

Dados espectrométricos da principal Microcistina produzida pela cepa de *Microcystis* spp.

Juliana Feijó de S. Daniel¹ (PQ), Emília Kiyomi Kuroda^{2*} (PG), Maria Ângela T. Adorno² (PQ), Edson Rodrigues Filho¹ (PQ), Antonio Gilberto Ferreira (PQ)³, Luiz Di Bernardo² (PQ)

¹Departamento de Química, Universidade Federal de São Carlos, Rodovia Washington Luis Km 235, Cx postal 676 – CEP 13565-905, São Carlos-SP. ²Departamento de Hidráulica e Saneamento, Universidade de São Paulo, Av. Trabalhador São Carlense, 400 CEP 13566-590, São Carlos-SP. ³Lab. de Ressonância Magnética Nuclear, UFSCar. e-mail: ekkroda@yahoo.com.br

Palavras Chave: microcistinas, RMN ¹³C e ¹H, hepatotóxica.

Introdução

Microcistinas são hepatotoxinas produzidas por cianobactérias principalmente dos gêneros *Anabaena*, *Microcystis*, *Oscillatoria*, *Planktothrix*, *Nostoc*.¹ Essas substâncias agem como inibidoras potentes e específicas de proteínas fosfatases dos tipos 1 e 2A, responsáveis pelo controle do metabolismo celular.² A estrutura das microcistinas foi determinada como um heptapeptídeo monocíclico.³ A diferença estrutural das mais de 60 microcistinas descritas consiste na variação de um dos L-aminoácidos por desmetilações e diferentes combinações entre os aminoácidos. Um exemplo de microcistina-LR modificada é apresentada na Figura 1.

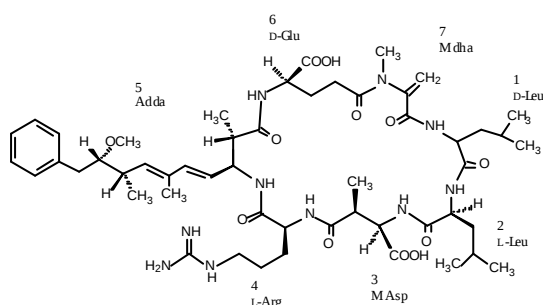


Figura 1. Estrutura da microcistina [Leu¹]MC-LR.

Esse estudo tem como objetivo a determinação estrutural da principal microcistina presente na cepa tóxica de *Microcystis* spp. coletada da lagoa Jacarepaguá-RJ, cujo inóculo foi fornecido pelo Labor. de Ecofisiologia e Toxicologia de Cianobactérias do Inst. de Biofísica Carlos Chagas Filho - Universidade Federal do Rio de Janeiro.

Resultados e Discussão

As cepas foram cultivadas em meio ASM-1, temperatura de 22 ± 1° C, fotoperíodo de 12 h e intensidade luminosa da ordem de 55 (μE. m⁻².s⁻¹). Após 15 a 20 dias da inoculação, as culturas foram concentradas e liofilizadas. O material foi extraído com metanol e filtrado em PVDF. O isolamento da principal microcistina foi realizado por HPLC preparativa usando coluna C-18 com o eluente: acetato de amônio 20 mM em acetonitrila (72:28). Em seguida, o material foi purificado em cartucho C-18 e submetida a análise por RMN ¹H e ¹³C.

29ª Reunião Anual da Sociedade Brasileira de Química

Tabela 1. Dados de ¹³C (100 MHz) em Metanol-D₄, de [D-Leu¹]Microcistina-LR⁴.

C	δC	δC ⁴	C	δC	δC ⁴
Glu			Arg		
1	175,68	177,24	1	173,98	172,06
2	53,81	55,38	2	53,81	53,17
3	28,08	28,25	3	28,97	29,59
4	31,58	33,17	4	24,56	26,91
5	175,55	176,67	5	40,52	42,24
Adda			6	157,09	158,65
1	175,68	176,82			
2	45,27	45,27	Masp 1	175,68	176,44
3	53,81	56,76	2	57,10	56,94
4	125,60	126,68	3	40,52	42,07
5	138,05	139,02	4	177,01	179,50
6	131,09	133,93	5	14,08	15,54
7	135,01	137,07	L-Leu 1	175,68	175,36
8	37,01	37,69	2	53,81	54,87
9	86,80	88,47	3	39,30	40,77
10	37,01	39,00	4	25,56	25,89
11	14,08	15,96	5	22,44	23,73
12	161,47	12,92	6	19,78	21,33
13	14,10	16,50	D-Leu 1	173,98	175,14
14	57,23	58,76	2	48,16	52,90
15	139,01	140,56	3	39,30	40,89
16	129,07	130,54	4	24,56	26,12
17	128,05	129,21	5	22,24	23,58
18	129,07	130,54	6	19,79	21,19
19	128,05	129,21	Mdha 1	165,00	166,40
20	129,07	130,54	2	144,75	146,33
			3	113,32	114,66
			4	37,01	38,38

Conclusões

A comparação com dados de ¹³C e ¹H entre a [Leu¹]MC-LR e a isolada neste trabalho indicam serem a mesma estrutura. Porém, a comprovação requer ainda a análise de experimentos 2D. Esse resultado vem de encontro com o estudo anterior realizado pelo grupo de pesquisa do Lab. de Espect. de Massas-UFSCAR por LC-ESI⁵.

Agradecimentos

CNPQ, CAPES e FAPESP.

¹ Carmichael, W. W.; *J. Appl. Bact.* **1992**, 445.

² Falconer, I. R.; Bucklery, T. H; *Med. J. Aust.* **1989**, 150.

³ Hadada K. I.; Murata, H.; Qiang, Z.; Suzuki, M. e Kondo, F. *Toxicon*. **1996**, 34, 701.

⁴ Schripsema, J.; Dagnino, D.; *Magn. Reson. Chem.* **2002**, 40 (9), 614.

⁵ Kuroda, K. K.; Adorno, M. A. T. M.; Filho, E. R. e Bernardo, L. D. *28ª Reunião Soc. Bras. Quím.* **2005**, AB 013.