

Aplicação da Técnica de RMN DOSY na Identificação de Flavonóides da Fração Acetoetílica do Extrato Etanólico de *Bidens sulphurea*.

Edilene Delphino Rodrigues^{1,2} (PG) *, Denise Brentan da Silva³ (PG), Gil Valdo José daSilva¹ (PQ), Dionéia Camilo Rodrigues de Oliveira³ (PQ) delphino@nin.ufms.br.

¹ Departamento de Química da FFCLRP/ USP, ² Departamento de Química do CCET/UFMS, ³ Laboratório de Química Orgânica da FCFRP/USP.

Palavras Chave: DOSY, CLAE, Coeficiente de difusão, Flavonóides, *Bidens sulphurea*.

Introdução

Entre as várias técnicas de medida do coeficiente de difusão em líquidos, a técnica de Ressonância Magnética Nuclear DOSY (“Diffusion Ordered Spectroscopy”) tem se mostrado uma ferramenta útil e poderosa para a análise de misturas complexas, sobretudo por ser um método não-destrutivo que não requer uma separação prévia dos componentes moleculares, sendo capaz de identificá-los em misturas e caracterizá-los simultaneamente quanto ao tamanho de partículas ou agregados e outras estruturas presentes¹⁻⁴. Além de ser, relativamente, simples e flexível, podendo detectar qualquer substância que tenha núcleos ativos em RMN⁵⁻⁶, sendo chamada de “cromatografia de spin”¹⁻². É uma ferramenta em potencial para a análise de produtos naturais, principalmente, quando se trata de misturas de componentes instáveis aos métodos de purificação⁵ ou de difícil separação⁴. Este trabalho apresenta o uso da técnica DOSY na elucidação de componentes da fração acetoetílica, **BsfcEt/Ac**, do extrato etanólico das partes aéreas (folhas e caules) de *Bidens sulphurea* (Asteraceae), Figura 1.

Resultados e Discussão

A parte solúvel em MeOH de BsfcEt/Ac foi submetida a cromatografia em coluna (Figura 1b). A análise por CCDC mostrou que as frações de 69 a 89 eram semelhantes, sendo, portanto, reunidas, apresentando aspecto de sólido amorfo amarelo após eliminação de solvente. A análise por RMN de ¹H-DOSY-2D detectou, em mistura, quatro compostos com diferentes coeficientes de difusão (*D*) ($1,25 \times 10^{-10}$, $1,91 \times 10^{-10}$, $2,12 \times 10^{-10}$ e $2,98 \times 10^{-10}$ m².s⁻¹) e estruturas características de flavonóides glicosilados. Realizou-se, então uma análise por CLAE-UV, com coluna C18 semi-preparativa (Figura 1b). As frações obtidas com tempo de retenção de 26,3; 26,9; 32,9 e 33,9 minutos apresentaram maiores massas e foram analisadas por RMN de ¹H e ¹³C (1D e 2D) e por espectrometria de massas, o que possibilitou identificar, respectivamente:

- quercetina-3-O-β-D-galactopiranosídeo (1);
- quercetina-3-O-β-D-glicopiranosídeo (2);
- quercetina-3-O-β-L-arabinofuranosídeo (3); e
- quercetina-3-O-β-D-ramnopiranosídeo (4).

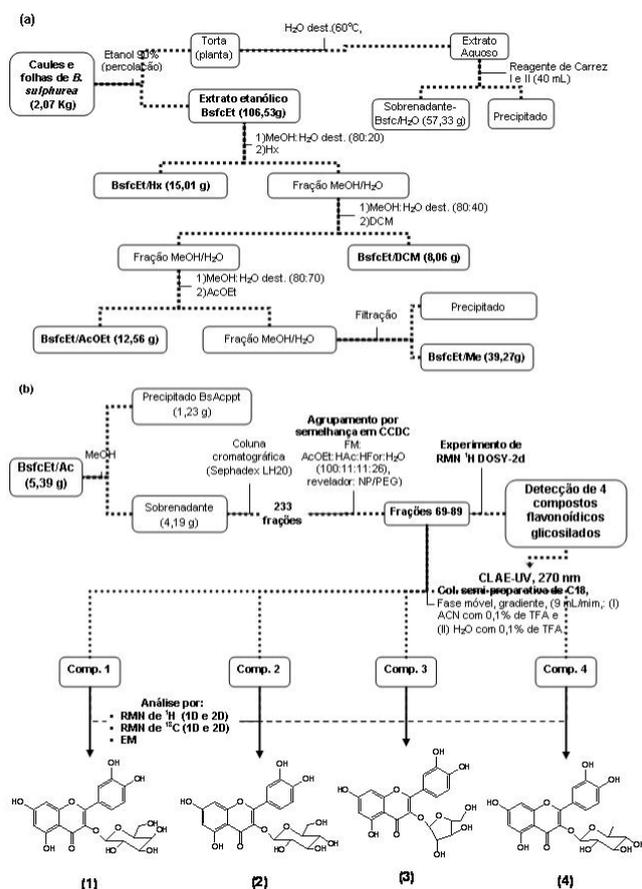


Figura 1. Fracionamento do extrato etanólico da partes aéreas (folhas e caule de *B. sulphurea*).

Conclusões

A técnica ¹H-DOSY-2D mostrou-se útil na análise preliminar de **BsfcEt/Ac**, sugerindo corretamente e com boa resolução o tipo do esqueleto molecular dos quatro compostos majoritários presentes na fração. A combinação desta técnica com CLAE, Espectrometria de Massas e com outras técnicas de RMN possibilitou a identificação dos quatro flavonóides (1, 2, 3 e 4).

Agradecimentos

CNPq e CAPES

- ¹ De Souza, A. A. e A. Laverde, *Quim. Nova*. **2002**, 25(6A), 1022.
- ² Cohen, Y.; L. Avram, e L. Frish, *Angew Chem Int Ed Engl*. **2005**, 44, 520.
- ³ Vizzotto, L., *Aplicação das técnicas de RMN DOSY e HR-MAS para Plantas da Ordem Rutales*. Doutorado. 2004, UFSCAR: São Carlos.
- ⁴ Tomati, U., et al., *Carbohydr. Res.* **2004**, 339, 1129.
- ⁵ Cabrita, E.J. e S. Berger, *Magn. Reson. Chem.* **2002**, 40, S122