, M.T.; GARCIA\*, M.D.; GIL\*\*, A.M.

\*Laboratorio de Farmacognosia y Farmacodinamia, Facultad de Farmacia, Universidad de Sevilla.

\*\*Laboratorio de Química Orgánica, Facultad de Química, Universidad de Sevilla.

INTRODUCCION

Helichrysum picardii Boiss. & Reuter perteneciente a la familia Asteraceae es una de las cuatro especies de este género localizadas en Andalucía Occidental [TALAVERA,1987].

Los estudios relativos a la fitoquímica de este género son muy numerosos, estando la mayoría encaminados al análisis de los compuestos polifenólicos. Estos compuestos, entre los que se han descrito flavonoides, derivados cumarínicos y floroglucinoles, son los más interesantes dentro del grupo, tanto por su importancia en quimiotaxonomía como por su interés en terapéutica.

En el presente trabajo hemos llevado a cabo el aislamiento y la identificación de varios compuestos polifenólicos en la especie Helichrysum picardii Boiss. & Reuter muy abundante en nuestra zona.

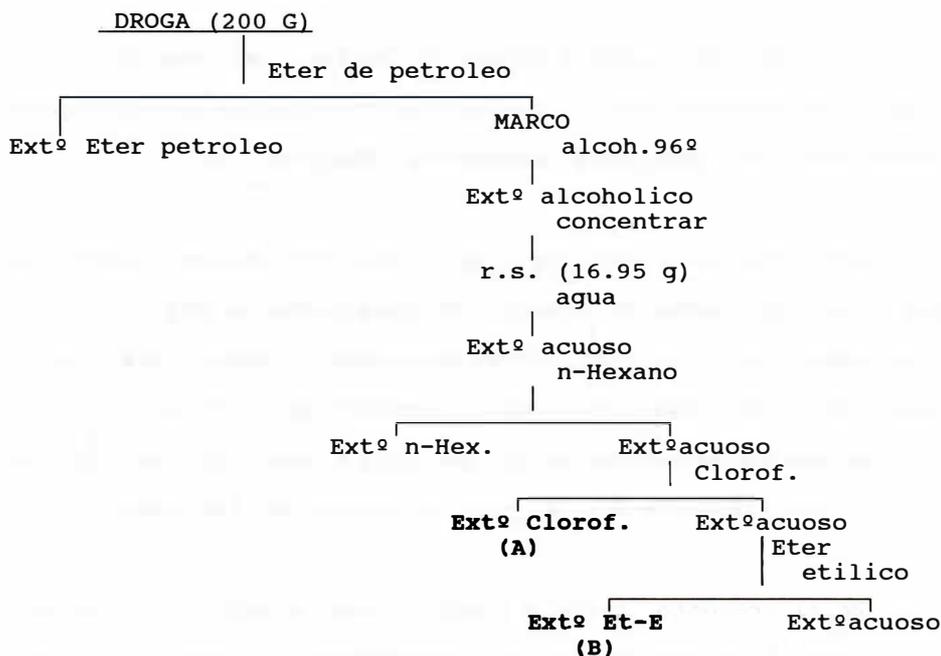
## MATERIAL Y METODO

### Material vegetal

Las muestras constituidas por las sumidades de H.picardii Boiss. & Reuter, fueron recolectadas en la segunda quincena del mes de Julio en El Puerto de Santa María (Cádiz).

### Extracción

El material vegetal desecado y troceado se sometió a un proceso de extracción continua siguiendo la técnica recomendada por Çubukçu y col.[1977, 1986] para el aislamiento de flavonoides en distintas especies de este género. El esquema del proceso extractivo, realizado en un aparato tipo Soxhlet, fue el siguiente:



Seleccionamos para su estudio los extractos clorofórmico (A) y el etéreo (B).

## RESULTADOS Y CONCLUSIONES

### Estudio del Extracto clorofórmico (A)

El estudio de este extracto se llevó a cabo por cromatografía en columna de gel de sílice utilizando como eluyentes: cloroformo, acetato de etilo y metanol a diferentes concentraciones. Obtuvimos 105 fracciones (15-20 ml).

Las fracciones 10-15 mostraron un componente de fuerte fluorescencia azul a la luz U.V., correspondiente a un compuesto que purificamos por cromatografía en columna y denominamos A<sub>1</sub>.

#### Identificación del compuesto A<sub>1</sub>.

##### C.C.F.

Fases móviles	Rf	Coloración	
		U.V.	U.V.+OHNE <sub>4</sub>
Tolueno/AcOEt/Ac.fórmico (50:40:10)	0.45	Azul	Azul-brillante
AcOH/ Cl <sub>3</sub> CH (10:90)	0.69	Azul	Azul-brillante

##### U.V. máx. nm

MeOH..... 230, 254, 298, 345

##### I.R. máx. (cm<sup>-1</sup>), BrK

3280, 3090, 2944, 1711, 1632, 1609, 863

Teniendo en cuenta todos estos datos pudimos deducir que el compuesto A<sub>1</sub> era la 7-hidroxi-6-metoxicumarina o Escopoletina [BALLANTYNE y col., 1971].

## Estudio del Extracto etéreo (B)

El residuo seco procedente del extracto de éter etílico se cromatografió igualmente en columna de gel de sílice. De éste fraccionamiento utilizando como eluyentes: éter etílico, acetato de etilo, y metanol en distintas proporciones, se obtuvieron 135 fracciones. En las fracciones 1-5 se produjo un precipitado no cristalizado, que se comportó como un solo compuesto al que denominamos B<sub>1</sub>. De las fracciones 6-8 obtuvimos una mezcla de dos componentes B<sub>2</sub> y B<sub>3</sub> que fueron separados posteriormente por cromatografía preparativa en celulosa.

### Identificación del compuesto B<sub>1</sub>

#### C.C.F.

Fases móviles	Rf	Coloración	
		Oleum	Cl <sub>3</sub> Al
Tolueno/AcoET/Ac.fórmico (50:40:10)	0.60	Pardo-amar.	Amarillo
AcOH/Cloroformo (10:90)	0.10	Pardo-amar.	Amarillo

#### U.V. máx. nm

MeOH	.....370, 301 sh, 269 sh, 253
MeONa	.....432, 245
AlCl <sub>3</sub>	.....455, 269
AlCl <sub>3</sub> /HCl	.....425, 265
NaOAc	.....390, 272
NaOAc/BO <sub>3</sub> H <sub>3</sub>	....384, 247

#### I.R. máx. (cm<sup>-1</sup>), BrK

3350, 1600, 1500, 1350, 1200

Por todos estos datos, este compuesto correspondió al flavonoide Quercetina (3,5,7,3',4'-pentahidroxiflavona) [HARBONE Y MABRY, 1975].

Este compuesto ha sido identificado en diversas especies de este género [ÇUBUKÇU, 1976] [ÇUBUKÇU y YUKSEL.,1982] [BEZANGER-BEAUQUESNE y col.,1990].

**Identificación de los compuestos B<sub>2</sub> y B<sub>3</sub>**

**C.C.F.**

Compuesto	R <sub>f</sub>			Coloración	
	A	B	C	p-N	p-N + Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>
B <sub>2</sub>	0.56	0.53	0.22	Amarillo	Rosa
B <sub>3</sub>	0.55	0.58	0.51	Naranja	Morado

**Fases móviles**

A: Ac. Acético 2%  
 B: Ac. Fórmico 2%  
 C: Benceno/ Ac. acético/ Agua  
 (60/22/12)

**Reveladores**

p-N: p-nitroanilina

**U.V. máx. nm**

B<sub>2</sub> - MeOH .....295  
 B<sub>3</sub> - MeOH .....258, 289

**E.M. m/z (%)**

B<sub>2</sub> - M<sup>+</sup> 138 (70), 121 (100), 107( 58), 93 (14)  
 B<sub>3</sub> - M<sup>+</sup> 168 (100), 153 (62), 97 (15), 93 (14)

Los datos cromatográficos y espectrales coincidían con los de los patrones de ácidos fenóles [RIBERAU-GAYON, 1968] utilizados y por ello identificamos el compuesto B<sub>2</sub> con el ácido m-hidroxibenzoico y el compuesto B<sub>3</sub> con el 3-hidroxi-5-metoxibenzoico o ácido vanílico.

## BIBLIOGRAFIA

- BALLANTYNE, M.M.; MC CABE, M. & ROBERT, D.H. (1.971) - "Claisen rearrangements II. Synthesis of six natural coumarins", *Tetrahedron*, 27(4), 871-877.
- BEZANGER-BEAUQUESNE, L.; PINKAS, M.; TORCK, M. & TROTIN, F. (1990) - "Plantes Médicinales des Régions Tempérées", 12<sup>a</sup> ed., Maloine, Paris.
- ÇUBUKÇU, B. (1976) - "Sur les dérivés flavoniques et coumariniques d'Helichrysum orientale (L.) Gaertner", *Plant. Méd. et Phytothér.*, 10(1), 44-53.
- ÇUBUKÇU, B. & MERİÇLİ, A.H. (1977) - "Flavonoides d'Helichrysum plicatum D.C." *Plant. Méd. et Phytothér.*, 11(4), 294-302.
- ÇUBUKÇU, B. & YÜKSEL, v. (1982) - "Constituents of Anatolian Medicinal Plants; Flavonoids of Helichrysum armenium D.C.", *J.Nat. Prod.*, 45 (2), 137-139.
- ÇUBUKÇU, B. & DAMADYAN, B. (1986) - Flavonoides d'Helichrysum graveolens", *Fitoterapia*, 57(2), 124-127.
- HARBONE, J.B. & MABRY, T.J. (1975) - "The Flavonoids", Chapman-Hall, Londres.
- RIBERAU-GAYON, P. (1968) - "Les acides-phénols et leurs dérivés", en: "Les composés phénoliques des végétaux", Dunod, Paris.