

Enantiodiscriminação de Ácidos Carboxílicos com Auxiliar Quiral de Selênio via RMN de ^{77}Se

¹Anderson I. S. Silva* (IC), ¹Simone M. C. Gonçalves (PQ)

anderson.soares@ufpe.br

¹Departamento de Química Fundamental, Universidade Federal de Pernambuco, Recife-PE

Palavras Chave: CG Quiral, ^{77}Se RMN, Excesso Enantiomérico, Agente de Derivatização Quiral

Introdução

Atualmente vários órgãos, em todo mundo, estabelecem protocolos para liberação comercial de novas drogas, principalmente se forem quirais. O uso da cromatografia gasosa e de espectroscopia de RMN são alguns dos métodos empregados para medir excesso enantiomérico de diversos compostos¹.

Neste trabalho, apresentamos a utilização de um agente de derivatização quiral (ADQ): o álcool (*R*)-3-fenil-2-(fenilselanil)propanol na análise da enantiodiscriminação de ácidos carboxílicos racêmicos através de uma reação de esterificação (*Mix and Shake*). Os experimentos foram realizados empregando-se RMN de ^{77}Se e Cromatografia Gasosa (CG) através de um estudo comparativo buscando verificar se as análises via RMN de ^{77}Se são mais exatas que as de CG.

Resultados e Discussão

Na tabela 1, apresentamos um resumo dos resultados para algumas amostras dos ésteres diastereoméricos obtidos a partir dos ácidos carboxílicos racêmicos.

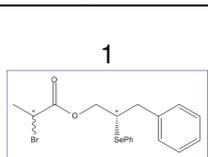
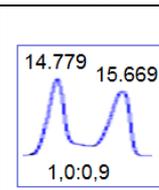
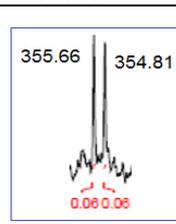
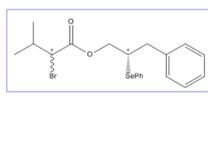
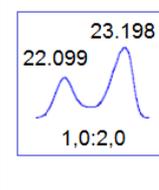
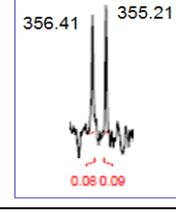
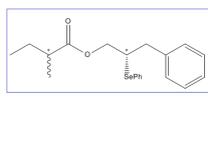
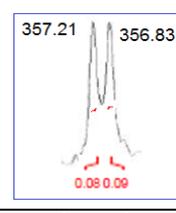
Éster	CG	RMN ^{77}Se
<p>1</p> 		
<p>2</p> 		
<p>3</p> 		

Tabela 3: Cromatogramas e espectros dos ésteres diastereotópicos no CG e no RMN de ^{77}Se .

Observando os dados das áreas nos sinais dos cromatogramas relativos aos ésteres 1, 2 e 3 podemos verificar que as proporções das áreas não foram semelhantes como era de se esperar: **1** (1,0:0,9), **2** (1,0:2,0), **3** (1,0:0,0). Enquanto nos espectros de RMN de ^{77}Se as áreas dos sinais de selênio mantiveram a mesma proporção, como esperado: **1** (0,06:0,06), **2** (0,08:0,09), **3** (0,08:0,09).

Em vista disso, resolvemos investigar por CG a estabilidade dos ácidos carboxílicos e do nosso selenoálcool. Foram realizados experimentos empregando-se o éster dos ácidos carboxílicos racêmicos com metanol e o éster do selenoálcool com o ácido (*R*)-2-bromopropanóico. Na tabela 2, apresentamos o resultado das análises do éster 4 a partir do ácido racêmico e do ácido enantiopuro com metanol. Podemos observar que as proporções 1:1 foram mantidas para o ácido racêmico e no caso do enantiopuro observamos um único sinal. O cromatograma do éster do selenoálcool com o ácido *R* propanóico enantiopuro apresentou dois sinais na proporção de: 0.6:0.1.

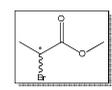
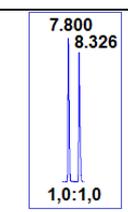
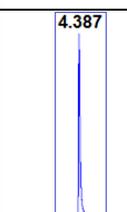
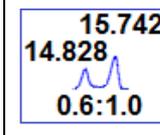
Éster	CG Quiral	CG Quiral	Éster do ADQ CG
<p>4</p> 			

Tabela 2: Cromatogramas parciais do éster racêmico com metanol, do éster enantiopuro e do éster diastereotópicos do selenoálcool.

Conclusões

Para os dados no CG pode-se constatar que as altas temperaturas no injetor e na coluna do equipamento provocaram uma diferença na proporção dos diastereômeros com o selenoálcool. Verificamos que a espectroscopia de ^{77}Se se mostrou um melhor método para enantiodiscriminação para ácidos carboxílicos, uma vez que os experimentos são realizados a temperatura ambiente.

Agradecimentos

PRONEX/FACEPE, PROPESQ/ UFPE/CNPq.

¹ Allenmark, S. G.; Chromatographic Enantioseparation: Methods and Applications; Ellis horood: Chichester, 1988.