



UNIVERSIDADE FEDERAL DO CEARÁ
CENTRO DE CIÊNCIAS
DEPARTAMENTO DE QUÍMICA ORGÂNICA E INORGÂNICA
PROGRAMA DE GRADUAÇÃO EM QUÍMICA

LUCAS RODRIGUES VIANA

ISOLAMENTO DE SUBSTÂNCIAS BIOATIVAS DOS CAPÍTULOS FLORAIS DE
Egletes viscosa L

FORTALEZA

2022

LUCAS RODRIGUES VIANA

ISOLAMENTO DE SUBSTÂNCIAS BIOATIVOS DOS CAPÍTULOS FLORAIS DE
Egletes viscosa L

Monografia apresentada ao Programa de Graduação em Química da Universidade Federal do Ceará, como requisito parcial à obtenção do título de Bacharel em Química.

Área de concentração: Química Orgânica.

Orientador: Prof.^a Dra. Otilia Deusdênia
Loiola Pessoa.

Orientador profissional: Prof. Dr. Kirley
Marques Canuto.

FORTALEZA

2022

Dados Internacionais de Catalogação na Publicação
Universidade Federal do Ceará
Sistema de Bibliotecas
Gerada automaticamente pelo módulo Catalog, mediante os dados fornecidos pelo(a) autor(a)

- V667i Viana, Lucas Rodrigues.
Isolamento de substâncias bioativos dos capítulos florais de *Egletes viscosa* L. / Lucas Rodrigues Viana. – 2022.
27 f. : il. color.
- Trabalho de Conclusão de Curso (graduação) – Universidade Federal do Ceará, Centro de Ciências, Curso de Química, Fortaleza, 2022.
Orientação: Profa. Dra. Otilia Deusdênia Loiola Pessoa.
Coorientação: Prof. Dr. Kirley Marques Canuto.
1. *Egletes viscosa*. 2. Macela-da-terra. 3. Ternatina. 4. Flavonoide. I. Título.

CDD 540

LUCAS RODRIGUES VIANA

ISOLAMENTO DE COMPOSTOS BIOATIVOS DOS CAPÍTULOS FLORAIS DE *Egletes*
viscosa L

Monografia apresentada ao Programa de Graduação em Química da Universidade Federal do Ceará, como requisito parcial à obtenção do título de Bacharel em Química. Área de concentração: Química Orgânica.

Aprovada em: 12/07/2022.

BANCA EXAMINADORA

Prof.^a. Dra. Otilia Deusdênia Loiola Pessoa (Orientador)
Universidade Federal do Ceará (UFC)

Dr. Paulo Riceli Vasconcelos Ribeiro (Coorientador Profissional)
Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária (EMBRAPA)

Ms. Horlando Carlota da Silva
Universidade Federal do Ceará (UFC)

A Deus.

Aos meus pais, Thadeu e Adriana.

AGRADECIMENTOS

Aos meus pais, por sempre me apoiarem nos momentos de dificuldade.

À minha companheira Emilly, por sempre ter acreditado em mim. Ao meu amigo Ismael por me ajudar na realização dos experimentos.

Aos técnicos da Embrapa, pelos ensinamentos. Ao orientador pelo apoio na pesquisa.

Ao Francisco Chagas, por me ajudar no laboratório de fitoquímica.

À Kesya, por ter me ensinado a preparar colunas cromatográficas.

Ao Horlando, por participar da banca avaliadora.

À professora Otília, por ter me introduzido à Química de produtos naturais e pelos seus ensinamentos em Química orgânica.

“A arte é uma flor nascida no caminho da
nossa vida, e que se desenvolve para suavizá-
la.” (SCHOPENHAUER)

RESUMO

Macela-da-Terra (*Egletes viscosa*) é uma planta bastante comum no estado do Ceará. Seus capítulos florais são usados para preparar chás que auxiliam no tratamento de distúrbios gastrointestinais. Estudos químicos mostram que os capítulos florais desta planta são ricos em ternatina, um flavonoide bioativo, com atividade gastroprotetora. Tendo em vista o grande potencial farmacológico da ternatina, é de interesse econômico desenvolver um método de extração e purificação de quantidades apreciáveis de ternatina por meios que não demandem muito tempo e alto custo. Com isso, o presente trabalho desenvolveu uma metodologia de isolamento da ternatina a partir de uma fração obtida com acetato de etila dos capítulos florais de macela. Para a obtenção deste flavonoide, foi feita sucessivas partições em funil de separação e para finalizar uma cristalização em MeOH. O resultado foi a obtenção de 56,4mg de ternatina com alto grau de pureza, como constatado pelo espectro de RMN 1H. No entanto, visando um melhor rendimento, o método de extração/isolamento ainda precisa ser melhorado.

Palavras-chave: *Egletes viscosa*; macela-da-terra; ternatina, flavonoide.

ABSTRACT

Macela-da-Terra (*Egletes viscosa*) is a very common plant in the state of Ceara. Its floral chapters are used to prepare teas that help in the treatment of gastrointestinal disorders. Previous studies reports that the flowers of this plant are rich in ternatin, a bioactive flavonoid with gastroprotective activity. Considering the high pharmacological potential of ternatin, it is important to develop a method of extraction and purification of large amounts of ternatin that require few times and low cost. Thus, in the present study, was developed a methodology to isolation and purification of ternatin from a ethyl acetate fraction previously obtained of the flowers of macela-da-terra. After successive liquid-liquid partitions and recrystallization in MeOH was isolated the flavonoid ternatin in a high degree of purity, as determined by its ¹H NMR spectrum. However, the method still needs to be improved in order to increase the yield of the process.

Keywords: *Egletes viscosa*; macela-da-terra; ternatin; flower buds.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 –	<i>Egletes viscosa</i> (Macela-da-Terra)	16
Figura 2 –	Compostos isolados dos capítulos florais de <i>E. viscosa</i>	18
Figura 3 –	Montagem do sistema Soxhlet	21
Figura 4 –	Fluxograma da obtenção da fração particionada	22
Figura 5 –	Espectro de RMN ¹ H do precipitado obtido em CDCl ₃ (600MHz)	24
Figura 6 –	Recristalização de ternatina	25
Figura 7 –	Espectro de RMN ¹ H (600MHz) em CDCl ₃ da ternatina	26

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Constituintes voláteis dos capítulos florais de <i>E viscosa</i>	16
Tabela 2 – Frações obtidas do extrato de diclorometano (DCM)	23

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

AcOEt	Acetato de etila
ADP	Adenosina difosfato
CCl ₄	Tetracloroeto de carbono
DCM	Diclorometano
KI	Índice de Kovats
RMN	Ressonância Magnética Nuclear

LISTA DE SÍMBOLOS

δ	Deslocamento químico
%	Por cento
°C	Graus Celsius
g	Grama
Hz	Hertz
kg	Quilograma
L	Litro
mg	Miligrama
MHz	Mega Hertz
mL	Mililitro
ppm	Partes por milhão

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	14
2	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	15
2.1	Família <i>Asteraceae</i>	15
2.1.1	<i>Considerações sobre a espécie <i>Egletes viscosa</i></i>	15
2.2	Perfil químico da espécie <i>Egletes viscosa</i>	16
2.2.1	<i>Aspectos farmacológicos</i>	19
3	FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA PARA A EXTRAÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DE PRODUTOS NATURAIS	20
3.1	Extração de Soxhlet	20
3.2	Ressonância Magnética Nuclear (RMN)	21
4	MATERIAIS E MÉTODOS	22
4.1	4.1 Extração de Soxhlet dos capítulos florais	22
4.2	4.2 Cristalização da ternatina	23
5	RESULTADOS E DISCUSSÕES	26
6	CONCLUSÃO	26

1 INTRODUÇÃO

Egletes viscosa, espécie botânica pertencente à família *Asteraceae*, é comum no nordeste brasileiro, sendo conhecida popularmente por macela ou macela-da-terra. O chá de seus capítulos florais pode ser usado para o tratamento de distúrbios gastrointestinais, sendo essa a principal utilização dessa planta na medicina tradicional (Lima, *et al.*, 1996). Estudos sobre a composição química do chá dos capítulos florais de *E. viscosa*, mostram que os principais constituintes são o ácido centipédico e a ternatina, ambos apontadas como os princípios ativos responsáveis pela atividade fitoterápica da planta.

As atividades gastroprotetora e antitrombótica do flavonoide ternatina foi verificada em ensaios pré-clínicos usando ratos (Rao, *et al.*, 1994).

Tendo em vista o grande potencial farmacológico da ternatina, o presente trabalho tem como objetivo a extração eficiente de ternatina com alto grau de pureza empregando partição líquido-líquido. A pureza da ternatina foi avaliada por ressonância magnética nuclear de hidrogênio, cujos dados foram comparados com a literatura.

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 Família *Asteraceae*

Asteraceae é a denominação de uma família de angiospermas derivada das Eudicotiledôneas, representada por cerca de 1.600 gêneros e mais de 24.000 espécies (ROQUE, 2017). A classificação moderna desta família foi realizada com o auxílio de estudos filogenéticos baseados em características morfológicas e estudos no DNA dos cloroplastos de três subfamílias: *Asteroideae*, *Cichorioideae* e *Barnadesioneae*. Bremer *et al.* (1992) concluíram que a subtribo *Barnadesiinae* é um grupo irmão das demais *Asteraceae*, mostrando evidências genéticas de que esta subtribo apresenta monofilétismo com a subfamília *Asteroideae*. Portanto, a subtribo *Barnadesiinae* passou a ser considerada como a subfamília *Barnadesioneae*. Estudos no gene *ndhF* de cloroplastos mostraram parafilétismo da subfamília *Cichorioideae*, na qual Jansen e Palmer (1987) reconheceram 3 principais grupos, sendo um deles formando por um grupo-irmão monofilético com a família *Asteroideae* (ROQUE, 2008).

No Brasil existem cerca de 180 gêneros e 1900 espécies de *Asteroideae*, a maioria ocorrendo nos estados de Minas Gerais e Bahia, nas regiões de campos rupestres ou campos gerais. Algumas são cultivadas por apresentarem importância econômica nos setores alimentícios e de perfumes. Segundo Roque (2017), das espécies cultivadas de *Asteroideae*, as mais conhecidas são: alface (*Lactuca sativa* L.), chicória (*Cichorium intybus* L.), escarola (*Cichorium endívia* L), alcachofra (*Cynara scolymus* L) e girassol (*Helianthus annus* L.).

2.1.1 Considerações sobre a espécie *Egletes viscosa*

Egletes é um gênero composto por 10 espécies distribuídas desde o sul do Texas, passando através da América Central até o Equador, Colômbia e Brasil (Bohm *et al.*, 2001). A espécie *Egletes viscosa* (Fig. 1, p.16), de acordo com Baracuhy *et al* 2016, é descrita da seguinte forma:

Planta silvestre, aromática, comum no nordeste brasileiro. Cresce às margens de lagoas, açudes, riachos, no início de verão, após a baixa das águas. As folhas apresentam tamanhos diferentes e são recortadas. Os capítulos florais aparecem entre um e três meses após a estação chuvosa. São aromáticos, de sabor amargo, e

contêm de pequenas pétalas esbranquiçadas, mas amarelas no centro. (BARACUHY *et al.*, 2016, p. 55).

Figura 1 – *Egletes viscosa* (Macela-da-Terra).



Fonte: Inaturalist (2022).

2.2 Perfil químico da espécie *Egletes viscosa*

O levantamento bibliográfico dos constituintes químicos foi feito com os artigos disponíveis na base de dados *ScienceDirect* e *Web of Science* no período de 1991 a 2022 usando o descritor “*Egletes viscosa*”. A busca resultou num conjunto de 48 resultados divididos em quatro principais áreas (Farmacologia, Ciências Biológicas, Química e Medicina). O trabalho mais antigo relacionado ao perfil químico da espécie foi realizado por Craveiro (1992), no qual foi analisada a composição do óleo essencial dos capítulos florais de *Egletes viscosa* por CG-MS. Os principais constituintes detectados foram: acetato de *trans*-pinocarveíla, β -pineno e acetato de mirteníla (Tabela 1).

Tabela 1 – Constituintes voláteis dos capítulos florais de *E. viscosa* (continua)

Constituintes	KI	Porcentagem
α -tujeno	920	0,4
α -pineno	927	2,0
β -pineno	967	26,8
mirceno	981	0,7
α -terpineno	1002	0,1
δ -3-careno	1000	2,7

Fonte: Craveiro *et al.*, 1992.

Tabela 2 – Constituintes voláteis dos capítulos florais de *E. viscosa* (conclusão).

Constituintes	KI	Porcentagem (%)
β -felandreno	1018	1,1
linalol	1085	0,1
terpinen-4-ol	1100	0,2
borneol	1111	0,1
trans-pinocarveol	1120	1,1
pinocarvona	1145	0,5
pinocanfona	1175	0,2
mirtenol	1180	0,3
acetato de <i>trans</i> -pinocarveíla	1305	49,0
acetato de mirteníla	1317	6,5
acetato de α -terpiníla	1327	0,7
acetato de <i>cis</i> -carviníla	1330	0,3
α -linageno	1340	0,1
acetato de neríla	1355	0,3
acetato de terpinen-4-íla	1362	1,1
Acetato de geraníla	1375	1,1
neofitadieno	1768	0,3

Fonte: Craveiro *et al.*, 1992.

Lima *et al.* (1996) estudaram os constituintes não voláteis dos extratos hexânico e etanólico dos capítulos florais de *E. viscosa* vendidos em supermercado. Do resíduo não volátil, foram isolados o ácido centipédico (**1**) e a lactona do ácido 12-acetoxi-hawtriwaico (**2**) do extrato hexânico e o flavonóide ternatina (**3**) do extrato etanólico. Vieira *et al.* (2006) analisou a composição química dos chás de dois quimiotipos de *E. viscosa*, o quimiotipo 1, rico em acetato de *trans*-pinocarveíla, e o quimiotipo 2, rico em acetato de *cis*-pinocarveíla. Do quimiotipo 1, foram isolados a ternatina, ácido centipédico, lactona do ácido 12-acetoxi-hawtriwaico e 12-acetoxi-7-hidroxi-3,13(14)-clerodadien-18,19:15,16-diolido (**4**), enquanto do quimiotipo 2 foram isolados o mesmo diterpeno (**4**), 12-*epi*-bacchotricuneatina (**5**) e escopoletina (**6**). Silva-Filho *et al.* (2007), ao analisarem o extrato hexânico dos capítulos florais de macela, isolaram um labdano glicosilado que foi nomeado 8 α -hidroxilabd-14(15)-eno-13(S)-O- β -D-rinopiranosídeo (**7**). Pesquisas com a espécie de *E. viscosa* coletada no Peru,

identificando dois diterpeno glicosilados identificados como 13-hidroxi-7-oxolabda-8,14-dieno 13(R)-*O*- α -arabinopiranosídeo (**8**) e 13-hidroxilabda-7,14-dieno 13(R)-*O*- α -arabinopiranosídeo (**9**) (LEE, 2005). Carvalho *et al.* (2019), ao realizar infusões com capítulos florais de *E. viscosa* coletada em Aiuaba-CE, foram isolados diterpeno furânicos, ácido caféico (**10**) e seis isômeros do ácido dicafeoilquinico (**11-16**), kaempferol (**17**), kerlinolida (**18**) e a rutina (**19**).

Figura 2 – compostos isolados dos capítulos florais de *E. viscosa* (continua).

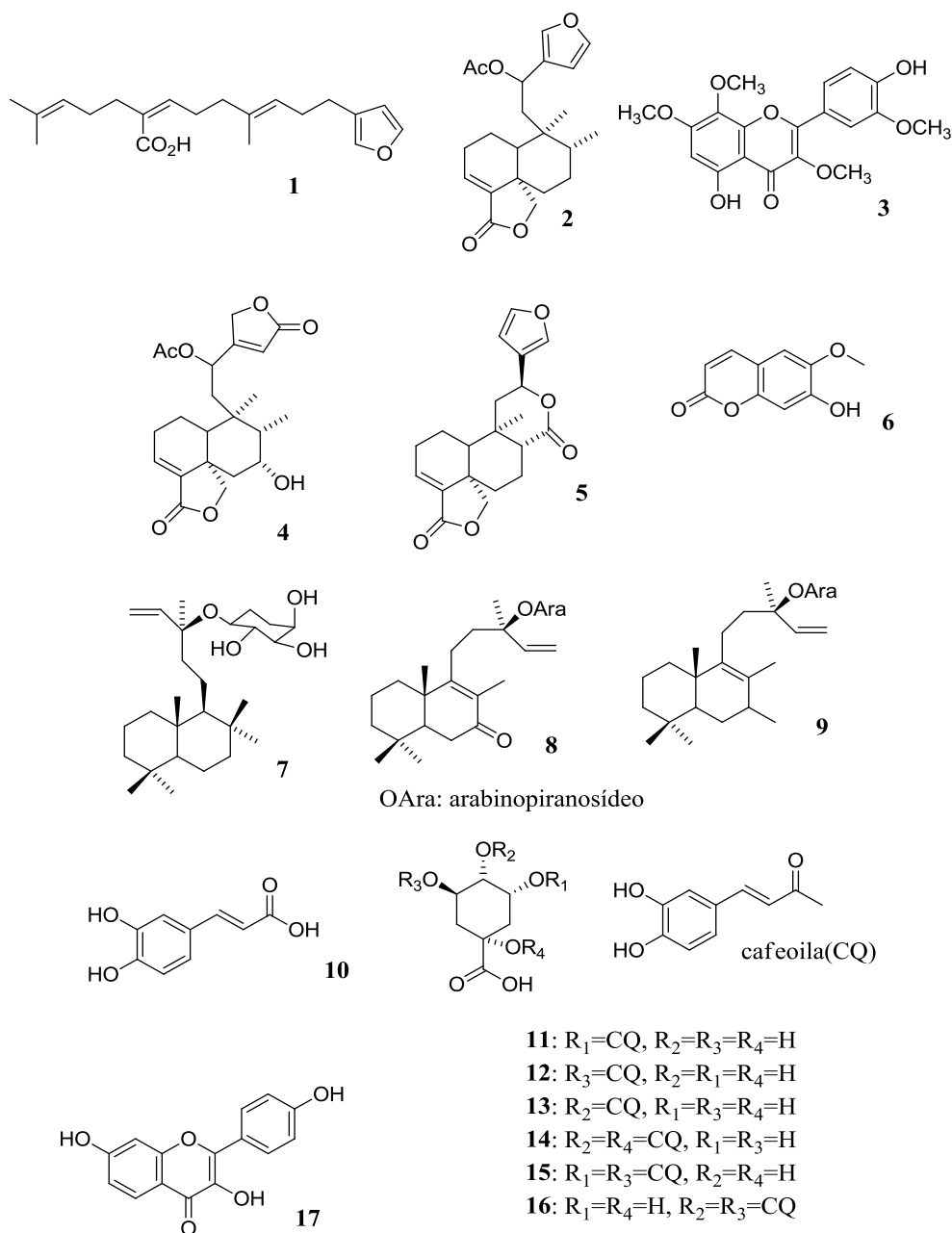
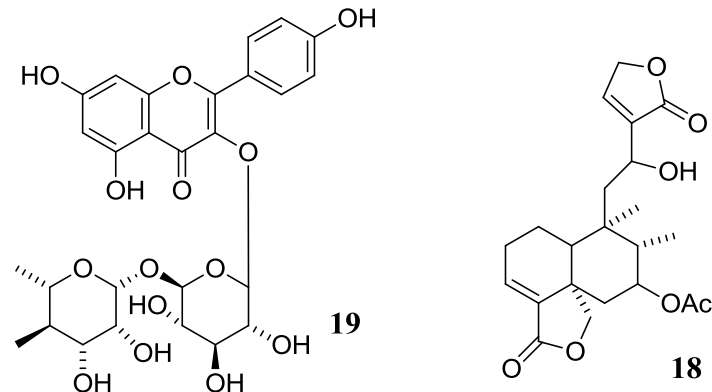


Figura 2 – Compostos isolados dos capítulos florais de *E. viscosa* (conclusão).



Fonte: Elaborado pelo autor (2022).

2.2.1 Aspectos farmacológicos

O chá de macela é conhecido popularmente por apresentar propriedade emenagoga, diaforética e antidiarreico (VIEIRA *et al.*, 2009). A atividade gástrica do chá foi atribuída, principalmente, ao ácido centipédico. Estudos farmacológicos relataram que o ácido centipédico apresenta atividade gastroprotetora contra lesão na mucosa do estômago de camundongos induzida por etanol, além de diminuir a secreção estomacal e acidez (GUEDES *et al.*, 2008). Para o flavonóide ternatina, Vieira *et al.* (2004), foi reportado atividade preventiva contra infecção urinária hemorrágica causada por ciclofosfamidas. O fármaco com atividade uroprotetiva utilizado nos testes biológicos foi o ácido 2-mercaptoetanosulfônico, o qual apresentou boa atividade contra a infecção urinária após a aplicação de três doses do fármaco ou com a substituição de uma das doses por ternatina.

Rao *et al.* (1994) estudou a atividade protetora da ternatina em injúria de tecidos vivos em camundongos induzida por CCl₄. Os índices de disfunção hepática foram analisados pelas diferenças dos teores de enzimas no soro sanguíneo os resultados mostraram que a ternatina possui atividade anti-hepatotóxica. O 8 α -hidroxilabd-14(15)-eno-13(S)-O- β -D-rinopiranosídeo (7), apresentou atividade citotóxica em cinco linhagens de células cancerígenas: B=16 (melanoma), HCT-8 (côlon humano), CEM (linfoblasto T) e HL-60. As quais, foram monitoradas com Doxorrubicina como controle positivo (Silva-Filho *et al.*, 2007). A atividade antitrombótica da ternatina foi observada quando a agregação plaquetária induzida por ADP em ratos foi inibida pela ternatina de maneira dependente da concentração, mostrando que esse flavonoide é um potencial agente a ser usado para o tratamento de

trombose (SOUZA *et al.*, 1994). A ternatina também apresentou inibição da peroxidação lipídica, a qual foi observada pelas variações das quantidades de malondialdeído, ALT e AST no soro de ratos (SOUZA *et al.*, 1997).

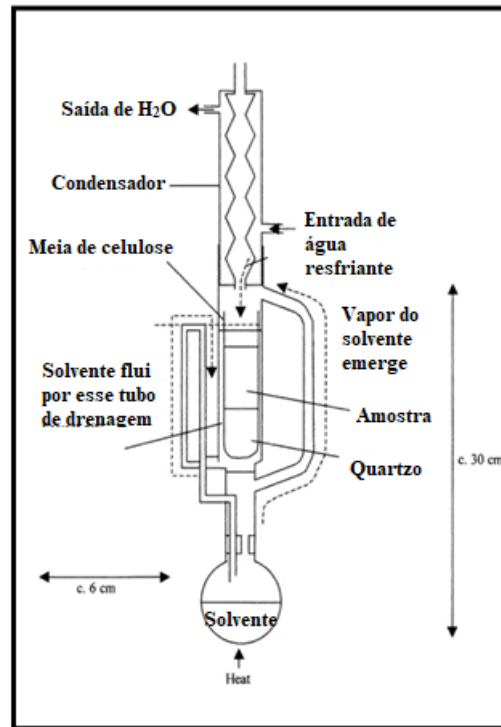
Por fim, o extrato aquoso dos capítulos florais de *E. viscosa* apresentou atividade antinociceptiva em roedores, usando o AAS como fármaco de referência (ARAÚJO *et al.*, 2009).

3 FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA PARA A EXTRAÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DE PRODUTOS NATURAIS

3.1 Extração de Soxhlet

A extração de Soxhlet é muito utilizada para avaliar a performance de uma extração sólido-líquido. O princípio desta técnica consiste em colocar a amostra dentro de uma espécie de envelope feita de papel filtro e posta num dedal. Acima do dedal existe um condensador e abaixo dele o solvente para a extração. O solvente é borbulhado e condensado na câmara de extração até atingir um determinado nível, no qual o solvente percorre um caminho para o balão de destilação carregando os solutos da amostra conforme a Figura 3, p. 21.

Figura 3 – Montagem mais comum de um sistema Soxhlet.



Fonte: Extraction of Natural Products: Principles and Fundamental Aspects (2013, p. 69)

3.2 Ressonância Magnética Nuclear (RMN)

A análise estrutural por RMN é bastante útil para a identificação de compostos orgânicos. O elétron tem uma propriedade chamada “*spin*”, no qual é uma representação vetorial da rotação dessa partícula e do campo magnético criado por esse movimento. Quando elétrons se encontram numa região de campo magnético muito forte, certa população de *spins* se encontra no estado de energia maior que o estado fundamental, ou seja, a orientação do *spin* não está alinhada com a orientação do campo magnético externo. Quando os elétrons retornam ao nível de energia fundamental, é emitido uma radiofrequência que é detectada pelo espectrofotômetro e transformada no espectro de ressonância (JACOBSEN, 2017).

O tipo de hidrogênio observado (RMN de hidrogênio) é identificado pelo deslocamento químico característico. O deslocamento químico (δ) é uma grandeza adimensional para medir o quanto um hidrogênio está “desblindado” em relação ao padrão TMS ($\delta = 0$), quanto mais desblindado o núcleo estiver, maior é o campo magnético sentido por ele, portanto ele se encontrará em valores mais altos de deslocamento químico (SILVERSTEIN, 2019). Cada região ou grupo funcional possui um deslocamento químico de

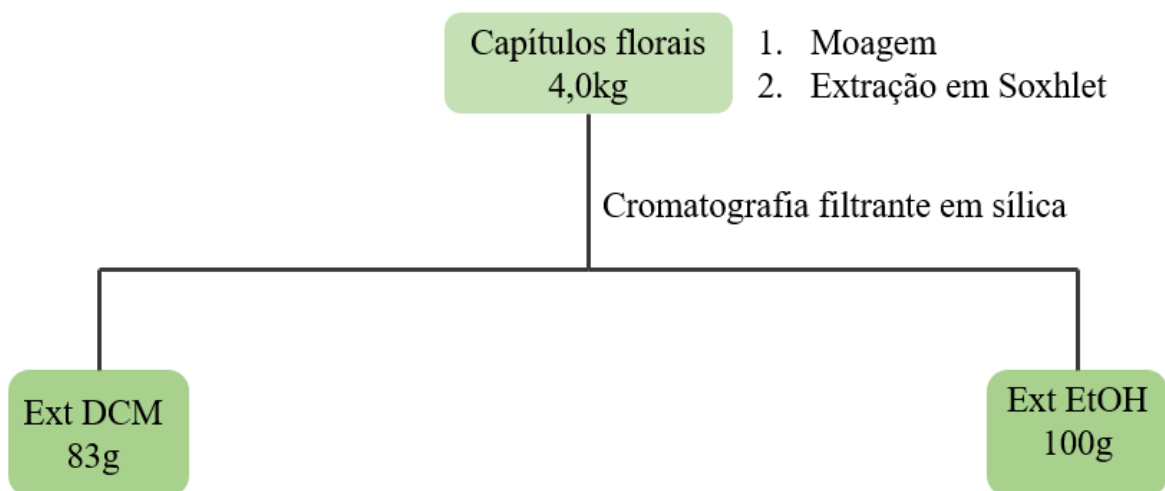
hidrogênio numa região característica, portanto é essa a informação principal utilizada para a determinação estrutural.

4 MATERIAIS E MÉTODOS

4.1 Extração de Soxhlet dos capítulos florais

Os capítulos florais foram adquiridos pelo professor Manoel Odorico Moraes Filho do NPDM (Núcleo de Pesquisa e Desenvolvimento de Medicamentos - UFC). O material de estudo partiu de uma fração previamente estudada. Foram pesados cerca de 10g de capítulos florais triturados num cartucho de celulose e adicionados ao balão de destilação com 150mL de etanol em temperatura constante de 70°C com 4 extrações por hora com refluxo fixo de 5h para cada extração. O extrato foi seco e após o final do processo foi realizada uma coluna filtrante de sílica a vácuo e realizada partições com os solventes hexano, acetato de etila e metanol em misturas binárias ou puros em ordem crescente de polaridade, conforme ilustrado na Figura 4 e Tabela 2 (p. 23).

Figura 4 – Fluxograma da obtenção da fração particionada.



Fonte: Elaborado pelo autor (2022).

Tabela 2 – Frações obtidas do extrato de diclorometano (DCM).

Eluente	Massa
Hex:AcOEt 3:1 (300ml)	31,3g
Hex:acOEt 2:1 (300ml)	12,3g
Hex:AcOEt 1:1 (300ml)	15,6g
AcOEt (300ml)	15,5g
MeOH (300ml)	5,2g

Fonte: Elaborado pelo autor (2022).

4.2 *Cristalização da ternatina*

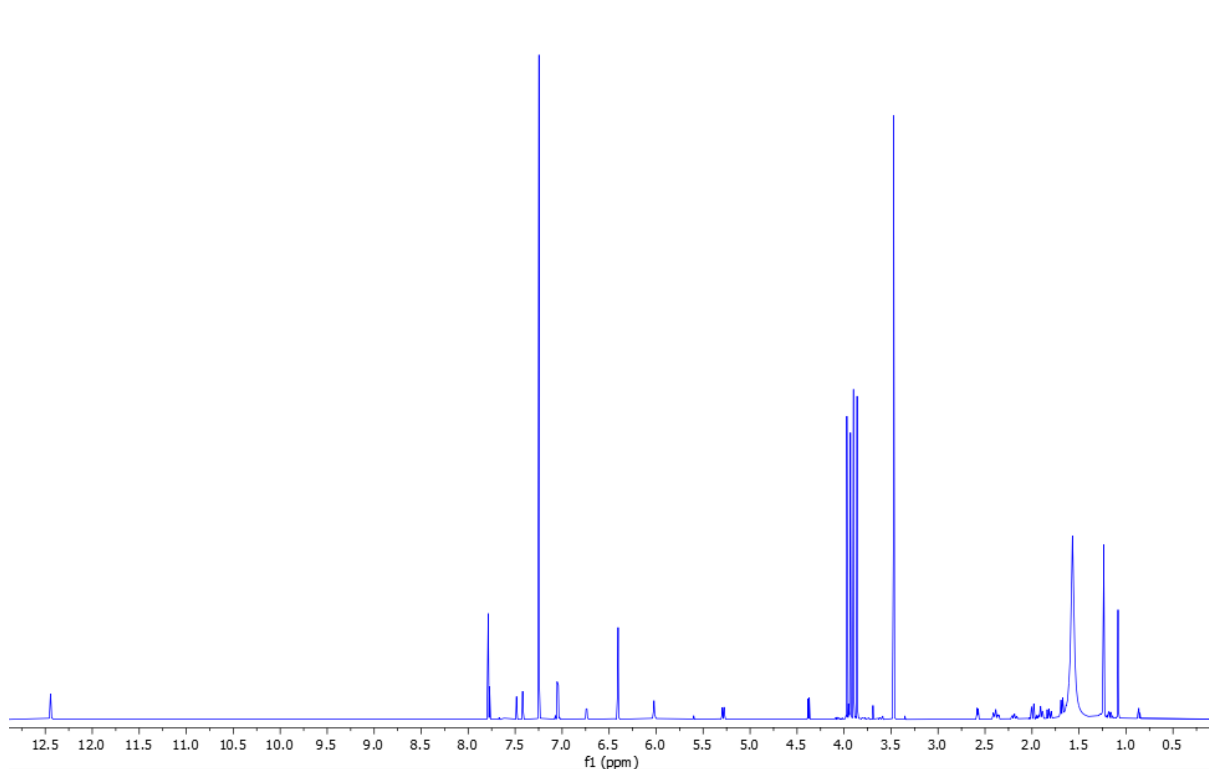
Cerca de 3,10g da fração hexano/acetato de etila 1:1 foram dissolvidos em 50mL de MeOH e deixadas na geladeira durante 1 semana, percebeu-se a formação de um sólido amorfo de coloração amarela, o sólido foi então filtrado sob vácuo com papel filtro. O sólido obtido foi lavado com MeOH gelado, obtendo assim 604,8 mg de precipitado, cujo espectro de RMN ^1H é representado pela Figura 5 (p. 24). Pelo espectro é possível notar quatro singletos pertencentes às metoxilas em 3,86; 3,90; 3,93 e 3,97 ppm, além do sinal em 12,5ppm referente ao grupo OH, indicando que a ternatina está presente na mistura.

Cerca de 304,30mg do sólido amarelo foram dissolvidos em 50ml de acetato de etila e particionados com 50mL de clorofórmio. A fração com clorofórmio foi lavada com 1,5mL de uma solução 10% de KOH e particionada com 50mL de água destilada. Após recolher a fração aquosa, foi ajustado o pH com uma solução $6,0\text{mol.L}^{-1}$ de ácido clorídrico até pH variando entre 1 e 2. A fração acidificada foi particionada com clorofórmio e concentrada com evaporação rotativa, O sólido amarelo foi transferido para um frasco, cuja a massa obtida foi 56,4mg (Figura 6, p. 24) e o espectro se encontra na Figura 7 (p. 25).

5 RESULTADOS E DISCUSSÕES

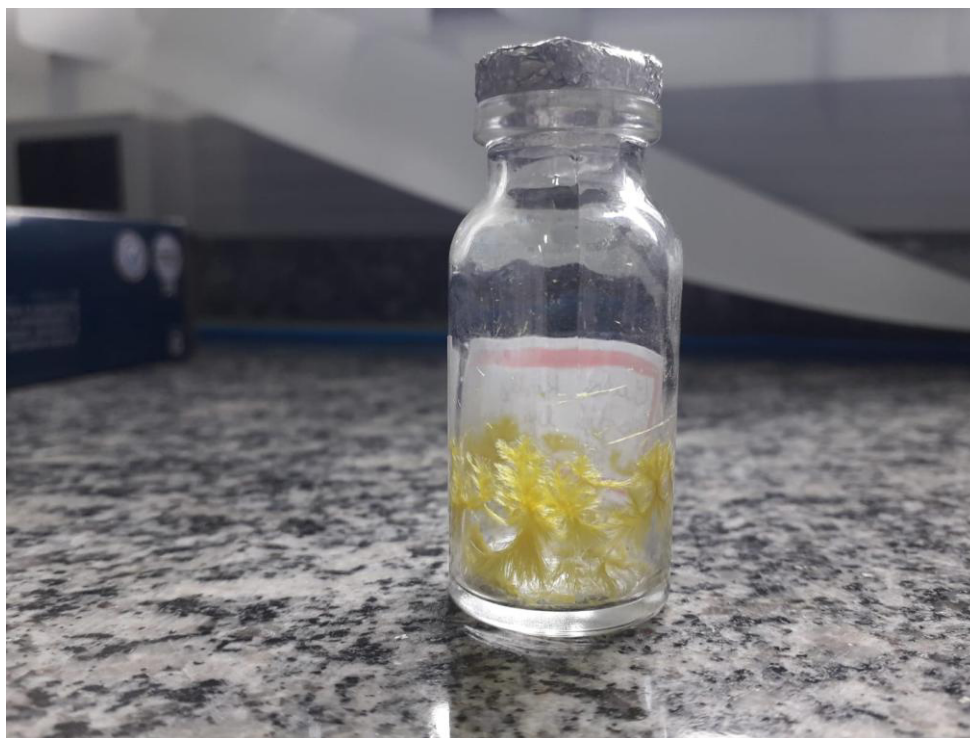
O espectro obtido da ternatina mostra quatro singletos correspondentes aos hidrogênios dos grupos metoxilas em 3,87; 3,91; 3,94 e 3,98ppm. É possível visualizar um singlete pouco intenso em 12,45ppm correspondente a hidroxila na posição 5, singlete em 6,41ppm corresponde ao hidrogênio da posição 6; que de acordo com Silva-Filho (2007) corresponde à ternatina.

Figura 5 – Espectro de ^1H -RMN do precipitado obtido em CDCl_3 (600MHz).



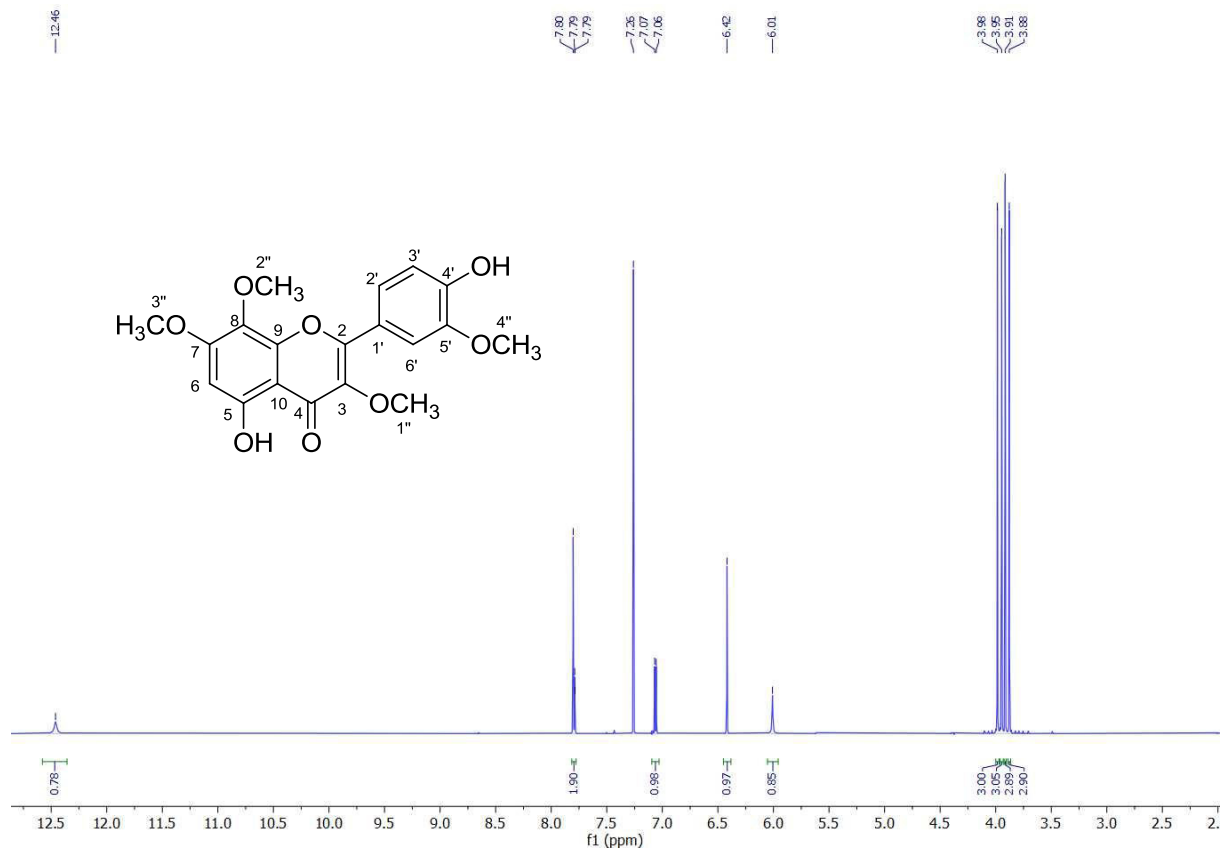
Fonte: Elaborado pelo autor (2022).

Figura 6 – Cristais de ternatina.



Fonte: Elaborado pelo autor (2022).

Figura 7 – RMN ^1H 600MHz em CDCl_3 da ternatina isolada.



Fonte: Elaborado pelo autor (2022).

Figura 8 – Expansão da região entre 8,0 e 6,2ppm do espectro de hidrogênio da ternatina.

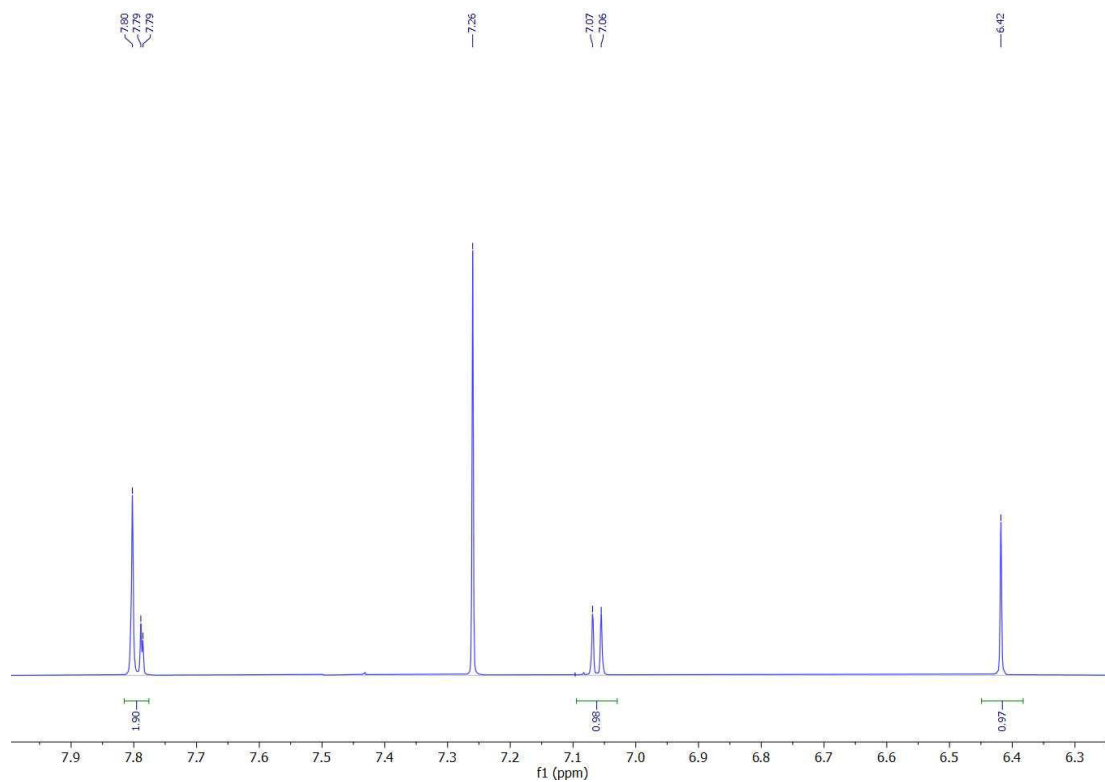


Tabela 3 – Deslocamentos químicos dos cristais de ternatina

Posição	δ H, multiplicidade, J , integração	HSQC δ H	^{13}C – BB (Lima <i>et al.</i> , 1996)
1	-	-	-
2	-	-	155,7
3	-	-	138,6
4	-	-	179,0
5	12,46 (s, 1H)		157,4
6	6,42 (s, 1H)	6,42	95,4
7	-		158,4
8	-		128,8
9	-		148,4
10	-		105,3
1'	-		122,9
2'	7,79 (d, $J = 8,1$ Hz, 2H)	7,79	122,7
3'	7,05 (d, $J = 8,2$ Hz, 1H)	7,05	114,7
4'			148,3
5'	-		146,4
6'	7,79 (d, $J = 8,1$ Hz, 2H)	7,79	110,8
1''	3,98 (s, 3H)	3,91	61,8
2''	3,94 (s, 3H)	3,88	60,37
3''	3,91 (s, 3H)	3,98	56,6
4''	3,88 (s, 3H)	3,95	56,2

Fonte: Elaborado pelo autor (2022).

6 CONCLUSÃO

Os cristais obtidos apresentam um alto grau de pureza que foi confirmado pelos experimentos de ressonância, entretanto a massa obtida (56,4mg) corresponde a apenas 18,5% da massa de partida. Apesar do método de partição obter uma quantidade de massa apreciável em intervalos de tempo menores que os de cromatografia convencional, o método se mostra com grande potencial para a obtenção do flavonoide puro, sendo necessário investigações na metodologia com a finalidade de aumentar o rendimento do processo.

REFERÊNCIAS

- ARAÚJO, Adriano Antunes *et al.* Antinociceptive activity and toxicological study of aqueous extract of *Egletes viscosa* Less (Asteraceae). **Brazilian Journal of Pharmaceutical Sciences**, v. 44, ed. 4, p. 707-715, 2008.
- BARACUHY, Jose Geraldo *et al.* **Plantas medicinais de uso comum no nordeste do Brasil**. 2. ed. rev. Campina Grande: LEE, Dongho *et al.* Diterpene Glycosides from *Egletes viscosa*. *Planta Medica*, [s. l.], v. 71, p. 792-794, 2005, 2016. 205 p. ISBN 978-85-8001-163-0
- BOHM, Bruce A.; STUESSY, Tod F. Biology and Distribution. *In*: BOHM, Bruce A.; STUESSY, Tod F. **Flavonoids of the Sunflower Family (Asteraceae)**. Canada: Springer WienNewYork, 2001. cap. 1, p. 3-18. ISBN 3-211-83479-6
- BREMER, K.; JANSEN, R. K.; KARIS, P. O.; KALLERSIO, M.; KEELEY, S. C.; KIM, K.-J.; MICHAEL, H. J.; PALMER, J. D.; WALLACE, R. S. A review of the phylogeny and classification of the Asteraceae. **Nordic Journal of Botany**, v. 12, n. 2, p. 141-148, 1992.
- CALOU, Iana Bantim *et al.* Topically Applied Diterpenoids from *Egletes viscosa* (Asteraceae) Attenuate the Dermal Inflammation in Mouse Ear Induced by Tetradecanoylphorbol 13-Acetate- and Oxazolone. **BIOLOGICAL & PHARMACEUTICAL BULLETIN**, [s. l.], v. 31, ed. 8, p. 1511-1516, 2008.
- CARVALHO, K. R. C.; ZOCOLO, G. J.; PEREIRA, R. C. A.; MARTINS, F. I. C. C.; RIBEIRO, P. R. V.; BRITO, E. S.; SILVEIRA, E. R.; CANUTO, K. M. Development of a UPLC-ESI-MS method for simultaneous determination of flavonoids and diterpenes in *Egletes viscosa* (L.) Less herbal products. **Journal of Pharmaceutical and Biomedical Analysis**, v. 166, p. 155-163, 2019.
- CRAVEIRO, A. A.; ALENCAR, J. W.; MATOS, F. J. A.; MACHADO, M. I. L. Essential oil from flower heads of *Egletes viscosa* Less. **Journal of Essential Oil Research**, v. 4, p. 639-640, 1992.
- GUEDES, M. M.; CARVALHO, A. C. S.; LIMA, A. F.; LIRA, S. R. S.; QUEIROZ, S. S.; SILVEIRA, E. R.; SANTOS, F. A.; RAO, V. S. Gastroprotective mechanisms of centipedic acid, a natural diterpene from *Egletes viscosa* Less. **Biol. Pharm. Bull.**, v. 31, n. 7, p. 1351-1355, 2008
- JANSEN, R. K.; PALMER, J. D. A CHLOROPLAST DNA INVERSION MARKS AN ANCIENT EVOLUTIONARY SPLIT IN THE SUNFLOWER FAMILY (ASTERACEAE). **PROCEEDINGS OF THE NATIONAL ACADEMY OF SCIENCES OF THE UNITED STATES OF AMERICA**, v. 84, ed. 16, p. 5818-5822, 1987.
- LEE, Dongho *et al.* Diterpene Glycosides from *Egletes viscosa*. **Planta Medica**, v. 71, p. 792-794, 2005
- ROQUE, N.; BAUTISTA, H. **Asteraceae: caracterização e morfologia floral**. Salvador: Editora da Universidade Federal da Bahia, 2008. 75 p.
- SILVA-FILHO, F. A.; LIMA, M. A. S.; BEZERRA, A. M. E.; FILHO, R. B.; SILVEIRA, E. R. Diterpene from the Aerial Parts of *Egletes viscosa* Less. **J. Braz. Chem. Soc.**, v. 18, n. 7, p. 1374-1378, 2007.

SOUZA, M. F.; TOMÉ, A. R.; RAO, V. S. N. Inhibition by the bioflavonoid ternatin of aflatoxin B₁ induced lipid peroxidation in Rat Liver. **J. Pharm. Pharmacol**, [*S.l.*], v. 51, p. 125-129, 1999.

VIEIRA, G. A. B.; LIMA, M. A. S.; BEZERRA, A. M. E.; SILVEIRA, E. R. Chemical composition of teas from two cultivated chemotypes of *Egletes viscosa* ("Macela-da-terra"). **J. Braz. Chem. Soc.**, v. 17, n. 1, p. 43-47, 2006.

VIEIRA, Gizelle Angela *et al.* Chemical Composition of Teas from Two Cultivated Chemotypes of *Egletes viscosa* ("Macela-da-terra"). **Journal of the Brazilian Chemical Society**, v. 17, ed. 1, p. 43-47, 2006

VIEIRA, M. M.; MACÊDO, F. Y. B.; FILHO, J. N. B.; COSTA, A. C. L. V.; CUNHA, A. N.; SILVEIRA, E. R.; BRITO, G. A. C.; RIBEIRO, R. A. Ternatin, a flavonoid, prevents cyclophosphamide and ifosfamide-induced hemorrhagic cystitis in rats. **Phytotherapy Research**, v. 18, p. 135–141, 2004.