# FRACIONAMENTO, ANÁLISE QUALITATIVA E ISOLAMENTO DE METABÓLITOS DO EXTRATO BRUTO DE *Piper cubeba* POR HPLC

Eveline S. Costa (PG)<sup>1</sup>, Nayara H. A. Freitas (IC)<sup>1</sup>, Karen C.S. Rezende (PG)<sup>1</sup>, Laís B. Scarpeline (IC)<sup>1</sup>, Ademar A. da Silva Filho (PQ)<sup>1</sup>, Wilson R. Cunha (PQ)<sup>1</sup>, Patrícia M. Pauletti (PQ)<sup>1</sup>, Jairo K. Bastos(PQ)<sup>2</sup>, Márcio L. A. Silva(PQ)<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Núcleo de Pesquisa em Ciências Exatas e Tecnológicas da Universidade de Franca/Unifran;

E-mail: escostaqi2@yahoo.com.br

Palavras Chave: Piper cubeba, íateina, cubebina, hinoquinina.

#### Introdução

De acordo com Rates (2001) [1], cerca de 25% dos fármacos prescritos mundialmente são originados de vegetais e é este reino que tem contribuído de forma mais significativa para o fornecimento de substâncias úteis ao tratamento de doenças que acometem os seres humanos [2].

# Resultados e Discussão

Visando o isolamento de lignanas foi reduzido a pó 1.400 Kg de sementes de Piper cubeba e estas foram maceradas em etanol, obtendo-se 260 g de extrato bruto. Foram suspendidos 200 g deste extrato bruto em 2 L de metanol/água (9:1v/v) e esta foi particionada com *n*-hexano, obtendo-se 153,4 g. A fração hidroalcóolica foi liofilizada, obtendo-se uma massa de 45 g. A fração hidroalcólica foi submetida cromatografia em coluna cromatográfica filtrante (CLV) contendo sílica gel 60 (MERCK, 0,063-0,200 mm) eluida següencialmente com diferentes solventes (nhexano, CH<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub> e AcOEt). Através de análise por cromatografia em camada delgada as frações foram reunidas conforme sua similaridade. Todas as frações reunidas foram analisadas por HPLC-DAD. A partir de comparação com padrões foi possível identificar a presença das lignanas cubebina (1), hinoquinina (2) e íateina (3) em diferentes frações (Figura 1).

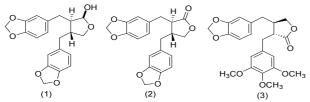
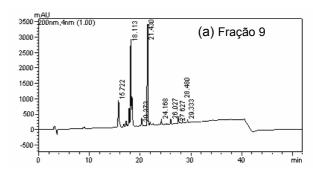


Figura 1: Estruturas químicas das lignanas 1, 2 e 3.

A purificação destas permitiu a obtenção de 7 g de cubebina e 2 g de hinoquinina. A lignana íateina foi apenas identificada por HPLC-DAD como mostra o cromatograma 1.



**Cromatograma 1.** Cromatograma da **(a)** fração 9 obtida do fracionamento da fração hidroalcóolica por cromatográfica em coluna filtrante em  $\lambda$  200 nm. (Coluna. Shim-pack ODS, 250 x 4,20 mm, 5  $\mu$ m, volume de injeção: 20  $\mu$ L, fluxo: 1,0 mL/min e gradiente linear: MeOH-H<sub>2</sub>O (50%)/MeOH (100%), em 48 minutos).

Os padrões para comparação das substâncias íateina e hinoquinina foram obtidos por síntese parcial e total, respectivamente.

A íateina apresentou tempo de retenção de 18,02 min.

## Conclusões

Obteve-se neste método de partição e fracionamento melhor rendimento para a obtenção da cubebina se comparado com a literatura [3], além da obtenção da hinoquinina e iateína.

### Agradecimentos

Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de São Paulo (FAPESP) e Capes

<sup>&</sup>lt;sup>2</sup>Laboratório de Farmacognosia do Departamento de Ciências Farmacêuticas da Faculdade de Ciências Farmacêuticas de Ribeirão Preto/USP

<sup>1 -</sup> Rates, S. M. K.. *Toxicon*. v. 39, n. 5, p. 603-613, 2001.

<sup>2 -</sup> Phillipson, J. D.; Anderson, L. A.. *J. Ethnopharmacol.* v. 25, n. 1, p. 61-72, 1989

<sup>3 -</sup> de Souza, G.H.B. Investigação das atividades analgésica, antiinflamatória e tripanocida de alguns derivados de cubebina obtidos por síntese parcial (Dissertação de mestrado apresentada à Universidade de São Paulo Faculdade de Ciências Farmacêuticas de Ribeirão Preto), (2001).