

## Análise por LC-ESI-MS/MS de Infusões de *Picrolemma sprucei*

Adrian Martin Pohlit<sup>1,2</sup>(PQ)\*, Rodrigo César das Neves Amorim<sup>2,3</sup>(PG), Ellen Cristina Costa e Silva<sup>2,3</sup>(PG), Norberto Peporine Lopes<sup>1</sup>(PQ). [ampohlit@inpa.gov.br](mailto:ampohlit@inpa.gov.br)

<sup>1</sup>Depto. Física e Química, Faculdade de Ciências Farmacêuticas de Ribeirão Preto, Universidade de São Paulo, Av. do Café, s/no. Campus Universitário da USP, Ribeirão Preto, SP. <sup>2</sup>Coordenação de pesquisa em produtos naturais. Instituto Nacional de Pesquisa da Amazônia, Av. André Araújo, 2936, Aleixo, Manaus, AM. <sup>3</sup>Universidade Federal do Amazonas. Av. Gen. Rodrigo Octávio Jordão Ramos, 3000, Campus Universitário, Bairro Coroadó I, CEP 69077-000. Manaus, AM.

Palavras Chave: electrospray ionization, espectro de massas, quassinoids, caferana.

### Introdução

*Picrolemma sprucei* Hook. é uma das várias espécies de plantas medicinais conhecidas na Amazônia brasileira pela denominação comum de caferana (que significa "falso-café", e que originou o pseudônimo utilizado freqüentemente, *P. pseudocoffea* Ducke). Esta espécie é amplamente distribuída em toda a região amazônica do Peru onde é conhecida popularmente como Sacha-café (Duke & Vasquez 1994) a Guiana Francesa onde é chamado café lane (Grenand et al. 1987, Vigneron et al. 2005). Infusões da raiz, caule e planta inteira de *P. sprucei* são utilizados em toda a região amazônica para o tratamento da malária (Milliken 1997), problemas gastro-intestinais e vermes intestinais (Duke & Vasquez, 1994). A literatura recente tem demonstrado inúmeros casos de variação no metabolismo secundário (ritmos biológicos) e considerando a proximidade da dose terapêutica com a tóxica, torna-se claro a necessidade de metodologias para quantificação de seus ativos. Dentro deste contexto, o objetivo deste trabalho é o desenvolvimento de uma metodologia analítica por HPLC-ESI-MS/MS para o controle de chás de *P. sprucei*.

### Resultados e Discussão

Para quantificar isobruceína B e neosergeolida no caule de *P. sprucei*, os parâmetros de MS foram otimizados a fim de obter o mais abundante íon precursor. Inicialmente, isobruceína B e neosergeolida foram diretamente introduzidas na fonte para obtenção do espectro de MS/MS e seleção dos fragmentos. Durante a otimização do método, várias condições e solventes foram testados. A melhor separação foi obtida utilizando uma coluna C18, aplicando como fase móvel, MeOH: H<sub>2</sub>O + 2% de ácido acético, fluxo de 0,8 ml / min. O chá do caule foi previamente filtrado e injetado no sistema de LC-MS/MS no modo MRM. O padrão interno, isobruceína e neosergeolida eluíram em 3,5 min, 4,6 min e 8,6 min, respectivamente, e a completa eluição de todos os compostos foi concluída em 10 min. Os perfis cromatográficos

mostraram uma boa separação do analito em um curto espaço de tempo. A validação dos parâmetros foram realizadas através de estimativa de linearidade, precisão e exatidão (intra e inter dia). A curva de calibração para cada analito foi realizada com 7 diferentes concentrações considerando área do pico versus do padrão interno. A análise de regressão linear para ambas as amostras mostrou um bom coeficiente de correlação ( $r^2$ ) e os valores de LOD e LOQ foram considerados satisfatórios para ambos os analitos.

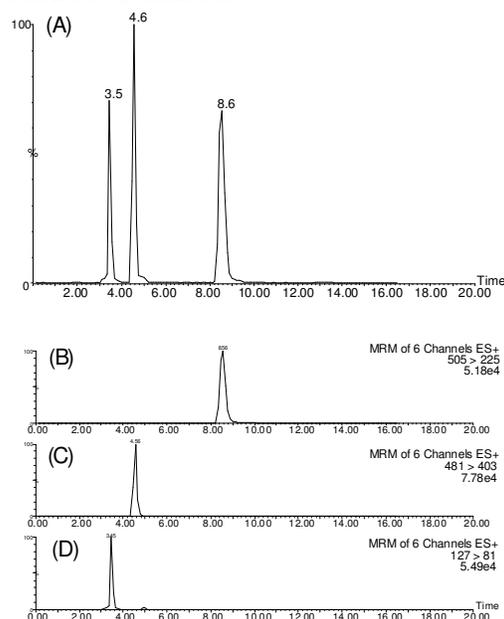


Figura 1. Chromatograma de MRM do chá dos galhos de *P. sprucei*.

### Conclusões

O método desenvolvido apresentou boa linearidade e permitiu a quantificação dos constituintes majoritários do chá do caule.

### Agradecimentos

Os autores agradecem a CAPES, CNPq e FAPESP pelos auxílios e bolsas concedidos.