ESTUDO QUÍMICO DE *TRICHOCLINE SPECIOSA LESS*

Giovanna Andreu Nascimento (PIBIC/CNPq/FA/UEM)[1], Marta Regina Barrotto do Carmo (PQ)[2], Maria Helena Sarragiotto (PQ)[1], Francielli Alana Pereira Valeze (Co orientador)[1], Debora Cristina Baldoqui (Orientadora)[1]. E-mail: ra140202@uem.br.

[1]Universidade Estadual de Maringá, Departamento de Química, Maringá, PR.
[2]Universidade Estadual de Ponta Grossa, Departamento de Biologia, Ponta Grossa, PR

Universidade Estadual de Maringá, Centro de Ciências Exatas, Maringá, PR.

Centro de Ciências Exatas e Terra/Química/Química Orgânica.

Palavras-chave: imperatorina; isopimpinelina; bergaptina.

RESUMO

A família *Asteraceae* é reconhecida pela produção de metabólitos especializados com elevado potencial biológico, entretanto diversas espécies permanecem pouco estudadas sob o ponto de vista fitoquímico. Neste trabalho foi realizado o estudo químico da fração hexânica das flores de *Trichocline speciosa* Less., visando ao isolamento e identificação de seus constituintes. As partes aéreas e flores foram submetidas à extração com etanol, seguida de partição líquido-líquido para obtenção da fração hexânica. Posteriormente, essa fração foi purificada por cromatografia em coluna de sílica gel e as frações obtidas foram monitoradas por cromatografia em camada delgada. As amostras de maior interesse foram analisadas por Ressonância Magnética Nuclear (^{1}H, ^{13}C e experimentos bidimensionais). A análise espectroscópica permitiu o isolamento e a identificação das substâncias **TS-1** e a mistura **TS-2** e **TS-3**, por comparação com dados da literatura. Os resultados obtidos ampliam o conhecimento fitoquímico de *T. speciosa*, demonstrando que suas flores constituem uma importante fonte de metabólitos especializados e fornecendo subsídios para futuros estudos sobre o potencial biológico da espécie.

INTRODUÇÃO

A família Asteraceae compreende uma das maiores famílias de angiospermas, destacando-se pela ampla diversidade de metabólitos especializados, como flavonoides, cumarinas, terpenoides e lactonas sesquiterpênicas, muitos deles associados a atividades biológicas de interesse farmacológico. Apesar dessa diversidade química, inúmeras espécies permanecem pouco exploradas quanto à sua composição fitoquímica.

Trichocline speciosa Less., pertencente à tribo Mutisieae, é uma espécie nativa do sul do Brasil cuja composição química ainda é pouco conhecida. Estudos fitoquímicos dessa espécie podem contribuir para a identificação de substâncias

bioativas e ampliar o conhecimento químico do gênero. Dessa forma, este trabalho teve como objetivo realizar o estudo químico da fração hexânica das flores de *T. speciosa*, visando ao isolamento e à identificação estrutural de seus metabólitos especializados.

MATERIAIS E MÉTODOS

Material vegetal

A coleta da espécie *Trichocline speciosa* ocorreu na região dos Campos Gerais, no município de Ponta Grossa, Paraná. A exsicata encontra-se depositada no herbário da UEPG.

Preparação e fracionamento do extrato bruto

Os materiais vegetais secos em estufa, a 35 ºC, foram triturados em um moinho de facas, resultando então em 241,7 g e 37,8 g de material vegetal moído das partes aéreas e das flores. Em seguida foram submetidos à maceração exaustiva com etanol P.A. O solvente orgânico foi evaporado em evaporador rotativo, à temperatura de 35 °C, fornecendo os extratos brutos das partes aéreas (TSP-EB, 15 g) e das flores (TSF-EB, 4,8 g). Para o fracionamento, uma parte do extrato bruto (TSP-EB, 13 g) foi dissolvida em uma mistura de MeOH/H_2O 1:1 (400 mL v/v) e em seguida, foi submetido à partição com 3 vezes (150 mL) de cada um dos solventes orgânicos em gradiente crescente de polaridade, sendo eles hexano e acetato de etila. Para as flores, o extrato (TSF-EB, 3 g), foi dissolvido em MeOH/H_2O 1:1 (300 mL v/v) e submetido à partição com 100 mL de cada solvente orgânico por 3 vezes. Após a remoção dos solventes em um evaporador rotativo, foram obtidas as frações hexânica, acetato de etila e hidrometanólica. Sendo a estudada neste trabalho a fração hexânica das flores.

Estudo da Fração Hexânica das flores

A fração hexânica das flores (1,3 g) foi submetida a uma coluna cromatográfica (Φ = 2,5 cm x h = 32 cm), de sílica gel 60, utilizando misturas de hexano e acetato de etila como eluentes de gradiente crescente de polaridade, resultando em 83 frações. A fração 14 foi identificada como sendo a substância **TS-1**, e a fração 20 foi identificada como sendo a mistura de **TS-2** e **TS-3**.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

A análise por Ressonância Magnética Nuclear de hidrogênio e carbono (^{1}H e ^{13}C), associada ao experimento bidimensional HMBC, permitiu a identificação da substância **TS-1** e a mistura **TS-2** e **TS-3**. Inicialmente, as análises de RMN das frações hexânicas das partes aéreas e das flores de *T. speciosa* evidenciaram diferenças em seus perfis químicos. A fração das partes aéreas sem flores

apresentou predominância de sinais de ácidos graxos, observados principalmente na região alifática do espectro de RMN de ^{1}H, enquanto a fração hexânica das flores mostrou menor intensidade desses sinais indicando uma composição menos complexa e mais favorável à investigação.

A análise do espectro de RMN de ^{1}H da fração 14 revelou dois pares de hidrogênios olefínicos em δ_H 6,34 e 7,75, e em δ_H 6,80 e 7,67, característicos do núcleo furanocumarínico, e um hidrogênio aromático singlete em δ_H 7,34. Também foram observados sinais atribuídos a um grupo prenila, incluindo duas metilas em δ_H 1,72 e 1,70, um próton olefínico em δ_H 5,59 e um metileno oxigenado em δ_H 5,00, indicando a ligação desse substituinte ao oxigênio da molécula.

No espectro de RMN de ^{13}C foram identificados dezesseis sinais de carbono, no qual em δ_C 160,6 referente ao carbono da lactona, aos carbonos do anel furânico em δ_C 146,6 (C-2') e 106,7 (C-3'). Aos sinais em δ_C 114,6 (C-3); 144,4 (C-4); 113,2 (C-5); 125,8 (C-6); 148,5 (C-7); 131,6 (C-8); 143,8 (C-9); 116,5 (C-10), e aos carbonos da cadeia prenilada δ_C 70,2 (C-1''), 119,7 (C-2''), 139,8 (C-3''), 25,8 (C-4'') e 18,1 (C-5'').

O espectro de HMBC confirmou a conectividade permitindo estabelecer a posição dos substituintes na estrutura. A comparação dos dados de RMN obtidos com aqueles descritos na literatura permitiu identificar a substância **TS-1** como a furanocumarina **imperatorina** (Tamene *et al*., 2019).

Para a análise de RMN de ^{1}H da fração 20, foi possível observar uma mistura de duas furanocumarinas com sinais em δ_H 6,28 (H-3) e 8,13 (H-4) e 7,62 (H-2') e 6,99 (H-3') correspondendo aos dois pares de hidrogênios olefínicos, além do sinal em δ_H 4,16 atribuído a duas metoxilas nas posições C-5 e C-8 da substância **TS-2**, e os sinais em δ_H 6,37 (H-3) e 7,76 (H-4) e 7,68 (H-2') e 6,81 (H-3') e sinal em δ_H 4,29 característico de metoxila na posição C-5 da substância **TS-3**. No espectro de RMN de ^{13}C foram identificados os sinais em δ_C 160,5 referente ao carbono da lactona, aos carbonos do anel furânico δ_C 145,1 e 105,1; 146,6 e 106,7 das substâncias **T-2** e **T-3**. Aos sinais em δ_C 112,8 e 114,8 (C-3); 139,4 e 144,3 (C-4); 132,8 e 112,9 (C-5); 114,8 e 126,1 (C-6); 150,0 e 146,6 (C-7); 128,2 e 144,3 (C-8); 143,7 e 143,0 (C-9); 107,6 e 116,5 (C-10), da mistura **T-2** e **T-3**. E os sinais das metoxilas em 61,4 de **TS-2** e em 60,8 de **TS-3.** A conexão foi dada pelos espectros de HMBC e pela comparação com a literatura foi possível identificar **TS-2** como a **isopimpinelina (**Benkiki, N. et al 2002) e **TS-3** como **bergaptina (**Shahriar, 2020).

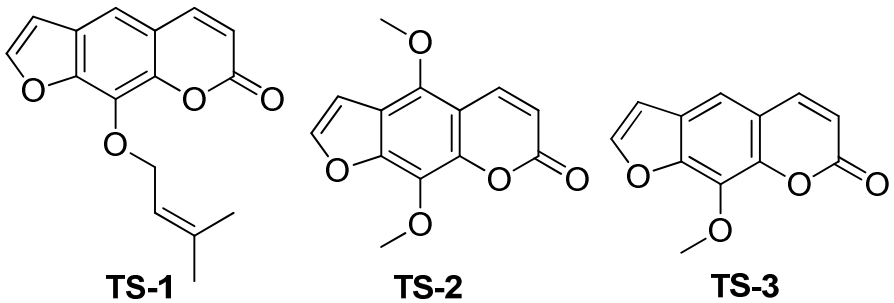


Figura 1 – Estrutura das substâncias **TS-1**, **TS-2** e **TS-3**

Fontes: Elaborado pelo autor (2026)

CONCLUSÕES

O estudo fitoquímico da fração hexânica das flores de *T. speciosa* possibilitou o isolamento e a identificação da furanocumarina imperatorina, **TS-1**, bem como, da mistura **TS-2** e **TS-3**, isopimpinelina e bergaptina, por técnicas espectroscópicas de RMN. Os resultados contribuem para o conhecimento da composição química da espécie e reforçam seu potencial como fonte de metabólitos especializados, incentivando futuras investigações sobre suas atividades biológicas.

AGRADECIMENTOS

Ao PIBIC/UEM, CNPq, Fundação Araucária, Universidade Estadual de Maringá, ao Laboratório de Produtos Naturais e à COMCAP pelo suporte técnico e científico para a realização deste trabalho.

REFERÊNCIAS

BENKIKI, N., BENKHALED, M., KABOUCHE, Z.; BRUNEAU, C. Heraclenol and isopimpinellin: two rare furocoumarins from Ruta montana. In: **Biodiversity: Biomolecular Aspects of Biodiversity and Innovative Utilization**. Boston, MA: Springer US, 2002. p. 303-307.

CLARIDGE, T. D. W. **High-Resolution NMR Techniques in Organic Chemistry**. 3. ed. Oxford: Elsevier, 2016.

SHAHRIAR, M. Isolation and Identification of different compounds from Citrus assamensis leaf. **Journal of Bangladesh Academy of Sciences**, 2020.

TAMENE, D.; ENDALE, M. Antibacterial activity of coumarins and carbazole alkaloid from roots of *Clausena anisata*. *Advances in Pharmacological and Pharmaceutical Sciences*, v. 2019, 2019.

VALEZE, F. A. P. **Estudo químico de *Trichocline speciosa* Less. (Asteraceae)**. Qualificação de Doutorado. Universidade Estadual de Maringá, 2024.

WANG, M. *et al*. Sharing and community curation of mass spectrometry data with GNPS. *Nature Biotechnology*, v. 34, p. 828–837, 2016.