

Identificação em mistura de piperamidas em folhas, caule e raízes de *Piper ottonoides* por CG-EM e RMN 1D e 2D

Thiago Wolff^{1a*} (PG), Priscila F. P. dos Santos^{1a} (PG), Rita de Cássia A. Pereira² (PQ), Elsie F. Guimarães³ (PQ), Luzineide W. Tinoco^{1b} (PQ), Lígia M. M. Valente^{1a} (PQ)

¹Universidade Federal do Rio de Janeiro, ^aInstituto de Química, C.T., Bl. A, 21941-909; ^bInstituto de Pesquisas de Produtos Naturais Walter Mors, C.C.S., Bl. H, Rio de Janeiro, RJ; ²Embrapa Agroindústria Tropical, Fortaleza, CE; ³Instituto de Pesquisas Jardim Botânico do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, RJ. *twolff_rj@hotmail.com

Palavras Chave: *Piper ottonoides*, piperamidas, RMN

Introdução

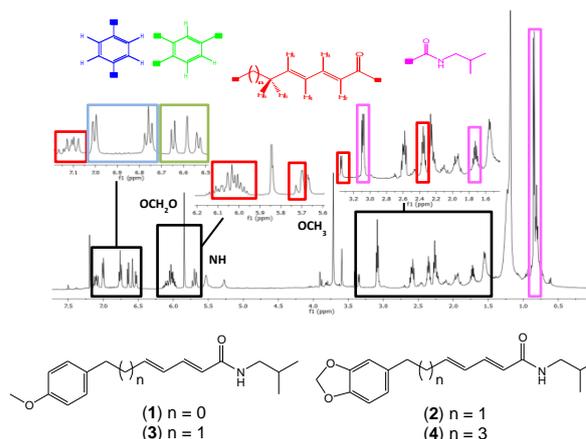
O gênero *Piper* (Piperaceae) contém cerca de 700 espécies com aplicações terapêuticas no Brasil e no mundo¹. Na América do Sul, várias dessas espécies são usadas por suas propriedades picantes e/ou anestésicas¹. A espécie *Piper ottonoides* Yancker, conhecida como João-brandim, é um arbusto de ocorrência na Amazônia brasileira. De suas raízes, usadas popularmente como anestésico local no tratamento de dor de dente e de garganta, foram isoladas, entre outras², a amida piperovatina, que possui propriedades anestésica, piscicida e ativadora de glândulas salivares³. O óleo essencial de suas folhas contém principalmente mono e sesquiterpenos⁴.

O presente trabalho descreve o estudo em mistura, da presença de amidas isobutílicas no extrato em metanol do caule de *P. ottonoides* e a comparação com aquelas presentes em folhas e raízes da espécie por CG-EM e RMN em uma e duas dimensões (COSY, HSQC, HMBC e *J*-RES).

Resultados e Discussão

O caule e raízes secos e moídos de *P. ottonoides*, coletados de espécime nativo no Campo Experimental da Embrapa-Acre (Rio Branco), foram extraídos com metanol. Os extratos brutos foram submetidos à CC em gel de sílica e frações pré-selecionadas por CCD foram submetidas à CG-EM. Através da comparação dos tempos de retenção e dos padrões de fragmentação de substâncias de referência² (injetados nas mesmas condições) com os obtidos pelas amidas das frações analisadas pode-se sugerir a presença de piperovatina (1) e chingchengenamida A (2) na maioria delas. A técnica não permitiu, no entanto, a caracterização das outras piperamidas presentes, pois embora tenha sido possível deduzir os substituintes nos anéis aromáticos e o número de átomos de carbono e de insaturações na cadeia lateral na maioria das substâncias, a posição e estereoquímica das ligações duplas ficaram inconclusivas. Uma fração de cada matriz foi então selecionada para análise por RMN (500 MHz, CDCl₃) por possuírem presença majoritária de piperamidas e possível ausência ou pouca quantidade de material graxo. Incluiu-se também nesta análise uma fração enriquecida em

piperamidas previamente obtida a partir das folhas da espécie através de procedimento análogo ao descrito⁵. A análise baseou-se na comparação dos deslocamentos químicos e constantes de acoplamento dos sinais apresentados com aqueles das amidas isobutílicas (1) e (2) já descritos na literatura² e em alguns elementos-chave de diferenciação entre as substâncias, como os sinais dos hidrogênios benzílicos e aromáticos e suas respectivas correlações nos espectros COSY, HSQC e HMBC. A configuração *E* das ligações duplas foi confirmada através do espectro de *J*-RES.



Conclusões

O conjunto de dados permitiu identificar de maneira inequívoca, sem isolamento prévio, as amidas piperovatina (1), chingchengenamida A (2) e ottonoidenamida (3) no caule, confirmar a presença destas nas folhas e raízes e de pipercallosina (4) nas raízes de *P. ottonoides*.

O estudo mostrou que piperovatina (1), provável responsável pelos efeitos anestésicos da espécie, está presente nas diferentes partes da planta.

Agradecimentos

CNPq, PGQu-UFRJ.

¹ Parmar, V. S. *et al. Phytochemistry* **1997**, *46*, 597.

² Santos, P. F. P. Tese MSc, IQ/UFRJ, 2010.

³ McFerren, M. A. *et al. J. Ethnopharmacol.* **2002**, *83*, 201.

⁴ Gottlieb, O. R. *et al. Acta Amazon.* **1981**, *11*, 143.

⁵ Santos, P. F. P. TCC, IQ/UFRJ, 2007.