

Síntese de uma quinoxalina derivada da *nor*- β -lapachona e seu isolamento por Cromatografia Contracorrente (HSCCC).

Raphael Salles F. Silva* (PG), Gilda G. Leitão (PQ), Ana Paula G. Lobato (IC), Maria do Carmo F. R. Pinto (TC) e Antonio Ventura Pinto (PQ)

raphael@nppn.ufrj.br

Núcleo de Pesquisas de Produtos Naturais, Universidade Federal do Rio de Janeiro, Bloco H, CCS, Ilha do Fundão, 21.941-590, Rio de Janeiro, RJ.

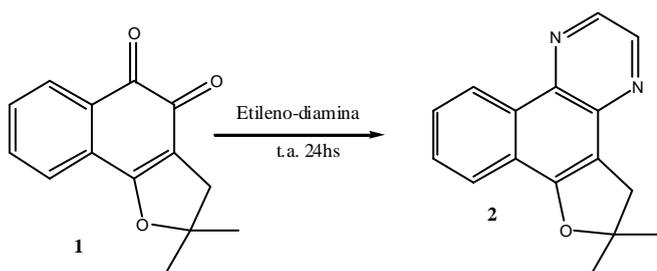
Palavras Chave: *cromatografia contracorrente, quinoxalina, nor- β -lapachona.*

Introdução

Ao contrário dos derivados imidazólicos e fenazínicos de quinonas do grupo das β -lapachonas¹, pouca atenção tem sido dada a seus derivados quinoxalínicos, não havendo estudos detalhados sobre aspectos farmacológicos, químicos e fotoquímicos. Tendo em vista o preenchimento desta lacuna, é agora apresentada a primeira síntese do derivado quinoxalínico da *nor*- β -lapachona. Entretanto o isolamento tradicional por cromatografia em coluna de gel de sílica (CC) se mostrou ineficiente devido elevado tempo de retenção do produto o que onerou o processo em tempo e gasto de solvente. Como alternativa para resolução desses problemas foi utilizada a técnica de cromatografia contracorrente (CCC)².

Resultados e Discussão

A síntese da quinoxalina, **2**, foi realizada pela reação da *nor*- β -lapachona **1** com etilendiamina, utilizando-se o mesmo como solvente, a temperatura ambiente. **Esquema 1**.



Esquema 1. Síntese de **2**

Tanto na purificação por coluna cromatográfica de gel de sílica quanto por CCC, a mistura reacional foi previamente purificada por dissolução em AcOEt e lavagem com água. A Tabela 1 mostra os dados de purificação de **2** por CC de gel de sílica e por CCC. Podemos ver que há um aumento de 5% no rendimento quando o produto é purificado por CCC, devido a não utilização de suporte sólido o que evita perdas por adsorção. Na purificação por CCC utilizando-se o sistema de solventes hexano:AcOEt:MeOH:H₂O 1:1:1:1 (v/v/v/v), fase

orgânica como fase móvel, **2** foi isolado puro, sem qualquer contaminação enquanto na purificação por CC, parte de **2** saiu contaminado com outros produtos. O tempo total gasto na purificação da reação através da CCC (equipamento PC Inc.) foi quatro vezes menor que o necessário para o método tradicional por CC de gel de sílica. Além do menor tempo de análise, é digna de nota a quantidade de solvente utilizado na eluição da quinoxalina na técnica da CC tradicional, praticamente quatro vezes e meia a maior que na técnica da CCC.

Tabela 1. Comparação dos dados cromatográficos de purificação da quinoxalina por CC de gel de sílica e por CCC.

	Coluna de sílica	CCC
Amostra aplicada (mg)	245	191
Rendimento (%)	57	62
Volume total de eluição (ml)	1.374	296
Tempo gasto (h)	12	3

Conclusões

Os resultados apresentados neste trabalho demonstram a versatilidade da técnica da cromatografia contracorrente, pouco explorada na purificação de produtos de origem sintética. A economia de tempo e de solvente orgânico é notável quando se comparam os dados obtidos da purificação da quinoxalina pelas duas técnicas.

Agradecimentos

À CAPES, pela bolsa.

¹ Pinto, C.N.; Dantas A.P.; De Moura K.C.G. et al., *Arzneimittel-Forschung-Drug Research* **2000**, 50, 1120.

² Conway, W.D. *Countercurrent Chromatography: Apparatus, Theory and Applications*, VCH Publishers, Inc. NY. 1990