SÍNTESE DE β-CICLODEXTRINA POLIMERIZÁVEL

Rafael Minski Savanhago[1], Marcia Margarete Meier[2].

[1] Acadêmico do Curso de Licenciatura em Química – CCT – bolsista PROBIC/UDESC
[2] Departamento de Química – CCT, Programa de Pós-Graduação em Químicamarcia.meier@udesc.br

Palavras-chave: Ciclodextrina, monômeros, polímeros metacrílicos.

A β-ciclodextrina (β-CD) é constituída por 7 unidades de glicose ligadas entre si por ligações α-1,4, formando uma estrutura macrocíclica representada na figura 1. A cavidade da β-CD possui um diâmetro de 6,0 a 6,5 angstrons e uma altura de 7,9 angstrons. Este arranjo resulta em uma superfície externa hidrofílica e uma cavidade hidrofóbica, possibilitando a formação complexos de inclusão com moléculas hospedeiras hidrofóbicas que se alojam em sua cavidade. A β-CD tem diversas aplicações devido no carreamento de princípios ativos hidrofóbicos. Com o objetivo de aplicá-la no carreamento de princípios ativos em sistemas poliméricos metacrílicos se faz necessário torná-la polimerizável com os demais monômeros, gerando copolímeros. Para isso o objetivo do presente trabalho é modificar a estrutura da β-CD inserindo grupos metacrílicos em sua estrutura, a fim de torná-la um monômero polimerizável.

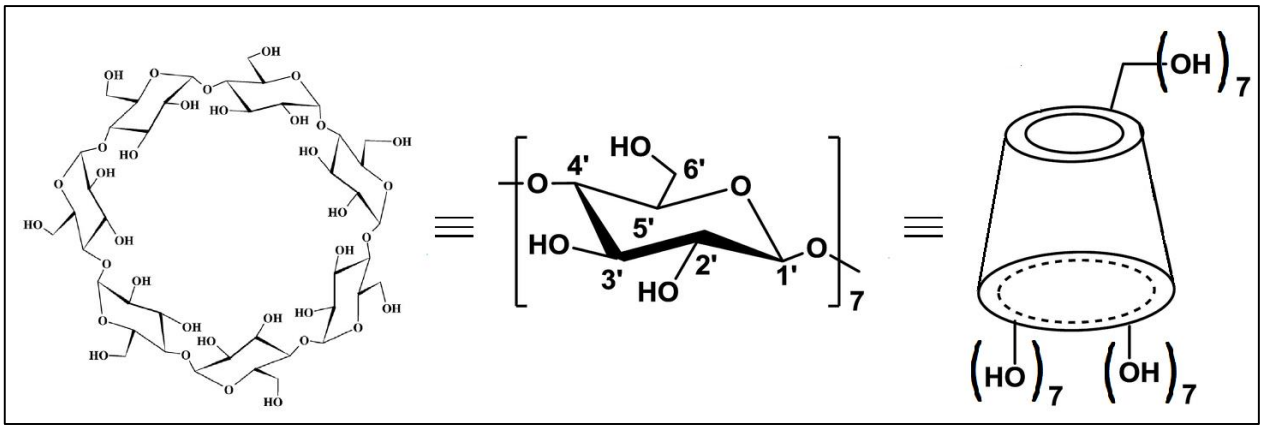

Fig. 1 *Representação da estrutura da β-ciclodextrina.*

Para isso explorou-se três metodologias de síntese, sendo elas uma condensação, uma acetilação e uma reação com abertura de anel epóxi. Para a primeira proposta de modificação pretendia-se funcionalizar a β-CD através da reação de condensação com produto de hidrolise do 3-trimethoxysilylpropyl 2-methylprop-2-enoate (γ-MPTS), portanto hidrolisou-se o mesmo em solução etanol/água (1:1 v/v) além de uma quantidade catalítica de ácido acético, em agitação magnética por 4 horas. Então adicionou-se β-CD de modo que a proporção estequiométrica fosse de 1:7,5 (β-CD/γ-MPTS), a mistura foi aquecida a 40ºC por 4 horas e por fim rotaevaporada. Através de análises de ressonância magnética nuclear RMN^{1}H e testes de solubilidade, não se obteve evidências de que a reação tenha acontecido.

A segunda reação, com abertura do anel epóxi foi adaptada da reação da β-CD com o oxido de etileno (PITHA, 1987 A uma solução de β-CD e Hidróxido de sódio (NaOH) adicionou-se, em banho de gelo e agitação, gota a gota, glicidil metacrilato (GMA) por cerca de 2 horas, em seguida a solução permaneceu em agitação por 19 h. Realizou-se extração com ciclohexano afim de retirar o GMA que não reagiu. As evidências da funcionalização deram-se pelo seu comportamento quando as fases separadas foram expostas a luz UV, a estrutura do possível produto está representada na figura 2 a.

A terceira proposta é a de acetilação, adaptando a reação da β-CD com o anidrido acético (GRACHEV, 2011). Então repetiu-se o procedimento proposto utilizando o anidrido metacrílico, adicionando hidrogeno carbonato de sódio e o anidrido a uma solução de β-CD em dimetilformamida (DMF) anidra, permanecendo em agitação por 5 h a 70ºC, em atmosfera de argônio. Na sequência, a mistura permaneceu sob agitação a temperatura ambiente por 24 h e então filtrada. Realizou-se extração com éter etílico e filtrou-se novamente obtendo o produto cuja possível estrutura está representada na figura 2 b. Devido a elevada polaridade de β-CD não é possível aplicar técnicas de separação por coluna de cromatografia em sílica. Em função disso, o método de separação da mistura ainda está em desenvolvimento.

Propõem-se que a absorção de luz ultravioleta pela amostra de BCD modificada deve-se a presença, dos grupos vinílicos. No entanto ainda é necessário realizar e analisar espectros de RMN de ^{1}H e de FTIR.

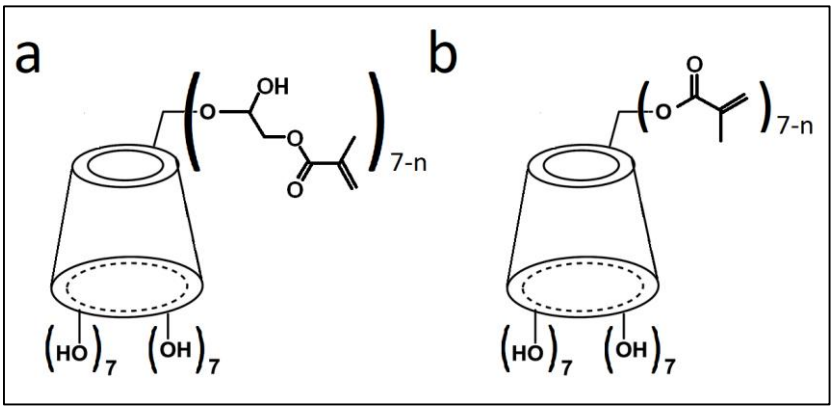

Fig. 2 *Representações das modificações na estrutura da β-CD em: a. Reação com GMA b. Reação com anidrido metacrílico.*

MEIER, M. M. Estudo dos complexos de inclusão entre beta e gama-ciclodextrina com os ácidos graxos cáprico e caprílico. Dissertação de Mestrado UFSC, Florianópolis. 2000.
PITHA, J; SZABO, L; FALES, H, M. reaction of cyclodextrins with propylene oxide or with glycidol: analysis of product distribution. Carbohydrate Research, 168 (1987) 191-198.
GRACHEV, M. K.; EDUNOV, A. V.; KUROCHKINA G. I. POPKOV, A. V. LEVINA, I. I. NIFANT'EV E. E. Acetylation of α- and β-Cyclodextrines. Russian Journal of Organic Chemistry, Vol. 47 pp. 284-289. 2011.