

CONCENTRADOS DE METABÓLITOS OBTIDOS DAS FOLHAS DA TECA (*TECTONA GRANDIS* (L.F)) PARA USO COMO CORANTE

Ronilson Freitas de Souza

Curso de licenciatura plena em Química – Universidade federal do Pará – UFPA./LabISisBIO_QF

Giselle Maria Skelding Pinheiro Guilhon

Pós Graduação em Química – Produtos Naturais; Universidade Federal do Pará – UFPA.

Osmar José Romeiro Aguiar

Agroindústria (CPATU) - Embrapa Amazônia Oriental.

Alberdan Silva Santos *

Pós Graduação em Química/Biotecnologia; Universidade Federal do Pará – UFPA./LabISisBIO_QF

**autor para correspondência: alberdan@ufpa.br*

RESUMO: Este trabalho descreve o uso potencial da espécie *Tectona grandis* L.F. para desenvolvimento de tecnologia a partir do aproveitamento de seus metabólitos para a produção de corante natural para serem utilizadas na indústria de tintas e nas artes plásticas. Estudos químicos anteriores, realizados nesta espécie, mostraram a presença de substâncias pertencentes à classe das antraquinonas, à qual são atribuídas propriedades antifúngicas e repelentes a ataques de inseto, sendo por isso responsável pela durabilidade da madeira quando exposta ao tempo. Neste trabalho, foram utilizadas 93g da folha seca para uma extração a frio com éter etílico, o concentrado obtido foi submetido à análise espectrofotométrica UV- Visível e a análises fitoquímicas; também aplicadas análises de RMNH, RMNC13, DEPT e HETCOR. Obteve-se um concentrado com rendimento de 19,75 %m/m. Este conjunto de substâncias apresentou um comprimento de onda médio de 237nm. A investigação nesse extrato apresentou concentrados de substâncias com potencial como fonte de metabólitos cromoindicador vegetal. Estão sendo realizados estudos, EMBRAPA AMAZÔNIA ORIENTAL em parceria com o PQ/UFPA, no desenvolvimento de métodos elucidação estrutural destes princípio ativos, que além de fonte de corante natural, serão submetidas a ensaio biológico tais como: fungitóxico, bactericida, alelopáticos, inibidor de protease e antitumorais.

PALAVRA-CHAVE: Tectona Grandis, Potencial corante, Fonte de metabólitos.

INTRODUÇÃO:

Tectona grandis (L.f)-fig 01, pertencente à família botânica Verbenácea, conhecida popularmente como teca, e, nativa das florestas tropicais do subcontinente Indico e Sudeste asiático (ANGELI, 2003). E o seu cultivo vem crescendo bastante na Amazônia como espécie de plantios racionais de reflorestamento. E ao longo dos anos, estudos químicos da espécie *Tectona grandis*, registraram a presença de uma variedade de substâncias: 1-hidroxi-2-metilantraquinona, tectoquinona, tectol,5-hidroxilalapachol, lapachol, dihidro- α -lapachona, 2-metilquinizarina, pachibasina, β -sitosterol, obtusifolina, esqualato, ácido betulinico, tectograndone (RAMESH,1979;SINGH,JAIN & BHARGARA,1989;AGUINALDO, E AL,1993;GUPA & SINGH,2004).Estudos realizados recentemente (MOREIRA,R.Y.O:2004) confirmaram a presença da maioria dessas substâncias no caule dessa espécie. No entanto, com a necessidade de se ter fontes de corante natural que possam futuramente substituir os corantes sintéticos, procurou-se estudar as folhas novas da Teca, visto que, essa apresenta substâncias com alta variedades e diversidades de tonalidade. Assim, objetiva-se o desenvolvimento tecnológico de uma nova fonte corante natural para tintas no uso industrial e, principalmente, em artes plásticas.



Figura 01: Embrapa Amazônia Oriental

2-MATERIAL E METODOS:

2.1-INSTRUMENTOS E REAGENTES:

- Espectrômetro de ressonância magnética nuclear- VARIAN modelo MERCURY-300 (300MHz).
- Evaporador rotativo QUIMIS
- Câmara de análise de fluorescência por luz ultravioleta-SPECTROLINE modelo CM-10, com o apoio de luz tipo SPECTROLINE modelo ENF-260C.
- Balança analítica-SARTORIUS modelo BP210S.
- Solventes utilizados no desenvolvimento do trabalho-destilados e/ou PA (SYNTH e NUCLEAR).

2.2 COLETA E IDENTIFICAÇÃO DO MATERIAL BOTÂNICO:

A coleta do material botânico foi feita na área da Embrapa/PA na cidade de Belém do Pará, pelo responsável da plantação, Dr. Osmar José Romeiro de Aguiar.

2.3 OBTENÇÃO DO EXTRATO BRUTO DAS PARTES AÉREAS DA *TECTONA GRANDIS*

As partes aéreas da *Tectona grandis* “*in natura*” foram cortadas manualmente obtendo-se 491,86g de material botânico e após secas em estufa de circulação de ar forçada, obtendo-se 92,02g de massa seca. A partir deste material, foi preparado o extrato hidroalcoólico, através de percolação por 48 horas a temperatura ambiente. Foi feito duas extrações obtendo-se 18,09 g de extrato bruto.

2.3 FRACIONAMENTO DO EXTRATO BRUTO:

O extrato etílico foi submetido a uma Coluna Cromatográfica Por Via Úmida (CCVU)-Fig 02, utilizando-se sílica gel retificada como fase estacionária, submetendo-a aos seguintes sistemas de eluição de 200 mL cada (Tab 01). Após análise espectral de RMN de ^1H foram selecionadas as frações 2F, 3F e 4F, pois até então, estas se mostraram bastantes promissoras para serem refracionadas, visto que mostraram sinais referentes a hidrogênios aromáticos. Assim, a fração 2F (20mg) foi recristalizada com hexano, obtendo-se assim duas frações que após análise espectral de RMN ^1H evidenciou a presença de graxas.

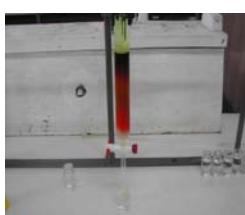


Figura 02:CCVU

Tabela01: Sistemas de eluição que foi submetido o extrato bruto da *Tectona grandis*

Sistema de Eluentes	Frações Obtidas
Hexano 100 %	1F
Hexano/acetato de etila 2,5%	2F
Hexano/acetato de etila 5%	3F
Hexano/acetato de etila 7,5 %	4F
Hexano/acetato de etila 10 %	5F
Hexano/acetato de etila 12,5%,	6F
Hexano/acetato de etila 20%,	7F
Hexano/acetato de etila 50%	8F
Acetato de etila 100%	9F

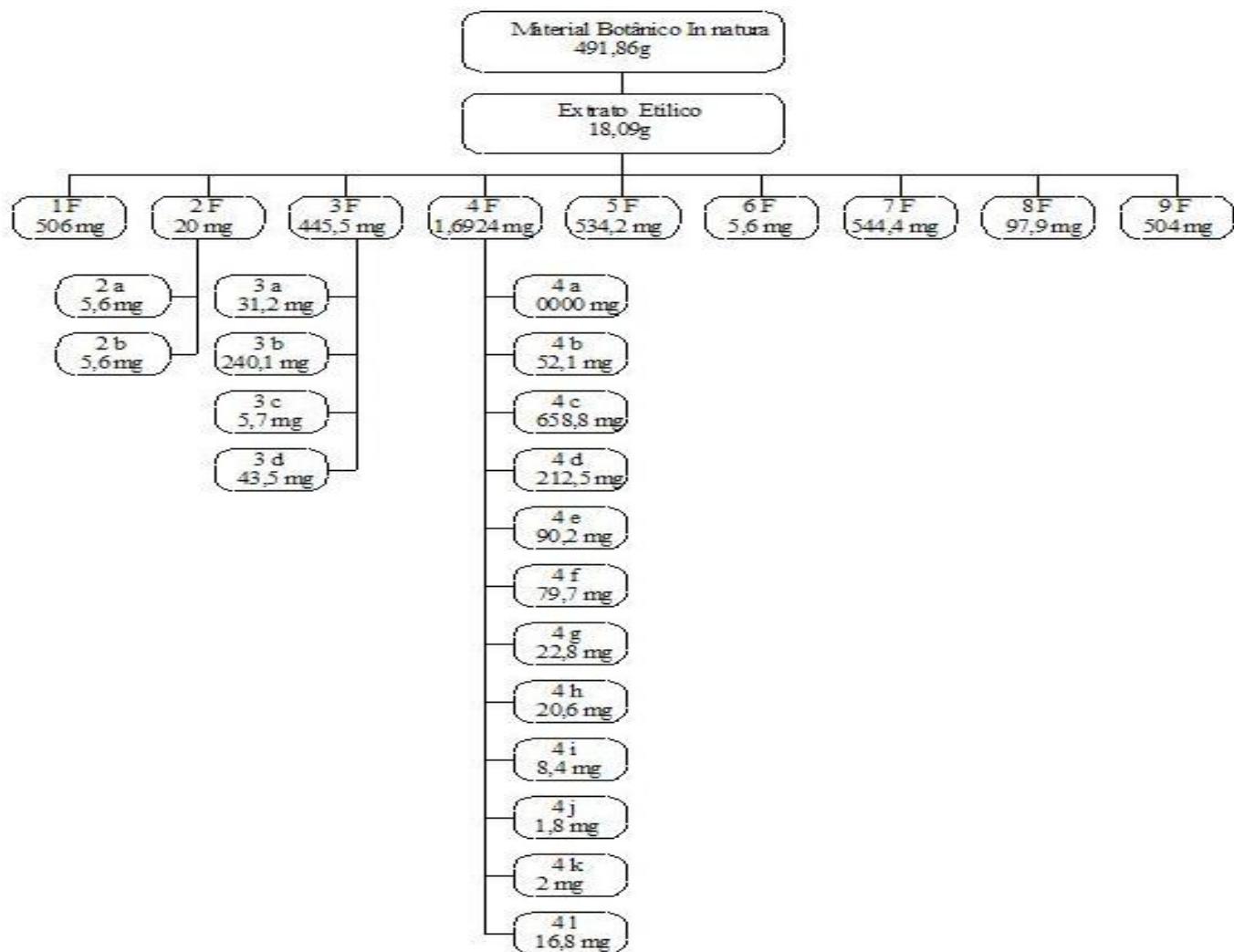
As placas cromatográficas foram preparadas com camadas de 0,25 mm de gel de sílica, eluídas em hexano/ AcOEt e AcOEt/MetOH e adição de uma gota de acetato etílico, havendo mudança de cor imediatamente, variando concentrações a medida que houve-se separação de cores. Os cromatogramas foram observados no visível antes e após as placas serem borrifadas com solução de sulfato cérico seguido de aquecimento.

A fração 3F(445.5mg) foi refracionada em coluna de sílica gel nos sistemas, também de 200 ml cada: 1 - hexano/AcOEt 2.5%; 2 - hexano/AcOEt 7,5%,3 - hexano/AcOEt12,5%, 4 - hexano/AcOEt 15%, 5 - hexano/AcOEt 20%,6 - hexano/AcOEt 30%,7 - hexano/AcOEt 50%,8 - AcOEt 100%.Após isto, através de cromatografia em camada delgada (CCDC), as amostras foram reunidas, assim denominadas de 3a, 3b, 3c e 3d.E, novamente, após análise espectral de RMN ¹H, visto que evidenciava a presença de sinais aromáticos, sendo que a amostra 3c não evidenciou.

Novamente foi feito o refracionamento da fração 4F (1, 6924g) em coluna de sílica gel nos sistemas também de 200 mL cada: 1 - hexano/AcOEt 100%, 2 - hexano/AcOEt 5%, 3 - hexano/AcOEt 7,5%, 4 - hexano/AcOEt 10%, 5 - hexano/AcOEt 12,5%,6 - hexano/AcOEt 20%, 7 - hexano/AcOEt 50%, 8 - hexano/AcOEt 80%, 9 - AcOEt 100%, 10 – AcOEt/MeTOH 5%, 11 - AcOEt/MeTOH 10% e 12 - MeTOH – 100%. Através de cromatografia em camada delgada comparativa (CCDC), a amostra 4c mostrou-se mais promissora de sinais referentes ao lapachol, mas não sendo ainda comprovado, pois esta se apresentou mais purificadas em relação às demais. O refracionamento da fração 4c obteve-se 16 frações e, através de cromatografia em camada delgada comparativa (CCDC), as amostras foram reunidas e feitas análises de RMN ¹H, onde ainda mostravam-se ainda em estado de mistura.

Todos os procedimentos descritos sobre o fracionamento do extrato bruto e os refracionamentos estão descritos no fluxograma da figura 03, abaixo.

Figura 03: Fluxograma do fracionamento do extrato hidroalcoólico das folhas de Teca



RESULTADOS E DISCUSSAO:

Utilizando a extração á frio com éter etílico, partindo de 93,0g das folhas secas, obteve-se 18,36g de extrato (rendimento de 19,75% m/m), apresentando maior absorvância em 237 nm na região do visível. O refracionamento foi feito com 3F e 4F, com sistema hidroalcoólico, pois apresentam coloração intensa e foi observado o espectro destas frações observou-se sinais de hidrogênios aromáticos. A 3F gerou 4 frações com colorações distintas, porém, selecionou-se as frações 4C e 4D com massas de 658,8mg e 212,5mg respectivamente, que embora apresentam coloração similar, apresentam espectros de ^1H e ^{13}C diferentes. Nas literaturas consultadas apontam para uma substancia bastante conhecida o lapachol, mas comparando com um padrão no HPLC, dos concentrados obtidos, não verificou a presença dessa substância. Estes concentrados apresentam potencial como fonte de metabólitos cromo indicador vegetal.

Com a extração á frio, onde partiu de uma massa seca de 93g, obtendo um concentrado com 18,36g, atingindo um rendimento de 19,75% m/m, nesse extrato foi submetido a analise espectral na região do ultravioleta-Visivel, apresentando um comprimento de onda máximo de 237 nm.

CONCLUSÃO:

O método de extração de folhas de Teca com solução de éter etílico descrito neste trabalho conduziu a melhor extração, quando comparado à extração com água, álcool, hexano e éter terbutílico à temperatura ambiente. O estudo do extrato hidroalcoólico da espécie *Tectona grandis* (*L.F.*), levou ao isolamento de 6 concentrados com um grande potencial corante, com solubilidade maior a solventes polares, e apresenta estabilidade a luz visível; e nesses concentrados não encontrou traços da Tectograndone e de lapachol, pigmentos comuns nessa espécie. Estão sendo realizados estudos EMBRAPA AMAZÔNIA ORIENTAL em parceria com o FQ/UFPA, no desenvolvimento de método de isolamento e elucidação estrutural destes princípio ativos, que além de fonte de corante natural, serão submetidas a ensaio biológico tais como: fungitóxico, bactericida, alelopáticos, inibidor de protease e antitumorais.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRAFICAS:

- 1-AGUINALDO,A.M;O CAMPO,O.P.M.;BOWDEN,B.F.;GRAY,A.I. & WATERMAN,P.G.; Tectograndone,an anthraquinome-naphthoquinome pigment from the leaves of *Tectona grandis*,*Phytochemistry*,33,(4),933-935,1993.
- 2-ANGELI,A.Instituto de Pesquisas e Estudos Florestais-internet(2003).disponivel em:<http://www.ipet.br/identificação/tectona grandis.html>.acessoem 02 de junho de 2005.
- 3-GUPTA,K.P. & SINGH,P.A. Naphthoquinone Derivative from *Tectona grandis*(LINN.),*Journal of Asian Natural Products Research*, September 2004,vol.6 (3),pp 237-240.
- 4-MOREIRA,R.Y.O.Antraquinonas e naftoquinonas do Caule de um Espécime de Reflorestamento de *Tectona grandis*(Verbenaceae). Estado do Pará, 2004,47 pág. TCC (Produtos naturais), Centro de Ciências Exatas e Naturais, Universidade Federal do Pará.
- 5-RAMESHWAR, J. & SESHADRI,T.R.J.*Indian chem.soc.*56,940-941,1979
- 6- SINGH,P.;JAIN,S. & BHARGARA,S.;A 1,4-anthraquinone,derivativefrom *Tectona grandis*,*Phytochemistry*,28,(4),1258-1259,1989.
- 7- ITOKAWA, I.; QIAO, Y. & TAKEYA, K.; Anthraquinones, naphthoquinones and naphthohydroquinones from *Rubia oncotrichia*, **Phytochemistry**, 30, (2), 637-640, 1991.
- 8-Khan, R. M. & Mlungwana, S. M.; 5-Hydroxylapachol: a cytotoxic agent from *Tectona grandis*, **Phytochemistry**, 50, 439-442, 1999.
- 9-RAO, E. V.; SRIDHAR, P; KUMAR ,J. R. & LAKSHMI, T. V.Anthraquinones and arnidiol from *Barleria longiflora* Linn F. **Indian J. Pharm. Sciences.**, 61 (5), 282-286, 1999.
- 10-RUDMAN, P. & DA COSTA, E. W. B. Relationship of tectoquinone to durability in *Tectona grandis*, **Nature**, 181, 721-722, 1958.