Sociedade Brasileira de Química (SBQ)

Flavonóides Isolados de *Syngonanthus suberosus* Giul. (Eriocaulaceae) por HSCCC (High Speed Countercurrent Chromatography)

Marcelo Aparecido da Silva(PG)[1], Lourdes Campaner dos Santos (PQ)[1], Juliana Rodrigues (PG)[1], Wagner Vilegas (PQ)[1]

[1]*Departamento de Química Orgânica, Instituto de Química, C.P. 355, CEP 14800-900 - UNESP- Araraquara- SP, Brasil. e-mail: vilegasw@iq.unesp.br*

Palavras Chave: *Syngonanthus*, HSCCC, Eriocaulaceae.

Introdução

No campo dos produtos naturais, o HSCCC pode ser usado para fracionar extratos brutos, assim como frações semi-puras, em quantidades que variam de miligramas a gramas. Esta técnica é bastante empregada para separar substâncias muito polares, pois estas são adsorvidas em fases estacionárias como a sílica, causado com isso uma perda de massa ou até muitas vezes a retenção irreversível da amostra.

O objetivo deste trabalho foi o de estudar a fração butanólica da partição feita com o extrato metanólico dos capítulos de *Syngonanthus suberosus* (Eriocaulaceae) por HSCCC, com a finalidade de desenvolver uma metodologia rápida para a separação de flavonóides.

Resultados e discussões

A escolha do sistema de solvente levou em consideração o aumento da polaridade da fase móvel, uma vez que as substâncias presentes na fração butanólica se mostraram com uma vasta margem de polaridade.

O K_d ótimo (constante de distribuição) para as substâncias foi encontrado quando utilizadas as seguintes proporções dos solventes EtOAc:n-BuOH:H_2O (5-X:X:5 v/v/v), onde X variou 1,0; 1,5 e 1,8

Após a escolha do sistema de solvente, preparou-se a mistura em funil de separação. Os solventes foram agitados e deixados em repouso por aproximadamente 12 horas para que houvesse a separação das fases e também proporcionar a saturação de ambas as fases do sistema. A fase inferior (aquosa) foi usada como fase estacionária enquanto que a fase superior (orgânica) foi usada como fase móvel. A fase inferior (estacionária) do primeiro sistema de solvente foi bombeada para a coluna. Depois da coluna toda preenchida (325 mL), a fase superior (móvel) foi bombeada com um fluxo de 1 mL min^{-1} para a coluna. A rotação da coluna foi ajustada em 850 RPM durante o bombeamento e permaneceu nesta rotação durante o tempo de análise da fração. O volume morto medido foi de 42 mL, correspondendo a 12.9% do total de fase estacionária. Pesou-se 450 mg da fração e dissolveu-se em uma mistura de 1:1 da fase aquosa e da fase orgânica do primeiro sistema de solvente, totalizando 8 mL da mistura. A mistura foi filtrada e injetada no loop com auxílio de uma seringa. Coletou-se frações de 3 mL cada, obtendo-se 106 frações em aproximadamente 5,3 horas. A eluição das frações seguiu o aumento de polaridade da fase móvel descrito no gráfico 1.

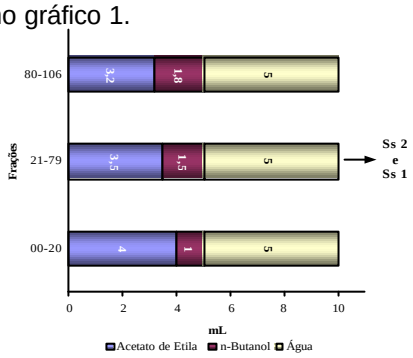

Gráfico 01. Variação de n-butanol e do acetato de etila durante a eluição da fração butanólica de *S. suberosus* em modo gradiente no HSCCC.

Todas as frações foram analisadas por CCD tendo o sistema $CHCl_3$:MeOH:N-Propanol:H_2O (5:6:1:4 v/v/v/v) com eluente, e reveladas com uma solução de anisaldeído/H_2SO_4, NP/PEG e luz UV (254 nm e 366 nm). As frações 34 a 39 e 47 a 51 apresentaram uma coloração amarelada, característica de flavonóides, quando reveladas com uma solução de anisaldeído/H_2SO_4. Destas frações foram isoladas as substâncias:

-) **Ss 1**(quercetina-3-*O*-ß-D-glicopiranosídeo (6→1) rhamnopiranosídeo) – 25 mg.

-) **Ss 2** (6-metoxikaempferol-3-*O*-ß-D-galactopira_ nosídeo (2→1) rhamnopiranosídeo) – 32 mg.

Conclusão

Quando se trata de compostos polares, a ausência de suporte sólido é um requisito fundamental a ser obedecido, pois evita adsorções irreversíveis dos compostos e perda das amostras. Com esses resultados, podemos concluir que a técnica de HSCCC foi muito eficiente na separação

dos compostos polares presentes na fração butanólica obtida do extrato metanólico dos capítulos de Syngonanthus suberosus (Eriocaulaceae).

Agradecimentos

FAPESP, CAPES, FUNDUNESP e CNPq