

Uso da Cromatografia contracorrente no isolamento de produtos da redução de *p*-naftoquinonas

Tatiane S. C. Carvalho^{1*} (PG), Karina P. Del Rio¹ (PG), Paula F. Carneiro¹ (PG), Kelly C. G. de Moura¹ (PQ), Fernanda N. Costa¹ (PG), Maria do Carmo F. R. Pinto¹ (TC), Gilda G. Leitão¹ (PQ).

thathiane.carvalho@gmail.com

¹ - Núcleo de Pesquisa de Produtos Naturais, CCS, Universidade Federal do Rio de Janeiro, 21944-970, Rio de Janeiro - RJ.

Palavras Chave: *p*-naftoquinonas, cromatografia contracorrente.

Introdução

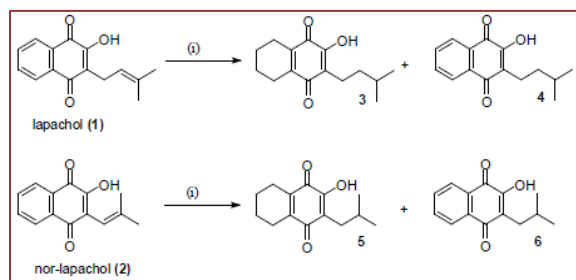
As atividades biológicas e farmacológicas dos derivados naftoquinônicos, assim como sua abundância na natureza dotam-nos de grande interesse no mundo científico¹. Reduções catalíticas de naftoquinonas em ácido acético têm sido usadas para produção de homólogos de benzoquinonas². Estudos mostraram que a redução da cadeia lateral e do anel quinônica do lapachol levaram ao aumento de 100% em sua atividade moluscicida, quando comparado ao lapachol. A busca de novos agentes com atividades biológicas motivou a utilização de outras naftoquinonas como matéria-prima.

Resultados e Discussão

O lapachol (1) foi obtido através da extração da madeira moída de *Tabebuia* sp. O nor-lapachol (2) foi obtido através do lapachol pela oxidação de Hooker³. Ambas as substâncias foram levadas ao hidrogenador, separadamente, a uma pressão de 45 psi com 10% de Pd/C a 10% em ácido acético glacial⁴. Cada reação levou a formação de dois produtos (3 e 4; 5 e 6 respectivamente), de polaridades muito próximas, constatados por cromatografia em camada fina; entretanto, não foi possível separá-los por cromatografia em coluna de gel de sílica. Recorreu-se então a cromatografia contracorrente (Quattro HTPrep), utilizando Hexano:AcOEt:MeOH:H₂O (4:1:4:1), como sistema de solvente. A fase móvel foi a aquosa (fase reversa), num fluxo de 2mL/min. Foram injetados 50mg de amostra dissolvidos em 5mL em uma coluna de 93 mL. Foram coletados 40 tubos, com 4 mL cada, com rotação, e mais 10 tubos sem rotação.

Este método possibilitou o isolamento das substâncias resultantes da redução catalítica de cada *p*-naftoquinona. Através da análise dos dados espectroscópicos verificou-se que um dos produtos era a naftoquinona com o anel não quinoidal e a cadeia lateral reduzidos, e o outro era a naftoquinona com apenas a cadeia lateral reduzida.

Esquema 1: Rota sintética utilizada na formação de quinonas reduzidas (3- 6)^{2,3}.



(i) H₂ (10% Pd/C), 45psi, AcOH;

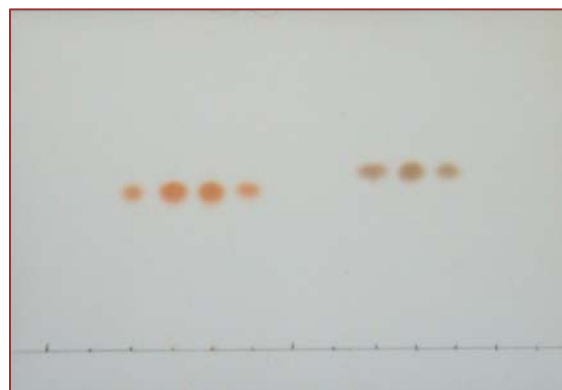


Figura 1: Cromatografia em camada delgada das frações da cromatografia contracorrente, eluídas em Hexano/ Acetato de etila (80:20).

Conclusões

A redução catalítica das *p*-naftoquinonas mostrou-se eficiente e só foi possível separar os seus produtos através de cromatografia contracorrente. O rendimento de cada subproduto varia com o tempo de reação, quanto maior o tempo de reação, maior a proporção da naftoquinona reduzida no anel não quinoidal e na cadeia lateral.

Agradecimentos

À FAPERJ pelas bolsas de pós-doc e IC e auxílio financeiro representado pelo PRONEX e ao CNPq pelas bolsas de doutorado, mestrado e auxílio financeiro •

¹ Camara, C. A. *et al Tetrahedron*. **2002**, 58, 6135-6140.

² Ferreira, V.F.; *et al An. Acad. Brás. Ci.* **1987**, 59, 329-333;

³ Hooker, S. C. *J. Chem. Soc.* **1893**, 63, 1376-1387.

⁴ Silva, T.M.S. *et al Bioorg. Med. Chem.* **2005**, 13, 193-196;