

Estudos de Otimização da Síntese de Sais de Flavílio

Giovana A. Ferrari (IC), Tássia de S. Costa (IC), Vânia M. T. Carneiro (PQ)*

*vania.carneiro@ufv.br

Departamento de Química, Universidade Federal de Viçosa, Avenida P.H. Rolfs, 36570-900 Viçosa, MG, Brasil

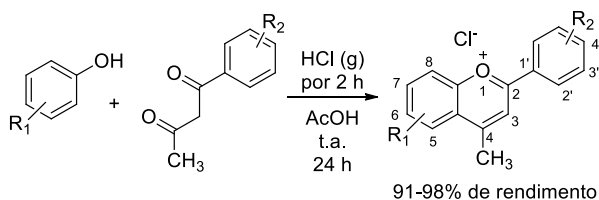
Palavras Chave: flavílios, síntese, antocianinas.

Abstract

Optimization studies for the flavylum salts synthesis. This work deals with a brief study of optimization of flavylum salts synthesis by HCl-catalysed condensation reaction.

Introdução

A promissora utilização das antocianinas como corantes industriais tem sido limitada pela sua baixa estabilidade. Assim, vários derivados simplificados das antocianinas, denominados sais de flavílio, têm sido sintetizados para serem empregados em estudos para a determinação de suas propriedades químicas.¹⁻² Durante a síntese de flavílios à partir de reações de condensação, observamos que os flavílios que não possuem substituinte metila na posição C4 apresentam rendimentos inferiores àqueles obtidos na preparação dos sais de 4-metilflavílio (Esquema 1). Desta forma, este trabalho tem como objetivo otimizar as condições reacionais para a preparação de flavílios sem substituintes em C4, empregando reação de condensação catalisada por cloreto de hidrogênio (HCl).

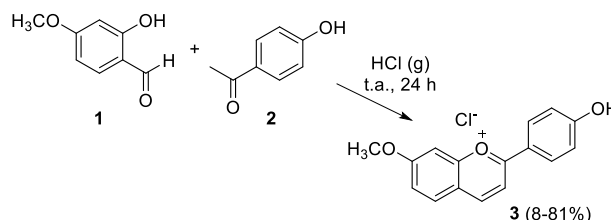


Esquema 1. Síntese dos sais de 4-metilflavílio

Resultados e Discussão

Para os estudos de otimização da síntese de sais de flavílio sem substituintes em C4 foi escolhida a reação de condensação entre o 2-hidroxi-4-metoxibenzaldeído (1) e a 1-(4-hidroxifenil)etanonona (2) para fornecer o 7-metoxi-4'-hidroxi-flavílio (3) (Tabela 1). Em todas as condições reacionais avaliadas o catalisador ácido foi preparado pela reação entre ácido sulfúrico e cloreto de sódio em um recipiente à parte e borbulhado na mistura reacional, sendo esta mantida em repouso por 24 h. Ao final das reações, o produto foi precipitado pela adição de tetrahidrofurano, exceto no caso da reação em acetato de etila (AcOEt) onde ocorreu precipitação espontânea do flavílio 3.

Tabela 1. Otimização das condições reacionais para a obtenção do cloreto de flavílio 3.



Entrada	Solvente ^a	Borbulhamento de HCl (g)	Rendimento (%) ^b
1	AcOH	2 horas	44%
2	AcOH	4 horas	58%
3	AcOH/Ac ₂ O 9:1	2 horas	51%
4	AcOH/Ac ₂ O 9:1	4 horas	66%
5	AcOH/Ac ₂ O 1:1	2 horas	18%
6	AcOH/Ac ₂ O 1:1	4 horas	8%
7	AcOEt	2 horas	81%

^aAcOH = ácido acético glacial, Ac₂O = anidrido acético e AcOEt = acetato de etila. ^bCondições: 1 mmol de 1 e 2, 5 mL de solvente.

De acordo com os resultados da Tabela 1, podemos observar que um maior tempo de borbulhamento de HCl (g) levou, em geral, a um aumento do rendimento do produto. O mesmo efeito positivo foi verificado pela adição de 10% de Ac₂O ao AcOH, provavelmente devido ao deslocamento do equilíbrio da reação de condensação promovido pela reação entre Ac₂O e a água formada no meio. Contudo, excesso de anidrido causou uma redução significativa do rendimento da reação. Finalmente, a última condição avaliada empregou AcOEt como solvente, tendo esta fornecido o maior rendimento reacional, mesmo com um menor tempo de borbulhamento do catalisador ácido.

Conclusões

Foram avaliadas sete condições reacionais para a obtenção do sal de flavílio 3. Até o momento, o melhor rendimento do produto foi obtido em AcOEt.

Agradecimentos

Ao CNPq e ao Laboratório de Síntese de Agroquímicos (LASA) da UFV.

¹ Brouillard, R. In *Anthocyanins as Food Colors*; Markakis, P., Ed.; Academic Press: New York, 1982.

² Quina, F. H.; Moreira Jr., P. F.; Vautier-Giongo, C.; Rettori, D.; Rodrigues, R.; Freitas, A. A.; Silva, P. F.; Maçanita, A. L. *Pure Appl. Chem.* **2009**, *81*, 1687.