

Utilização de cromatografia por troca iônica com sílica gel impregnada por KOH para a separação de ácidos terpênicos.

Fabiano S. Vargas* (PG) e Valdir F. Veiga Jr (PQ).

Departamento de Química, Universidade Federal do Amazonas. CEP 69079-900, Manaus – AM.

*fabianosvargas@gmail.com

Palavras-Chave: Cromatografia de Troca Iônica, Sílica com KOH, Separação Ácido-base, Ácidos Terpênicos.

Introdução

Extratos brutos vegetais são misturas complexas constituídas quase sempre por diversas classes de produtos naturais, contendo diferentes grupos funcionais. O isolamento destas substâncias é um processo tedioso que envolve adsorventes caros e grandes quantidades de solventes.

Em escala de laboratório, a cromatografia de adsorção em sílica é a técnica mais utilizada para os fracionamentos dos extratos de baixa e média polaridade. Entretanto, substâncias anfifílicas presentes nos extratos, como ácidos graxos e triterpênicos, tendem a se espalhar nas frações e dificultar a obtenção de substâncias purificadas. O isolamento prévio dos ácidos carboxílicos seja para limpeza, desengraxamento ou para isolamento de um metabólito de interesse, é uma metodologia extremamente útil e que permite acelerar os procedimentos fitoquímicos posteriores.

A utilização de resinas de troca iônica pode ser uma excelente alternativa. Vários inconvenientes das extrações líquido-líquido e ácido-base podem ser minimizados usando-se a cromatografia de troca iônica, como, por exemplo, a formação de emulsões de difícil separação; a limitação no uso do solvente de extração; a extração de compostos não ácidos solúveis em água; o custo elevado e periculosidade potencial da manipulação de volumes elevados de solventes orgânicos; a baixa reprodutibilidade e as dificuldades de automatização^{1,2}.

Várias metodologias têm sido propostas com este fim, como a adaptação realizada por Pinto e colaboradores³ da metodologia originalmente desenvolvida por McCarthy e Duthie⁴, utilizando cromatografia "flash", com sílica impregnada em KOH, para a separação de hidrocarbonetos e álcoois sesquiterpênicos dos ácidos diterpênicos do óleo de copaíba (*Copaifera ssp.*) e de *Vellozia flavicans*. Barreto Júnior e colaboradores² (2005) compararam esta metodologia com a extração utilizando resina aniônica macroporosa para a obtenção de uma fração de ácidos do óleo de *Copaifera multijuga*, e do extrato metanólico de *Croton cajucara* (Sacaca), duas espécies muito usadas na medicina popular, não sendo observadas diferenças significativas nos produtos obtidos.

O presente trabalho propõe uma metodologia adaptada das supra-citados trabalhos de Pinto e Colaboradores que é mais rápida e utiliza menor quantidade de solventes.

Resultados e Discussão

No presente trabalho, aplicou-se a metodologia para isolamento da fração ácida de óleos copaíba de diferentes espécies e quantidades de ácidos terpênicos obtidos na Região Amazônica. Utilizou-se sílica para cromatografia 70-230 mesh, preparada com solução aquosa de KOH 10%. Para preparação, cada 100g de sílica foi homogeneizada com 100 mL de solução aquosa de KOH 10%. Após preparo, a sílica foi seca em estufa à 80^o C por 24h.

Uma alíquota (8 g) do óleo de copaíba foi submetida à coluna com SiO₂-KOH inicialmente eluída com diclorometano (1200 mL), seguido de metanol (600 mL). A fração metanólica foi então acidificada a diferentes valores de pH (8,0; 5,0 e 3,0) com solução aquosa de ácido clorídrico e extraída com diclorometano.

Conclusões

A metodologia de impregnação da sílica com KOH utilizada neste trabalho é mais simples que os métodos encontrados na literatura e aqui mencionados. Além de ser mais rápida e dispensar o uso de hexano, a eluição também utiliza menor quantidade de solventes. As frações obtidas utilizando um gradiente de pH permitem um pré-fracionamento dos ácidos. Isso permite não somente a obtenção de uma fração livre de ácidos, como também de misturas binárias e ternárias de ácidos terpênicos de elevado grau de pureza.

A quantidade utilizada em cada coluna cromatográfica também foi maximizada, sendo possível utilizar um volume até 8 vezes maior de amostra para uma mesma quantidade de solvente orgânico, obtendo-se assim um rendimento muito maior para cada coluna realizada.

Esta metodologia, de fácil execução, é promissora para o pré-fracionamento de extratos vegetais em laboratórios de fitoquímica, fornecendo compostos mais bem separados e em maior quantidade que as demais metodologias.

Agradecimentos

FAPEAM e CNPq

¹. Pinto, A. C. et al. *Quim. Nova* **1997**, *20*, 612.

². Barreto Júnior, A. G.; Biscaia Junior, E. C.; Veiga Jr, V. F.; Pinto, A. C.; Carvalhaes, S. F. *Quim. Nova*, **2005**, *28*, 719.

³. Pinto, A. C.; et al. *J. Braz. Chem. Soc.* **2000**, *11*, 355.

⁴. McCarthy, R. D.; Duthie, A. H.; *J. Lip. Res.* **1962**, *3*, 117.