

PROPOSTA DE EXPERIMENTAÇÃO: EXTRAÇÃO E ANÁLISE QUALITATIVA DE LAPACHOL.

Levy R. S. Bispo^{1,2}, Andrei M. S. P. Silva^{2,3}, Jorge F. S. de Menezes^{1,2,3,4}

¹Universidade Federal do Recôncavo da Bahia UFRB, Centro de Formação de professores CFP, Amargosa, Brasília

²Programa de Pós-graduação em Química-Departamento de Ciências Exatas e Tecnológicas UESC, Ilhéus, Brasil;

³INCITE-Nanotecnologia, Universidade Estadual de Feira de Santana UEFS Feira de Santana, Brasil;

⁴INCT-Energia e Meio Ambiente, Universidade Federal da Bahia UFBA, Salvador, Brasil.

Palavras-Chave: Extração ácido-base, cromatografia, experimentação

1.Introdução

1.1. Importância da experimentação no ensino superior de Química

Nos cursos de química, as atividades experimentais desempenham um papel importante no processo de formação do aluno, haja vista que é através delas que a correlação entre o que é visto no experimento e o que é estudado em sala acontece, permitindo que o processo de mediação didática possa ser pautado no diálogo entre aluno-aluno e aluno-professor, o que propicia a construção de conhecimentos e amplia a visão do alunado para além da teoria (Amauro, Souza e Mori, 2018). Dessa forma, as propostas de experimentação agem como ferramentas pedagógicas que tem a possibilidade de corroborar para uma articulação eficiente entre a teoria e a prática, permitindo que os estudantes dos cursos de graduação consigam superar suas impressões sensoriais, que podem se constituir como obstáculos para a compreensão de aspectos sub microscópicos da química. (Amauro, Souza e Mori, 2018)

Através desses recursos pedagógicos experimentais o professor tem possíveis cenários para trabalhar conteúdos específicos da química que podem estar contextualizados a temas de interesse e assim promover o diálogo entre diferentes áreas de conhecimento.

1.2. Lapachol

O lapachol (1,4-naftoquinona) nesse contexto é um objeto de estudo ideal tendo em vista que ele compõe o grupo de substâncias denominadas de naftoquinonas que pode ser obtido de uma fonte natural, tendo sido isolado pela primeira vez em 1858 (Arnaudon, 1858) e estando presente no durame das arvores de ipê pertencentes a família Bignoniaceae. Essa família de arvores faz parte da vegetação nativa da encosta atlântica brasileira ocorrendo naturalmente do maranhão até o rio grande do sul. No Brasil ele é encontrado em grandes quantidades na espécie *Tabebuia impetiginosa* (ipê-roxo, ipê-rosa, lapacho-rosado, lapacho), facilmente encontradas nas regiões norte e nordeste. (Pinto, 2024)

A madeira dessas espécies possui elevado valor comercial devido ao fato de ser resistente e durável mesmo quando exposta a condições que favorecem o apodrecimento, além de possuir fins de aplicação medicinal e farmacológica. O lapachol ganhou espaço nesse campo quando foi descoberto através de estudos do CCNSC (*Cancer Chemotherapy National Service Center*) que possui atividade altamente significativa contra o carcinossarcoma Walker-256 (Rao, 1968) e desde então vem sendo explorado como um princípio ativo com potencial

atividade biológica já tendo sido empregado no estudo de propriedades ansiolíticas quando combinado a complexos de lantanídeos (De Menezes, 2024). A presença desse material na madeira do ipê é abundante o suficiente para ser vista a olho nu nas tabuas de madeira na forma de traços amarelados conforme podem ser visualizados na figura 1:



Figura 1: tábuas de ipê-roxo.

Pensando nisso, no presente trabalho, buscou-se explorar a extração do lapachol a partir da serragem de ipê roxo, utilizando de conceitos e recursos químicos, laboratoriais e tecnológicos básicos de baixo custo para obter e identificar um produto de interesse de uma matéria-prima que seria inicialmente destinada ao descarte. A aplicação dessa proposta experimental tem a principal finalidade de abordar princípios de extração simples que explorem as características químicas do produto de interesse além de contextualizar a importância comercial desse produto através de suas propriedades.

2. Material e Métodos

2.1 Reagentes

Carbonato de Sódio (Labsynth, PA), ácido clorídrico (HCl, Merck, 37%), hexano (Labsynth, PA), acetato de etila (Sigma-Aldrich, 99,5%), foram utilizados sem purificação prévia, a serragem de ipê-roxo e as tábuas de madeira foram recolhidas de uma serralheria local que realiza o descarte do material após o processamento da madeira.

2.2 Equipamentos e utensílios

Para a realização dos procedimentos que envolvem a extração e análise do material de interesse foram utilizadas cromatofolhas (TLC Sílica gel 60G F254 (Merck®) 10x20cm 0,20mm 20), uma Bomba de vácuo, agitador magnético, Ponto de fusão Ponto de fusão PF 1000 GEHAKA, Papel de filtro quantitativo (faixa preta e faixa azul), um notebook ou cabo OTG (*On to Go*), e um microscópio digital USB 1600X.

2.3 Vidrarias

As vidrarias utilizadas seguem na tabela 1 abaixo:

Tabela 1: vidrarias utilizadas para realização do procedimento

Vidraria	Volume/Dimensões	Quantidade
Béquer	2000ml	1
Béquer	1000ml	1
Kitassato	1000ml	1
Funil de büchner	250ml	1
Placa de petri (opcional)	60x15 mm	1
Bastão de vidro	-	1

2.4 Parte experimental: aula 1, início da extração ácido-base.

A extração é realizada seguindo a metodologia proposta por Ferreira (1996) com adaptações laboratoriais, inicialmente prepara-se uma solução de 1 litro com 1% de carbonato de sódio em um béquer de 2000ml e a ele adiciona-se aproximadamente 150g de serragem de ipê-roxo, em seguida com o auxílio de um bastão de vidro a solução é moderadamente agitada por 45min. Após isso obtém-se uma solução de coloração avermelhada escura que é filtrada a vácuo mais de uma vez até que se consiga extrair o máximo de líquido possível. Sequencialmente o filtrado é transferido para um béquer de 1000ml que posteriormente é colocado sob agitação magnética e a ele adiciona-se gradualmente HCl até que a coloração mude de vermelho para amarelo indicando a formação do lapachol. Posteriormente filtra-se a solução a vácuo e seca-se o sólido obtido em uma estufa a 60°C por aproximadamente 30min. O sólido obtido de coloração amarelada levemente escura deve ser reservado para a próxima aula.

2.5 Parte experimental: aula 2, recristalização e análise do material.

O material reservado da aula anterior é então solubilizado em acetato de etila e filtrado novamente em um papel de filtro faixa preta e em seguida recristaliza-se o mesmo em acetato de etila em uma placa de petri. Com o resultado da recristalização é possível obter o ponto de fusão do sólido e realizar a cromatografia em camada delgada (CCD) em que dissolve-se uma porção do sólido em acetato de etila e com o auxílio de um capilar adiciona-se 3 marcações em uma cromatofolha cortada com estilete nas dimensões de 3 x 8cm, em sequência coloca-se a placa em uma cuba previamente saturada com uma mistura de acetato de etila/hexano (3:7) e calcula-se o fator de retenção após a eluição. De modo a tornar a aula mais imersiva, o aspecto visual dos cristais pode ser observado utilizando um microscópio USB, com ele deve ser possível visualizar a formação do lapachol em cristais no formato de agulha. O esquema final simplificado da extração é descrito na figura 2 abaixo:

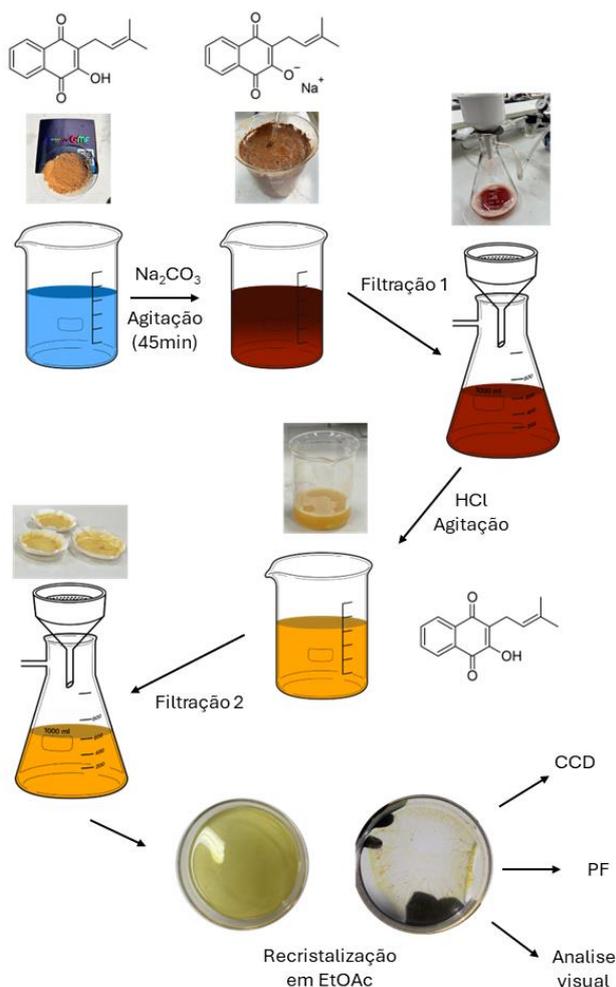


Figura 2: Esquema de síntese ilustrado.

3. Resultados e Discussão

Com o procedimento de extração do lapachol realizado na aula 1 é possível trabalhar os conceitos de ácido-base através do estudo estrutural da molécula de interesse, essa discussão pode ser realizada durante o início da extração que não envolve procedimentos muito dinâmicos, esse aspecto é essencial pois permite o estudante compreender por que que o processo funciona com base nas propriedades da molécula. O lapachol possui caráter levemente ácido determinado nos trabalhos de Ossowski (2008) e na forma ácida é insolúvel em água, em contrapartida a sua base conjugada (conforme mostra o esquema da figura 2) apresenta grande solubilidade em água.

A desprotonação com a adição do carbonato de sódio é a responsável pela coloração vermelha inicial da solução pois permite que o lapachol presente na serragem vá para solução na fase aquosa, após filtrado, a adição do HCl faz o processo inverso, o que justifica a alteração da cor da solução de vermelho para o amarelo que é a cor do sólido, as mudanças de cor durante os processos podem ser trabalhadas na química geral experimental como um indicativo da ocorrência de uma reação química, além de ser possível desenvolver conceitos de equilíbrio químico durante o processo reacional. Os conceitos práticos laboratoriais também podem ser

explorados na medida em que o experimento é realizado, nesse sentido, a utilização de um método de separação de misturas como esse que empregue propriedades químicas e físicas do produto de interesse se torna uma ferramenta de associação teórico/prática bastante eficaz.

Na aula 2, são realizados procedimentos simples de caracterização do material que podem ser feitos utilizando métodos clássicos que são amplamente abordados durante as aulas de química geral 1 e 2 tanto teóricas quando experimentais sendo eles o ponto de fusão e a CCD, permitindo a associação interdisciplinar de conteúdos. O ponto de fusão (PF) obtido através dessa metodologia foi de 139-140 °C estando de acordo com o descrito na literatura por Araújo (2002) e o fator de retenção calculado para a fase eluente utilizada foi de 0,53, na figura 3 é possível observar a cromatofolha após o procedimento.



Figura 3: CCD do lapachol em sistema eluente de acetato de etila/n-hexano (3:7)

A recristalização do lapachol em acetato de etila reduz o tempo necessário para a formação dos cristais e a utilização do microscópio na análise dos cristais formados se mostra como um recurso tecnológico que foi utilizado com a finalidade de tornar a prática mais visual e interessante ao aluno, através dele foram possíveis obter imagens do material sólido após a recristalização que encontram-se descritas a seguir na figura 4.

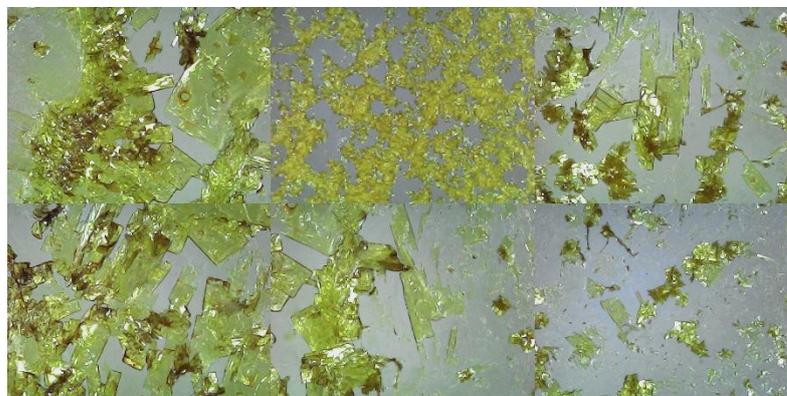


Figura 4: Imagens do lapachol tiradas pelo microscópio digital USB.

Nas imagens nota-se o crescimento dos cristais em formato de agulha além da coloração dos mesmos, ambos os aspectos são indícios qualitativos visuais interessantes de serem apresentados ao aluno, pois condizem com as propriedades da molécula que devem ser

apresentadas na aula 1, além de dinamizar a aula e empregar um recurso tecnológico de fácil acesso.

Ainda pode ser feito o cálculo de rendimento, no entanto por se tratar de uma matéria prima obtida de métodos alternativos, o rendimento pode ser abaixo do esperado na literatura, (1% a 7% de lapachol por massa de madeira de ipê dependendo da espécie e de outros fatores (Burnett, 1967)) uma vez que não se tem garantia que a serragem é puramente de ipê-roxo, uma alternativa seria trazer esse questionamento como uma proposta de questão a ser respondida em sala de aula ou no relatório.

4. Conclusões

Com base na metodologia apresentada até então e em resultados obtidos a partir de uma simulação prévia de aula, é possível concluir que a extração do lapachol é uma proposta de aula prática que serve como um recurso pedagógico multidisciplinar para o ensino superior de química experimental, podendo ser aplicado tanto em práticas experimentais da química geral experimental 1 como na química geral experimental 2 e na orgânica experimental, isso acontece devido ao número de conteúdos que tem a possibilidade de serem abordados durante o procedimento de extração e da interdisciplinaridade, além de se tratar de um produto natural extraído de uma árvore comum na região nordeste e apreciada por sua beleza e que possui uma série de aplicabilidades medicinais, podendo ser exploradas tanto pelo professor durante a contextualização do conteúdo quanto pelo aluno durante a escrita do relatório.

5. Agradecimentos

Este trabalho contou com o apoio da FAPESB (Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado da Bahia), CNPq (Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico), INCT-Instituto Nacional de Energia e Meio Ambiente, INCITE-Instituto de Ciência, Inovação e Tecnologia do Estado da Bahia -Nanotecnologia.

6. Referências

- AMAURO, Nicéa Quintino; DE SOUZA, Paulo Vitor Teodoro; MORI, Rafael Cava. As funções pedagógicas da experimentação no ensino de Química. *Multi-Science Journal*, v. 1, n. 3, p. 17-23, 2015.
- ARNAUDON, M. I. *Recherches sur un nouvel acide extrait du bois de taigu du Paraguay*. 1858.
- PINTO, Douglas Chaves de Alcantara et al. UM MÉTODO MAIS EFICIENTE DE ISOLAMENTO DO LAPACHOL DIRETAMENTE DA MATRIZ VEGETAL DO IPÊ. *Química Nova*, v. 47, n. 6, p. e-20240010, 2024.
- RAO, K. V.; MCBRIDE, T. J.; OLESON, J. J. Recognition and evaluation of lapachol as an antitumor agent. *Cancer Research*, v. 28, n. 10, p. 1952-1954, 1968.
- DE MENEZES, Jorge Fernando Silva et al. Synthesis and anxiolytic effect of europium metallic complex containing lapachol [Eu (DBM) 3. LAP] in adult zebrafish through serotonergic neurotransmission: in vivo and in silico approach. *Journal of Biomolecular Structure and Dynamics*, v. 42, n. 3, p. 1280-1292, 2024.
- OSSOWSKI, Tadeusz et al. Determination of the pKa values of some biologically active and inactive hydroxyquinones. *Journal of the Brazilian Chemical Society*, v. 19, p. 175-183, 2008.
- ARAÚJO, Evani L.; ALENCAR, João Rui B.; ROLIM NETO, Pedro J. Lapachol: segurança e eficácia na terapêutica. *Revista Brasileira de Farmacognosia*, v. 12, p. 57-59, 2002.
- BURNETT, A. R.; THOMSON, R. H. Naturally occurring quinones. Part X. The quinonoid constituents of *Tabebuia avellanedae* (Bignoniaceae). *Journal of the Chemical Society C: Organic*, p. 2100-2104, 1967.

FERREIRA, Vitor Francisco. Aprendendo sobre os conceitos de ácido e base. **Química Nova na Escola**, v. 4, n. 1, p. 1-2, 1996.