

Separação de Limonóides por Cromatografia de Contracorrente

Vagner Pereira da Silva (IC)*, Rodrigo Rodrigues Oliveira (PQ) e Maria Raquel Figueiredo (PQ).

E-mail: vagner_farma@yahoo.de

Laboratório de Química de Produtos Naturais, Far-Manguinhos/FIOCRUZ.

Palavras Chave: Limonóides, Cromatografia Contracorrente, Eluição em Gradiente.

Introdução

Limonóides são tetranortriterpenóides de considerável interesse devido a suas atividades biológicas e variedades estruturais¹. Esses triterpenos modificados exibem várias atividades biológicas tais como inseticida, reguladora do crescimento de insetos, antibacteriano, antifúngico, antimalárico, anticâncer e antiviral^{2,3}. Essa classe de substâncias altamente oxigenadas são encontradas principalmente nas plantas das famílias Rutaceae, Meliaceae e Simaroubaceae.

Os limonóides são biossintetizados a partir do apoeufol, com a remoção de quatro carbonos da cadeia lateral, e suas estruturas contêm um anel furânico unido em C-17 (anel-D) e grupos oxigênio em C-3, C-4, C-7 e C-16, que conferem uma polaridade moderada² dificultando assim, a separação por métodos cromatográficos tradicionais.

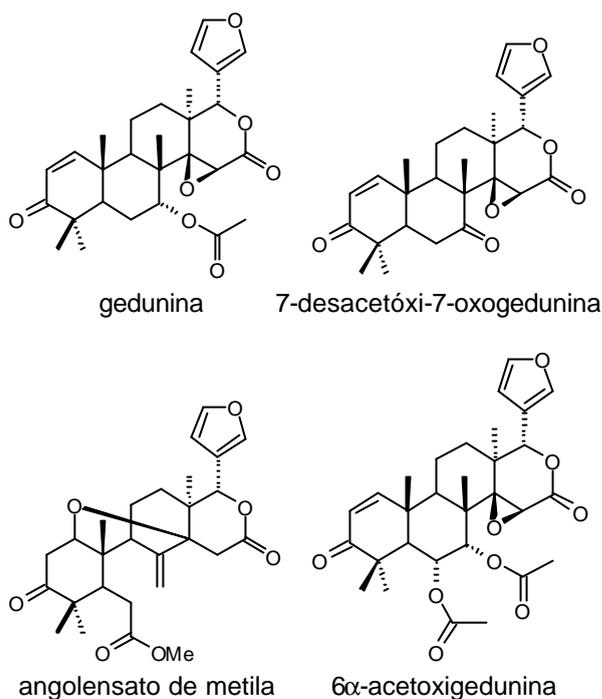
A cromatografia contracorrente (CCC) é uma técnica de separação líquido-líquido, versátil, que não utiliza um suporte sólido e a amostra é distribuída entre dois solventes imiscíveis para alcançar a separação. Recentemente, a eluição com gradiente em CCC tem sido extensamente empregada em separações de substâncias orgânicas. Este método alternativo foi aplicado com sucesso na separação do triterpenos⁴.

Resultados e Discussão

A mistura de Limonóides (600 mg) foi submetida à cromatografia contracorrente utilizando os sistemas de solventes hexano: EtOAc: MeOH: H₂O - 1:2:X:1 (X= 1.5 e 1.75) na eluição por gradiente.

A fase orgânica do primeiro sistema foi utilizada como fase estacionária e a fase aquosa como móvel. Após equilíbrio hidrodinâmico (retenção de 80% de fase estacionária) a mistura contendo os limonóides foi injetada. As fases móveis foram mudadas quando o volume do eluição correspondeu a K_d = 1.

Desse procedimento cromatográfico foi possível isolar e identificar as substâncias: gedunina; 7-desacetóxi-7-oxogedunina; angolensato de metila e 6 α -acetoxigedunina.



Conclusões

Cromatografia contracorrente por utilizar um amplo leque de sistemas de solventes, foi uma ótima ferramenta na separação de limonoides, por explorar pequenas variações de coeficiente de partição entre essas substâncias.

A utilização da eluição com gradiente, obteve-se melhores resultados em comparação com a eluição isocrática, utilizada anteriormente na separação dessas substâncias.

Agradecimentos

Far-Manguinhos, FIOCRUZ.

¹ Dewick, P. M. *Medicinal Natural Products. A Biosynthetic Approach*; John Wiley & Sons LTD: Chichester, WS, **2004**; pp. 225-226

² Roy, A.; Saraf, S. *Biol. Pharm. Bull.* **2006**, 29,191-201.

³ Champagne, D. E.; Koul, O.; Isman, M. B.; Scudder, G. G. E.; Towers, G. H. *Phytochem.* **1992**, 31, 377-394.

⁴ Oliveira, R. R.; Leitão, G. G.; Moraes, M. C. C.; Lopes, D.; Carauta, J. P. P.; Kaplan, M. A. C. *J. Liq. Chromatogr. Rel. Technol.* **2005**, 28, 1985-1992.