

## Transposição de escala por modelos na separação de piperamidas de *Piper ottonoides* por cromatografia líquida de alta eficiência

Priscila F. P. dos Santos<sup>1\*</sup> (PG), José L. Mazzei<sup>2</sup> (PQ), Luiz A. d'Avila<sup>3</sup> (PQ), Rita C. A. Pereira<sup>4</sup> (PQ),  
Ligia M. M. Valente<sup>1</sup> (PQ)

<sup>1</sup>Universidade Federal do Rio de Janeiro, Instituto de Química, Dep. Química Orgânica, RJ; \*cilla\_fps@yahoo.com.br;

<sup>2</sup>Universidade do Estado do Rio de Janeiro, Instituto de Biologia Roberto Alcântara Gomes, RJ; <sup>3</sup>Universidade Federal do Rio de Janeiro, Escola de Química, Dep. Processos Orgânicos, RJ; <sup>4</sup>Embrapa Agroindústria Tropical, Fortaleza, CE

Palavras Chave: CLAE, piperamidas, scale-up, *Piper ottonoides*.

### Introdução

*Piper ottonoides* Yancker (Piperaceae) é um arbusto ereto de ocorrência na Amazônia brasileira e conhecido como João-Brandim. Sua raiz é usada popularmente como anestésico local. Estudos químicos preliminares levaram à detecção de piperamidas em suas folhas e raízes<sup>1</sup>, mas as tentativas de isolamento dessas substâncias por técnicas cromatográficas clássicas em fase normal não lograram êxito levando à utilização de CLAE em fase reversa (FR) semi-preparativa. Novas tentativas de isolamento por esta técnica, que empregavam diretamente condições disponíveis na literatura ou modificações empíricas das mesmas, não foram bem sucedidas, dando início a um estudo mais aprofundado sobre a dependência dos parâmetros de eficiência e de retenção em CLAE-FR<sup>2</sup>.

A transposição direta da escala analítica para semi-preparativa não prevê a eficiência de separação nas novas condições operacionais. Porém, tal limitação não é encontrada na transposição usando modelos, que é vantajosa pela aplicação de poucos experimentos para a determinação dos parâmetros cromatográficos.<sup>3</sup>

O presente trabalho propõe a aplicação da transposição de escala por modelos de momentos estatísticos para o isolamento por CLAE em escala semi-preparativa das piperamidas detectadas nas folhas e raízes de *P. ottonoides*.

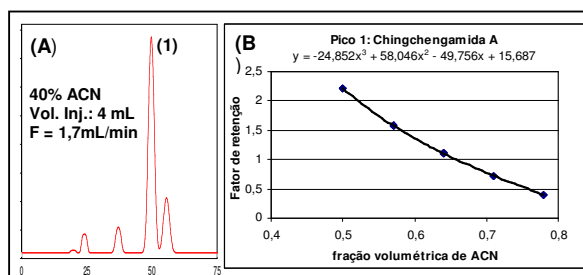
### Resultados e Discussão

Para estimativa dos parâmetros, uma fração enriquecida em piperamidas, obtida a partir do extrato metanólico das folhas de *P. ottonoides*, foi injetada em coluna Inertsil Prep-ODS (250 x 6 mm, 10 µm) usando como fase móvel, a mistura ACN-H<sub>2</sub>O em cinco diferentes composições volumétricas de 50-78% ACN na temperatura de 30°C. A detecção foi acompanhada por UV a 260 e 340 nm. A partir dos valores de tempo de retenção e de largura do pico, os parâmetros adimensionais relativos à retenção (fator de capacidade - *k*) e à eficiência de separação (altura reduzida do prato teórico - *h*) foram estimados para cada piperamida. Os parâmetros de retenção foram ajustados em diferentes modelos de dependência<sup>3</sup> com a %ACN. A análise da variância revelou o melhor ajuste com uma equação cúbica empírica, a exemplo para a

32ª Reunião Anual da Sociedade Brasileira de Química

substância 1 (Fig. 1B). O parâmetro de eficiência, nas condições ensaiadas, variou linearmente com a viscosidade da fase móvel. Diversas separações cromatográficas da fração enriquecida em piperamidas foram simuladas em diferentes condições: composição de fase móvel (de 40 a 62%), volume injetado (5 µL a 6 mL) e vazão (1,5 a 2,0 mL/min). Um exemplo é mostrado na Fig. 1A.

Figura 1. (A) Cromatograma simulado em planilha desenvolvida em Excel<sup>®</sup> da fração enriquecida em piperamidas; (B) Equação cúbica para a substância 1.



A simulação em 40% v/v ACN apresenta um tempo de corrida relativamente curto e boa separação entre os picos. Em condições de sobrecarga pode-se injetar um volume de até 4,0 mL do extrato. A escolha desta condição permitirá um isolamento das piperamidas com um número menor de etapas.

### Conclusões

A partir dos parâmetros estimados e dos cromatogramas simulados foi possível selecionar as condições ótimas de separação, em situações de sobrecarga, das piperamidas de *Piper ottonoides*.

### Agradecimentos

CNPq e Embrapa

<sup>1</sup>Santos, P. F. P.; Valente, L. M. M. *et al.* 28ª RASBQ 2005, PN-114.

<sup>2</sup>Santos, P. F. P.; Valente, L. M. M. *et al.* 30ª RASBQ 2007, PN-247.

<sup>3</sup>Mazzei, J. L.; d'Avila, L. A. *J. Liq. Chromatogr. Relat. Technol.* 2003, 26, 177.

<sup>4</sup>Valkó, K.; Snyder, L. R.; Glajch, J. L. *J. Chromatogr. A*, 1993, 656, 501.