

Utilização de CLAE no monitoramento da reação de síntese de neoflavonóides e flavanona

Hugo N. Brandão¹ (PQ), Juceni P. David^{2*} (PQ), Jorge M. David³ (PQ), Marcos Sasakura³ (PG), Luciano da S. Lima³ (PG) jmdavid@ufba.br

¹Departamento de Saúde, Universidade Estadual de Feira de Santana, Avenida Transnordestina, s/n, Novo Horizonte, 44036-900 Feira de Santana-Ba ²Faculdade de Farmácia e ³Instituto de Química, Universidade Federal da Bahia, Rua Barão de Geremoabo, s/n, Ondina, 40170-290 Salvador-Ba

Palavras Chave: CLAE-UV, 7-hidroxiflavanona, fenilcumarinas

Introdução

Os flavonóides, amplamente distribuídos no reino vegetal, são responsáveis por diversas atividades nos próprios vegetais e no organismo humano. Estes podem ser obtidos diretamente da natureza ou sintetizados em laboratório por reações bem estabelecidas.

Algumas rotas de síntese da 7-hidroxiflavanona^{1,2} apresentam divergências quanto ao rendimento e formação dos produtos. A possibilidade de monitoramento dessa reação por CLAE permite que esta seja feita em micro escala, sem necessidade de purificação dos produtos e facilitando a monitoração das melhores condições de síntese dos flavonóides.

O objetivo do trabalho foi testar diferentes condições reacionais da síntese da 7-hidroxiflavanona e de dois neoflavonóides, de modo a monitorar através de CLAE, as condições ótimas de síntese.

Resultados e Discussão

Foram utilizados como reagentes o ácido cinâmico, resorcinol e ácido polifosfórico (figura 1) e testadas diferentes condições reacionais, variando a temperatura e/ou tempo da reação, em um total de 16 diferentes condições (tabela1). Todas as reações foram realizadas em triplicata. As substâncias formadas foram identificadas por RMN de ¹H e ¹³C e EM.

Trabalhos anteriores^{1,2} relatam rendimentos para a 7-hidroxiflavanona variando de 12,7 a 60% e não citam a formação do neoflavonóide 5-hidroxi-3,4-diidro-4-fenilcumarina.

Figura 1. Esquema de síntese dos derivados flavonoídicos

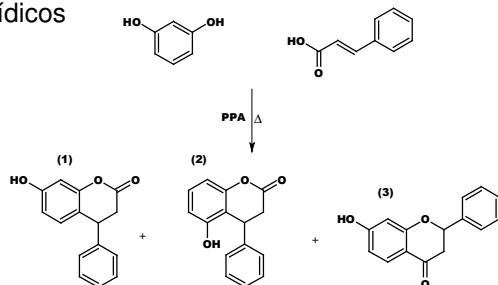
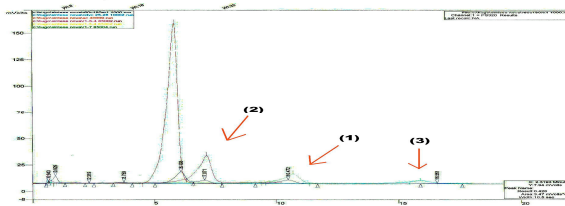


Figura 3. Cromatograma ilustrativo da separação*



* MeOH:H₂O / 60:40, fluxo de 1ml/min. Coluna Lichrosorb® (RP₁₈, 3 µm, 55 x 4 mm)

Tabela 1. Resultado da síntese dos compostos flavonoídicos nas diferentes condições reacionais

Cond. (*)	Composto (**)							
	Ácido Cinâmico		Neoflav. - 6		Neoflav. - 7		Flavanona	
	% relativa	% do total	% relativa	% do total	% relativa	% do total	% relativa	% do total
A	100	0,36	ND	ND	ND	ND	ND	ND
B	5,41	0,18	68,39	2,23	26,20	0,85	ND	ND
C	3,21	0,21	64,08	4,12	23,31	1,50	9,40	0,61
D	2,22	0,15	66,05	5,08	22,15	1,71	9,58	0,71
E	0,42	0,08	66,63	12,60	27,09	5,09	5,85	1,10
F	0,46	0,08	67,03	11,78	27,95	4,94	4,57	0,81
G	0,57	0,15	70,03	18,0	26,05	6,53	3,35	0,81
H	0,53	0,095	75,82	15,32	23,66	4,85	ND	ND
I	1,22	0,14	68,42	7,78	24,30	2,78	6,06	0,68
J	0,30	0,03	76,43	7,73	21,41	2,13	1,87	0,22
K	0,64	0,07	77,34	9,43	22,02	2,62	ND	ND
L	0,70	0,07	77,38	7,23	21,91	2,00	ND	ND

(*) 60°C 60' → A; 60°C 120' → B; 60°C 180' → C; 60°C 240' → D; 80°C 60' → E; 80°C 120' → F; 80°C 180' → G; 80°C 240' → H; 100°C 60' → I; 100°C 120' → J; 100°C 180' → K; 100°C 240' → L

(**) Neoflavonóide - 6 → 7-hidroxi-3,4-diidro-4-fenilcumarina; Neoflavonóide - 7 → 5-hidroxi-3,4-diidro-4-fenilcumarina; Flavanona - 5 → 7-hidroxiflavanona

Conclusões

Não existem outros trabalhos que utilizam a técnica de CLAE no monitoramento da síntese de flavonóides. Neste trabalho ficou demonstrado que a técnica pode ser empregada para acompanhar a reação, uma vez que é possível monitorar e quantificar os produtos formados, sem necessidade de purificação dos mesmos. Além disso, a reação produziu a 7-hidroxi-2,3-diidro-4-fenilcumarina como produto principal e a 5-hidroxi-2,3-diidro-4-fenilcumarina como produto secundário. Em nenhuma das condições testadas a 7-hidroxiflavanona foi detectada em rendimentos superiores a 10%, como citado anteriormente na literatura^{1,2}.

Agradecimentos

Os autores agradecem à CAPES, CNPq e FAPESB pelos auxílios concedidos.

¹ Adityachaudhury, N; Kirtaniya, C. L.; Mukherjee, B. *Tetrahedron*. **1971**, 27, 2111

² Talapatra, B.; Deb, T.; Talapatra, S. *Indian Journal of Chemistry*. **1986**, 25B, 1122,