



**UNIVERSIDADE FEDERAL DO AMAZONAS - UFAM
INSTITUTO DE CIÊNCIAS EXATAS - ICE
CURSO DE QUÍMICA BACHARELADO**

GENÉSIO LIARTE DA CRUZ NETO

**ISOLAMENTO DE ALCALOIDES DE FRAÇÕES ENRIQUECIDAS DA FASE
DICLOROMETANO BÁSICA DO EXTRATO METANÓLICO DAS CASCAS DE
Duguetia surinamensis (ANNONACEAE)**

MANAUS-AM

2025

GENÉSIO LIARTE DA CRUZ NETO

**ISOLAMENTO DE ALCALOIDES DE FRAÇÕES ENRIQUECIDAS DA FASE
DICLOROMETANO BÁSICA DO EXTRATO METANÓLICO DAS CASCAS DE
Duguetia surinamensis (ANNONACEAE)**

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado ao
Curso de Química Bacharelado da Universidade
Federal do Amazonas (UFAM), como requisito
para obtenção do título de Bacharel em Química.

Orientador: Prof. Dr. EMMANOEL VILAÇA COSTA

MANAUS-AM

2025

Ficha Catalográfica

Elaborada automaticamente de acordo com os dados fornecidos pelo(a) autor(a).

- C957i Cruz Neto, Genésio Liarte da
Isolamento de alcaloides de frações enriquecidas da fase diclorometano básica do extrato metanólico das cascas de *Duguetia surinamensis* (Annonaceae) / Genésio Liarte da Cruz Neto. - 2025.
43 f. : il., color. ; 31 cm.
- Orientador(a): Emmanoel Vilaça Costa.
Trabalho de Conclusão de Curso (graduação) - Universidade Federal do Amazonas, Instituto de Ciências Exatas, Curso de Química, Manaus-AM, 2025.
1. *Duguetia surinamensis*. 2. fitoquímica. 3. cromatografia. 4. aporfinoide. I. Costa, Emmanoel Vilaça. II. Universidade Federal do Amazonas. Instituto de Ciências Exatas. Curso de Química. III. Título
-


GENÉSIO LIARTE DA CRUZ NETO

ISOLAMENTO DE ALCALOIDES DE FRAÇÕES ENRIQUECIDAS DA FASE DICLOROMETANO BÁSICA DO EXTRATO METANÓLICO DAS CASCAS DE *Duguetia surinamensis* (ANNONACEAE)


Trabalho de Conclusão de Curso apresentado ao Curso de Química Bacharelado da Universidade Federal do Amazonas (UFAM), como requisito para obtenção do título de Bacharel em Química.

Este trabalho foi defendido e aprovado pela banca em 19/12/2025.


BANCA EXAMINADORA

Documento assinado digitalmente
 **EMMANOEL VILACA COSTA**
Data: 28/12/2025 11:51:41-0300
Verifique em <https://validar.iti.gov.br>

Prof. Dr. Emmanoel Vilaça Costa - UFAM
Orientador

Documento assinado digitalmente
 **RENYER ALVES COSTA**
Data: 27/12/2025 20:17:27-0300
Verifique em <https://validar.iti.gov.br>

Prof. Dr. Renyer Alves Costa - UFAM
Avaliador

Documento assinado digitalmente
 **ALISSON MEZA NOVAIS**
Data: 27/12/2025 19:26:00-0300
Verifique em <https://validar.iti.gov.br>

Prof. Dr. Alisson Meza Novais - UFAM
Avaliador

Às mãos que me sustentaram, aos olhos que acreditaram em mim, e aos corações que me acolheram nos dias em que duvidei. Este trabalho é um eco do amor que recebi.

AGRADECIMENTOS

Agradeço primeiramente a Deus, pela vida, pela proteção diária e por sempre me conceder o dom da sabedoria, da mansidão e da humildade, para que eu pudesse discernir o que é certo do que é errado. Pois é Sua presença que sustenta meus passos e torna possível cada conquista.

Aos meus pais, Genésio Liarte da Cruz Filho e Maria Liduina Alves de Moura Liarte, e à minha irmã, Priscila Moura da Silveira Ramos, dedico minha gratidão mais profunda. O carinho dedicado, o apoio firme e a compreensão nos períodos de minha ausência foram essenciais para que eu permanecesse resiliente. Vocês representam minhas raízes e meu porto seguro; este trabalho reflete, também, tudo o que me ensinaram e tudo o que construímos juntos.

À minha namorada e futura esposa, Larissa de Jesus Façanha, pelo amor, paciência, incentivo constante e por acreditar em mim mesmo quando o peso da jornada ameaçava me fazer parar. Obrigado por estar ao meu lado nos dias de incerteza, por celebrar comigo cada pequena vitória e por lembrar-me do meu próprio valor quando eu já não encontrava forças. Sua presença foi luz durante este processo.

Aos meus amigos que caminharam comigo ao longo dessa jornada, Aline dos Reis Moraes e Ianni de Oliveira Côrrea, oferecendo apoio e incentivo e companhia nos momentos de incerteza e cansaço. Um agradecimento especial a Pedro Paulo Marques, Pedro Augusto Delecrode de Melo Santos, Lucas Manoel Correia de Oliveira, Cristóvão Ramos Cunha e Tárík Luís Levy da Costa, pelo companheirismo constante.

Aos colegas do grupo de pesquisa GEQBiom (*Grupo de Estudo de Química de Biomoléculas*), do qual faço parte, por toda ajuda e auxílio no laboratório.

Ao meu orientador, Prof. Dr. Emmanoel Vilaça Costa, pela valiosa orientação, paciência e disponibilidade em cada etapa deste trabalho. Agradeço por me acompanhar desde o início da graduação e me apresentar à Química de Produtos Naturais, sempre com dedicação, serenidade e compromisso, transmitindo confiança nos momentos de dúvida e insegurança.

Agradeço, igualmente, aos projetos em rede oriundos das colaborações nacionais do Professor Dr. Emmanoel Vilaça Costa com outras instituições brasileiras, os quais foram, e continuam sendo, fundamentais para o desenvolvimento deste trabalho, em especial à Rede de Pesquisa FitoAmazônia (Pró-Amazônia/CNPq,

processo nº 445615/2024-9) e ao CNPq/INCT – Controle Biorracional de Insetos-Praga e Fitopatógenos (processo nº 465357/2014-8), considerando que todos os recursos empregados na execução deste estudo foram provenientes desses projetos.

Aos meus amigos que fiz no Instituto Nacional de Pesquisas da Amazônia (INPA), Dra. Maria da Paz Lima, Davi Santos Oliveira, Priscila Brasil Augusto de Souza, Estefane de Oliveira Picanço e Gabriel Faria de Souza, expresso minha sincera gratidão pela contribuição ao meu crescimento científico e profissional, bem como pela companhia acolhedora durante o período em que frequentei o Instituto.

Aos Laboratórios de Produtos Naturais e Síntese Orgânica (LAPNASO), Ressonância Magnética Nuclear (NMRLAB) e ao Laboratório Temático de Química de Produtos Naturais (LTQPN) do Instituto Nacional de Pesquisas da Amazônia (INPA), pela realização das análises necessárias à identificação dos compostos isolados, disponibilização de espaço físico e infraestrutura adequados ao desenvolvimento das atividades acadêmicas, bem como ao Departamento de Química e ao Programa de Pós-Graduação em Química, que me proporcionaram um ambiente propício à aprendizagem, ao crescimento acadêmico e à troca de experiências científicas.

Por fim, à Universidade Federal do Amazonas e ao corpo docente do Curso de Bacharelado em Química, por todo o conhecimento concedido e empenho no crescimento pessoal e profissional dos alunos, bem como ao Departamento de Química (DQ) pelo apoio e suporte.

“O poder nasce do conhecimento, mas o verdadeiro valor nasce do caráter.”

Bruce Lee

RESUMO

Duguetia surinamensis R. E. Fries é uma espécie da família Annonaceae distribuída principalmente na bacia Amazônica, ocorrendo em países como Colômbia, Guiana, Suriname, Peru e Guiana Francesa, e no Brasil especialmente nos estados do Acre, Amapá, Rondônia, Pará e Amazonas. Popularmente é conhecida por nomes como “envira”, “envireira”, “araticum” e “biribarana”. O gênero, bem como sua família destaca-se pela ampla diversidade de metabólitos especializados, particularmente alcaloides isoquinolínicos, que apresentam potenciais atividades farmacológicas. Estudos anteriores com *D. surinamensis* identificaram alcaloides inéditos e evidenciaram atividades citotóxicas relevantes. Contudo, apenas uma fração das espécies do gênero *Duguetia* foi quimicamente e farmacologicamente investigada. Assim, o presente trabalho teve como objetivo dar continuidade às investigações com *D. surinamensis*, com ênfase na análise da fração diclorometano básica do extrato metanólico da casca do caule. A partir da utilização de técnicas cromatográficas clássicas: cromatografia em coluna (CC), cromatografia em camada delgada analítica (CCDA) e cromatografia em camada delgada preparativa (CCDP), foi possível o isolamento e identificação de dois alcaloides da classe dos aporfinoídeos, sendo (DSC-6.3) e (DSC-6.4, DSC-11.3, DSC-11.4). A identificação estrutural dos compostos foi realizada com base nas análises por ressonância magnética nuclear de ^1H e ^{13}C (RMN de ^1H e ^{13}C) resultando na identificação dos seguintes compostos: a dicentrinona (DSC-6.3) e a duguetina *N*-óxido (DSC-6.4, DSC-11.3, DSC-11.4)

Palavras-chave: *Duguetia surinamensis*; fitoquímica; cromatografia; aporfinoídeo.

ABSTRACT

Duguetia surinamensis R. E. Fries is a species of the Annonaceae family distributed mainly in the Amazon basin, occurring in countries such as Colombia, Guyana, Suriname, Peru, and French Guiana, and in Brazil, especially in the states of Acre, Amapá, Rondônia, Pará, and Amazonas. It is popularly known by names such as "envira," "envireira," "araticum," and "biribarana. The genus (*Duguetia*), as well as its family, is characterized by a broad diversity of specialized metabolites, especially isoquinoline alkaloids, which display relevant pharmacological activities.. Previous studies with *D. surinamensis* identified novel alkaloids and evidenced relevant cytotoxic activities. However, only a fraction of the species of the genus *Duguetia* have been chemically and pharmacologically investigated. Thus, the present work aimed to continue the investigations with *D. surinamensis*, with emphasis on the analysis of the basic dichloromethane fraction of the methanolic extract of the stem bark. Using classical chromatographic techniques: column chromatography (CC), analytical thin-layer chromatography (ATC), and preparative thin-layer chromatography (PTLC), it was possible to isolate and identify two aporphine alkaloids, namely (DSC-6.3) and (DSC-6.4, DSC-11.3, DSC-11.4). Structural identification of the compounds was performed based on ^1H and ^{13}C nuclear magnetic resonance (^1H and ^{13}C NMR) analyses, resulting in the identification of the following compounds: dicentrinone (DSC-6.3) and duguetine N-oxide (DSC-6.4, DSC-11.3, DSC-11.4).

Keywords: *Duguetia surinamensis*; phytochemistry; chromatography; aporphine.

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1. Araticum-do-campo, espécie <i>Duguetia furfuracea</i>	18
Figura 2. Alguns exemplos de alcaloide, terpenoide e flavonoide (respectivamente).	18
Figura 3. Imagens da espécie <i>Duguetia surinamensis</i> , da esquerda para a direita: Árvore; árvore ampliada; árvore e sua identificação.	20
Figura 4. Estruturas química das substâncias isoladas das cascas de <i>D. surinamensis</i>	21
Figura 5. Primeiro fracionamento cromatográfico da fração alcaloídica de <i>Duguetia surinamensis</i>	25
Figura 6. Cromatografia em camada delgada analítica das reuniões DSC-1 a DSC-6	27
Figura 7. Cromatografia em camada delgada analítica das reuniões DSC-6 a DSC-11.	28
Figura 8. Cromatografia em camada delgada analítica das reuniões DSC-11 a DSC-19.	28
Figura 9. Espectro de RMN de ¹ H (500 MHz, CDCl ₃) da amostra DSC-6.3	31
Figura 10. Ampliação da região entre 8,93 – 7,70 ppm do espectro de RMN de ¹ H (500 MHz, CDCl ₃) de DSC-6.3.	31
Figura 11. Ampliação da região entre 7,17 – 6,32 ppm do espectro de RMN de ¹ H (500 MHz, CDCl ₃) de DSC-6.3.	31
Figura 12. Ampliação da região entre 4,09 – 4,01 ppm do espectro de RMN de ¹ H (500 MHz, CDCl ₃) de DSC-6.3.	32
Figura 13. Sobreposição dos espectros de RMN de ¹ H do padrão em azul (<i>dicentrinona</i>) e da amostra DSC-6.3 em vermelho, ambos em 500 MHz e CDCl ₃	32
Figura 14. Estrutura da substância isolada da fração DSC-6.3.....	33
Figura 15. Espectro de RMN de ¹ H (500 MHz, CDCl ₃) da amostra DSC-6.4.	34
Figura 16. Ampliação da região entre 7,77 – 5,91 ppm do espectro de RMN de ¹ H (500 MHz, CDCl ₃) de DSC-6.4.	34
Figura 17. Ampliação da região entre 5,33 – 2,87 ppm do espectro de RMN de ¹ H (500 MHz, CDCl ₃) de DSC-6.4.	35
Figura 18. Sobreposição dos espectros de RMN de ¹ H do padrão em azul (<i>dugetina N-óxido</i>) e da amostra DSC-6.4 em vermelho, ambos em 500 MHz e CDCl ₃	35

Figura 19. Espectro de RMN de ^{13}C (150 MHz, CDCl_3) da amostra DSC-11.3.....	36
Figura 20. Sobreposição dos espectros de RMN de ^1H da amostra DSC-6.4 em vermelho (<i>duguetina N-óxido</i>) em 500 MHz e CDCl_3 e da amostra DSC-11.3 em azul em 600 MHz e CDCl_3	38
Figura 21. Sobreposição dos espectros de RMN de ^1H da amostra DSC-11.3 em vermelho (<i>duguetina N-óxido</i>) e da amostra DSC-11.4 em azul, ambos em 600 MHz e CDCl_3	38
Figura 22. Estrutura da substância isolada das fração DSC-6.4, DSC-11.3 e DSC-11.4.	38

LISTA DE FLUXOGRAMAS

Fluxograma 1. Tratamento ácido-base do extrato metanólico realizado por Paz (2022).	24
Fluxograma 2. Fracionamento por coluna cromatográfica (CC) da fração DSC.	26
Fluxograma 3. Isolamento de DSC-6.3 e DSC-6.4.	29
Fluxograma 4. Isolamento de DSC-11.3 e DSC-11.4.	29

LISTA DE TABELAS

Tabela 1. Reunião das frações obtidas do 1º fracionamento cromatográfico	25
Tabela 2. Relação entre grupo de frações/amostras isoladas da fração DSC.....	26
Tabela 3. Dados de RMN de ^1H para a amostra DSC-6.3.	32
Tabela 4. Dados espectroscópicos da amostra DSC-11.3	36

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

δ	Deslocamento químico
Φ	Diâmetro
1D	Uma dimensão
2D	Duas dimensões
AcOEt	Acetato de etila
CA	Central Analítica
CAM	Centro de Apoio Multidisciplinar

CC	Cromatografia em coluna
CCDA	Cromatografia em camada delgada analítica
CCDP	Cromatografia em camada delgada preparativa
COSY	Espectroscopia de correlação (do inglês " <i>Homonuclear Correlated Spectroscopy</i> ")
<i>d</i>	Dupleto
<i>dd</i>	Duplo dupleto
DSC	<i>Duguetia surinamensis</i> casca
EHCDS	Extrato Hexânico das cascas de <i>Duguetia surinamensis</i>
EMCDS	Extrato Metanólico das cascas de <i>Duguetia surinamensis</i>
EM	Espectrometria de massas
ESI	Ionização por eletrospray
FACDS	Fração Alcaloídica das cascas de <i>Duguetia surinamensis</i>
FNCDS	Fração Neutra das cascas de <i>Duguetia surinamensis</i>
HMBC	Correlação heteronuclear de ligações múltiplas (do inglês " <i>Heteronuclear Multiple Bond Correlation</i> ")
HPLC	Cromatografia Líquida de alta eficiência (do inglês " <i>High Performance Liquid Chromatography</i> ")
HSQC	Correlação simples de ligações heteronucleares (do inglês " <i>Heteronuclear Single Quantum Coherence</i> ")
INPA	Instituto Nacional de Pesquisas da Amazônia
LTQPN	Laboratório Temático de Química de Produtos Naturais
RMN ¹ H	Ressonância Magnética Nuclear de Hidrogênio
RMN ¹³ C	Ressonância Magnética Nuclear de Carbono
<i>s</i>	Simpleto
TMS	Tetrametilsilano
UV	Radiação ultravioleta
UFAM	Universidade Federal do Amazonas

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	15
2 OBJETIVOS	16
2.1 OBJETIVO GERAL	16
2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS.....	16
3 REVISÃO DE LITERATURA	17
3.1 FAMÍLIA ANNONACEAE	17
3.2 O GÊNERO <i>Duguetia</i> A.St.-Hil.	18
3.3 ESPÉCIE <i>Duguetia surinamensis</i> R. E. Fries	19
4 MATERIAL E MÉTODOS	21
4.1. SUPORTES PARA CROMATOGRAFIA.....	21
4.1.1. Cromatografia em coluna (CC).....	21
4.1.2. Cromatografia em camada delgada analítica (CCDA).....	21
4.1.3. Cromatografia em camada delgada preparativa (CCDP)	22
4.1.4. Reveladores	22
4.1.5 Solventes	23
4.2. EQUIPAMENTOS	23
4.2.1. Outros equipamentos	23
4.3 MATERIAL BÔTANICO: COLETA, SECAGEM, MOAGEM, OBTENÇÃO DO EXTRATO METANÓLICO E DA FASE NEUTRA	24
4.4 ESTUDO FITOQUÍMICO DA FRAÇÃO ENRIQUECIDA DA FASE DICLOROMETANO BÁSICA (1FACDS-4 e 1FACDS-5)	25
4.5 ESTUDO CROMATOGRÁFICO DA FRAÇÃO DSC-6.....	28
4.6 ESTUDO CROMATOGRÁFICO DA FRAÇÃO DSC-11.....	29
5. RESULTADOS E DISCUSSÃO	30
5.1 IDENTIFICAÇÃO E DETERMINAÇÃO ESTRUTURAL DAS SUBSTÂNCIAS ISOLADAS DA FRAÇÃO ENRIQUECIDA DSC DA FASE DICLOROMETANO BÁSICA DAS CASCAS DE <i>D. surinamensis</i>	30
5.1.1. Identificação estrutural da DSC-6.3	30
5.1.2. Identificação estrutural da DSC-6.4, 11.3 e 11.4	33
6. CONSIDERAÇÕES FINAIS	39
7. REFERÊNCIAS	40

1 INTRODUÇÃO

Desde os registros mais antigos, os produtos naturais têm sido utilizados pelo ser humano para o tratamento de doenças, alívio de dores e desenvolvimento de mecanismos de defesa (Santana *et al.*, 2018; Santos *et al.*, 2025). Nesse contexto, a investigação dos constituintes químicos de espécies vegetais cujas atividades farmacológicas e biológicas ainda não foram elucidadas configura-se como uma estratégia promissora para a prospecção de novos potenciais fármacos (Pandiyani; Ilango, 2023).

A família Annonaceae L., conhecida como família das pinhas, atas e araticum, é a maior família da ordem Magnoliales, reunindo cerca de 2400 espécies distribuídas em aproximadamente 135 gêneros (Chantrou *et al.*, 2012; Erkens *et al.*, 2014; Xue *et al.*, 2020). No Brasil, são registradas mais de 385 espécies, com maior diversidade na região amazônica (Al Kazman; Harnett; Hanrahan, 2022). Do ponto de vista químico, essa família destaca-se pela expressiva diversidade de substâncias com propriedades farmacológicas, que têm inspirado o desenvolvimento de novos fármacos (Menezes *et al.*, 2021).

Entre os gêneros pertencentes à família Annonaceae destaca-se *Duguetia* A. St.-Hill., cujo Brasil concentra a maior diversidade, com 66 espécies registradas, sendo 29 endêmicas (Gonçalves *et al.*, 2017). Na região amazônica ocorrem cerca de 47 espécies (Lopes & Mello-Silva, 2014; Bazante & Alves, 2017). Embora existam diversos estudos sobre os metabólitos especializados do gênero, apenas cerca de 25% das espécies foram investigadas quimicamente e farmacologicamente (Paz, 2022).

Nesse contexto, *Duguetia surinamensis* destaca-se como uma espécie que ainda pouco explorada, com ocorrência no Brasil, Equador, Colômbia, Suriname, Guiana, Guiana Francesa e Peru, sendo especialmente comum no Amazonas e Pará (Grandtner & Chevrete, 2014). Estudos recentes demonstraram seu potencial químico e farmacológico, com o isolamento de diversos alcaloides isoquinolínicos a partir da fase alcaloídica do extrato metanólico da casca, além de resultados promissores em ensaios de citotoxicidade *in vitro* (Paz *et al.*, 2019). Diante desse cenário, o presente trabalho tem como objetivo dar continuidade às investigações com *D. surinamensis*, com ênfase na análise da fração diclorometano básica do extrato metanólico da casca

do caule, empregando técnicas cromatográficas clássicas para o isolamento de compostos com potencial atividade antitumoral.

2 OBJETIVOS

2.1 OBJETIVO GERAL

- Realizar o estudo fitoquímico da fase diclorometano básica do extrato metanólico das cascas de *Duguetia surinamensis* (Annonaceae).

2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Realizar o isolamento e a purificação de substâncias provenientes de frações enriquecidas do fracionamento cromatográfico da fase diclorometano básica do extrato metanólico das cascas de *D. surinamensis* através de métodos cromatográficos clássicos;
- Realizar a identificação estrutural das substâncias isoladas através de métodos espectroscópicos (ressonância magnética nuclear de hidrogênio e carbono treze a uma e duas dimensões - RMN de ^1H e ^{13}C 1D/2D).

3 REVISÃO DE LITERATURA

3.1 FAMÍLIA ANNONACEAE

A família Annonaceae L., também conhecida como família das pinhas, atas e araticum, é a maior família da ordem Magnoliales com cerca de 2400 espécies e aproximadamente 135 gêneros (Chantrou *et al.*, 2012; Erkens *et al.*, 2014; Xue *et al.*, 2020). Pertencentes a regiões tropicais e subtropicais, as plantas dessa família ocorrem amplamente na Ásia, nas Américas Central e do Sul, na Austrália e na África; no Brasil, são registradas mais de 385 espécies, apresentando sua maior diversidade na região amazônica (Maas *et al.*, 2007; Forzza, 2010; Aminimoghadamfarouj; Nematollahi; Wiart, 2011; Chantrou *et al.*, 2012; Erkens *et al.*, 2014; Al Kazman; Harnett; Hanrahan, 2022).

No contexto botânico, Annonaceae destaca-se pela relevância econômica significativa, sobretudo pelo valor de seus frutos exóticos e nutritivos, embora apenas os gêneros *Annona*, *Asimina*, *Duguetia* e *Uvaria* produzam frutos comestíveis (Figura 1) (Padmanabhan; Paliyath, 2015). Essas plantas demonstram ampla adaptabilidade a diferentes condições edafoclimáticas, apresentando boa produtividade em regiões tropicais (São José *et al.*, 2014). Seus frutos são apreciados tanto para consumo *in natura* quanto para derivados alimentícios e produtos industriais, como bebidas, sorvetes, balas, xaropes e óleos essenciais - destaque para o *ylang-ylang* (*Cananga odorata*), amplamente valorizado por sua fragrância (Feitosa *et al.*, 2021). Além disso, fibras e madeiras de várias espécies, como de *Guatteria* spp., *Xylopia aethiopica* e *Xylopia villosa*, têm uso tradicional na construção e no artesanato em comunidades amazônicas e africanas (Woguem *et al.*, 2014; Ogeron *et al.*, 2018; Al Kazman; Harnett; Hanrahan, 2022).

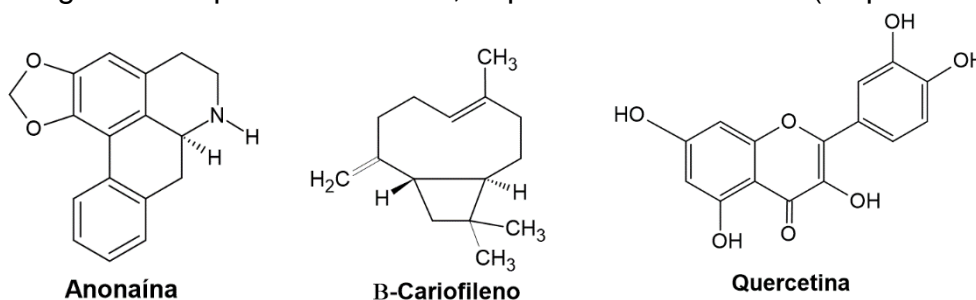
Figura 1. Araticum-do-campo, espécie *Duguetia furfuracea*.



Fonte: Proença, C.C. *et al.* Flores e Frutos do Cerrado. 2ª edição. Rede de Sementes do Cerrado, 2006.

Quimicamente, a família se destaca pela expressiva diversidade de substâncias químicas com propriedades farmacológicas, as quais têm inspirado a criação de novos fármacos (Maas *et al.*, 2007; Chantrou *et al.*, 2012; Erkens *et al.*, 2014; Lúcio *et al.*, 2015; Menezes *et al.*, 2021). Tais compostos, classificados como metabólitos especializados (Figura 2), revelam grande variação estrutural e pertencem a diferentes classes, como alcaloides, terpenoides, acetogeninas e flavonoides (Aminimoghadamfarouj; Nematollahi; Wiart, 2011; Menezes *et al.*, 2021).

Figura 2. Alguns exemplos de alcaloide, terpenoide e flavonoide (respectivamente).



3.2 O GÊNERO *Duguetia* A.ST.-HIL.

O gênero *Duguetia* A.St.-Hil. reúne aproximadamente 100 espécies entre arbustos e árvores, incluindo recentemente táxons africanos anteriormente classificados como *Pachypodanthium* Engler & Diels (Souza *et al.*, 2020; Nardelli *et al.*, 2021; Lobão; Bazante, 2025). Trata-se de um dos gêneros mais numerosos da família Annonaceae e ocupa a terceira posição em diversidade na região Neotropical,

ficando atrás apenas de *Guatteria* e *Annona* (Pérez & Cassels, 2010; Teichert *et al.*, 2012).

Com 66 espécies registradas, sendo 29 endêmicas, o Brasil é o país com maior riqueza de *Duguetia* (Gonçalves *et al.*, 2017). Na região amazônica brasileira concentram-se 47 espécies, ao passo que a Mata Atlântica abriga 17 espécies, caracterizando-se como o segundo polo de diversidade do gênero (Lopes & Mello-Silva, 2014; Bazante & Alves, 2017).

Diversos estudos com espécies de *Duguetia* investigaram seus metabólitos especializados em diferentes partes da planta, identificando benzenoides (Siqueira *et al.*, 2001; Almeida *et al.*, 2012), terpenoides (Ngouonpe *et al.*, 2019), flavonoides (Ngouonpe *et al.*, 2019) e, mais frequentemente, alcaloides isolados e caracterizados (Pérez & Cassels, 2010; Santos *et al.*, 2018). Além disso, várias espécies desse gênero já tiveram suas propriedades farmacológicas comprovadas (Gonçalves *et al.*, 2017; Saldanha *et al.*, 2019). Apesar do volume de estudos disponíveis, apenas cerca de 25% das espécies foram analisadas quimicamente (27 espécies) e farmacologicamente (15 espécies) (Paz, 2022).

3.3 ESPÉCIE *Duguetia surinamensis* R. E. FRIES

Duguetia surinamensis R. E. Fries é uma espécie que apresenta as características típicas do gênero, ocorrendo predominantemente na forma de árvore, e mais raramente como arbusto, alcançando de 10 a 30 metros de altura e até 40 cm de diâmetro (Rijkers, Pons & Bongers, 2000) (Figura 3). É popularmente conhecida por diversos nomes, como “envira”, “envireira”, “araticum”, “ata-brava”, “biribarana”, “envira-amargosa” e “surucucu” (Grandtner & Chevrette, 2014). Sua distribuição é restrita à bacia Amazônica, com registros de ocorrência na Colômbia, Guiana, Equador, Suriname, Peru e Guiana Francesa. No Brasil, a espécie concentra-se principalmente na região Norte, abrangendo os estados do Acre, Amapá, Rondônia, Pará e Amazonas (Maas, Westra & Chatrou, 2003; Grandtner & Chevrette, 2014).

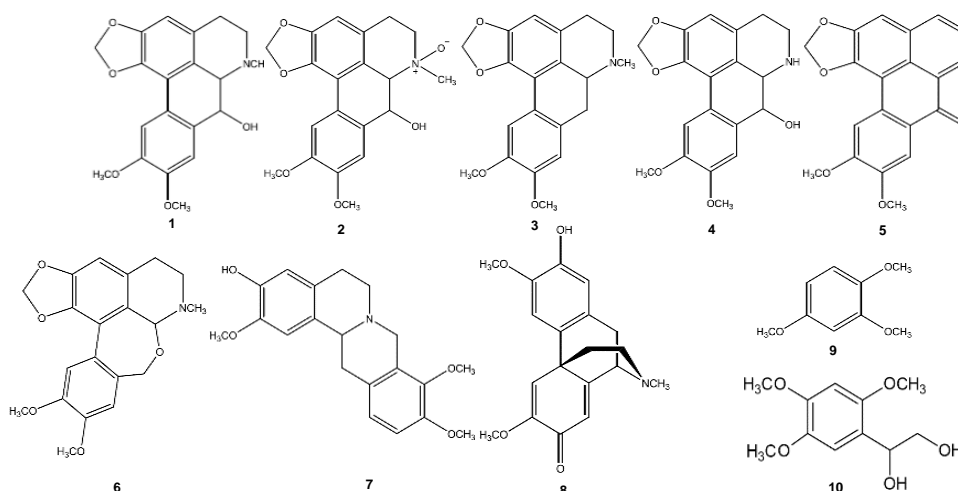
Figura 3. Imagens da espécie *Duguetia surinamensis*, da esquerda para a direita: Árvore; árvore ampliada; árvore e sua identificação.



Fonte: Costa, E. V. (2019).

A revisão da literatura indica que, em 1975, foi reportada a presença de uma neolignana não identificada em *D. surinamensis*, constituindo o primeiro relato de neolignanas na família Annonaceae (Maas, Westra & Chatrou, 2003). Estudos fitoquímicos posteriores, realizados com os óleos essenciais extraídos das folhas e da casca do caule de espécimes provenientes da Guiana Francesa, revelaram a presença de sesquiterpenos, monoterpenos, compostos aromáticos, ésteres e cetonas (Courtois *et al.*, 2009). Mais recentemente, Paz *et al.* (2019) investigaram a composição química das cascas do caule, isolando diversos alcaloides isoquinolínicos (Figura 4), entre eles: duguetina (1), duguetina-*N*-óxido (2), dicentrina (3), 7-hidroxinordicentrina (4) (primeiro relato para a família), dicentrinona (5), duguetinina (6) (um novo esqueleto oxahomoaporfínico), tetrahydrojatrorrizina (7) e pallidina (8). Nesse mesmo estudo foram identificadas ainda duas asaronas inéditas: 1,2,4-trimetoxibenzeno (9) e 1-(2,4,5-trimetoxifenil)etano-1,2-diol (10), sendo este último até então conhecido apenas como produto sintético. Ensaio de citotoxicidade *in vitro* demonstraram que todos os alcaloides, com exceção da dicentrinona, pallidina e 1,2,4-trimetoxibenzeno, apresentaram atividade significativa (Oliveira, 2017).

Figura 4. Estruturas químicas das substâncias isoladas das cascas de *D. surinamensis*.



4 MATERIAL E MÉTODOS

4.1. SUPORTES PARA CROMATOGRAFIA

4.1.1. Cromatografia em coluna (CC)

Frações da fase diclorometano básica, proveniente do tratamento ácido-base do extrato metanólico das cascas de *D. surinamensis* foram submetidas ao fracionamento cromatográfico que foi realizado em uma coluna de vidro, utilizando como fase estacionária sílica gel com partículas entre 0,063 - 0,200 mm (70-230 mesh ASTM) da marca Sigma-Aldrich tratada com solução de bicarbonato de sódio (NaHCO_3). O comprimento e diâmetro da coluna de $\varnothing \times h$ de 4,0 cm x 60,0 cm. A proporção de sílica aplicada na coluna foi de 25 vezes a massa da fase diclorometano básica (Mattos, 1997).

4.1.2. Cromatografia em camada delgada analítica (CCDA)

As análises por cromatografia em camada delgada analítica (CCDA), para identificação do perfil químico e para purificação das frações, foram realizadas em cromatofolhas da marca Fluka Analytical, com suporte em alumínio contendo 0,2 mm de espessura de sílica gel 60 e com indicador de fluorescência $F_{254\text{nm}}$.

4.1.3. Cromatografia em camada delgada preparativa (CCDP)

A purificação de amostras com massa acima de 40 mg foi realizada através de cromatoplasmas de vidro de tamanho 20 x 20 cm com espessura de 1,0 a 1,5 mm. Foram preparadas placas com cerca de 20 g, 21 g, 22 g e 23 g (dependendo da quantidade da amostra foi utilizada uma placa com quantidade de sílica específica) de sílica gel 60 da marca Macherey-Nagel e 50 a 60 mL de água destilada. A água contida nas placas evapora conforme a temperatura ambiente e antes de serem utilizadas foram ativadas por duas horas na estufa a 105 °C. A visualização das faixas foi efetuada com auxílio de luz ultravioleta (254 nm) e a recuperação das amostras foi realizada empregando diclorometano (CH₂Cl₂), ou clorofórmio (CHCl₃) e metanol (CH₃OH) na proporção, respectivamente, de 9,0:1,0.

4.1.4. Reveladores

As placas cromatográficas de CCDA e CCDP foram analisadas a partir de dois métodos de revelação das faixas, um físico e outro químico. A revelação física foi através da irradiação de luz ultravioleta (UV) na faixa de 254 nm. E na revelação química foi utilizada solução de anisaldeído seguido por aquecimento utilizando um soprador térmico, e de Dragendorff.

A solução de anisaldeído foi preparada conforme Munier (1953) com adição de 5 mL de aldeído anísico em 90 mL de álcool etílico, 5 mL de ácido sulfúrico concentrado e 1 mL de ácido acético glacial.

A solução de Dragendorff com modificação de Munier: (MUNIER, 1953 *apud* MERCK, 1971). Solução A: 1,7g de nitrato de bismuto III e 20 g de ácido tartárico dissolvidos em 80 mL de água destilada. Solução B: 16 g de iodeto de potássio dissolvidos em 40 mL de água destilada. A mistura de partes iguais (1:1, v/v) destas soluções constitui a solução estoque. Para borrifação das placas, 5 mL da solução estoque é adicionado a 10 g de ácido tartárico dissolvido em 50 mL de água destilada. Após a borrifação na placa cromatográfica, os *spots* das substâncias alcaloídicas

revelarão manchas com coloração diversas (laranja, amarela e marrom) indicativas de identificação de alcaloides.

4.1.5 Solventes

Para análises cromatográficas, os reagentes utilizados nos gradientes foram acetato de etila (AcOEt), acetona (C₃H₆O), clorofórmio (CHCl₃), hexano (C₆H₁₄) e metanol (CH₃OH), das marcas Qhemis e Synth. No preparo das amostras para obtenção de espectros de ressonância magnética nuclear (RMN) foi utilizado clorofórmio deuterado (CDCl₃) com grau de pureza de 99,8% da marca Sigma-Aldrich.

4.2. EQUIPAMENTOS

Ressonância Magnética Nuclear (RMN): Os espectros de ressonância magnética nuclear (RMN) foram adquiridos na Central Analítica do Centro de Apoio Multidisciplinar da Universidade Federal do Amazonas (CA/CAM/UFAM) utilizando um espectrômetro de RMN *Bruker Avance III HD* operando a 11,75 Teslas (500,13 MHz para RMN de ¹H e 125,76 MHz para RMN de ¹³C), como também em espectrômetros da *Bruker Fourier-300* (¹H a 300 MHz e ¹³C a 75 MHz) e espectrômetro da *Bruker Ascend Neo-600* (¹H a 600 MHz e ¹³C a 150 MHz) do Laboratório Temático de Química de Produtos Naturais (LTQPN) do Instituto Nacional de Pesquisas da Amazônia (INPA). As amostras isoladas foram solubilizadas em clorofórmio deuterado (CDCl₃). A combinação dos experimentos 1D (RMN ¹H) com experimentos 2D (HSQC, HMBC e COSY) permitiu a atribuição dos principais sinais e constantes de acoplamento ¹H-¹H. Os espectros e mapas de correlações de RMN foram posteriormente analisados usando Software TopSpin™3.7.0

4.2.1. Outros equipamentos

Balança analítica: Modelo AUY220 da marca Shimadzu;

Bomba à vácuo: Modelo TE-0581 da marca Tecnal;

Câmara escura Ultravioleta 254-365 nm: Boilton;

Estufa incubadora: Mylabor;

Evaporador rotatório: Fisatom em banho-maria com temperatura controlada;

Soprador Térmico: Modelo 8003 da marca Skil.

4.3 MATERIAL BÔTANICO: COLETA, SECAGEM, MOAGEM, OBTENÇÃO DO EXTRATO METANÓLICO E DA FASE NEUTRA

De acordo com Paz (2022), os extratos foram preparados a partir das cascas do caule da *D. surinamensis*, por extração pelo método de maceração em temperatura ambiente, após as cascas passarem pelos processos de secagem e moagem. Os extratos foram obtidos com o uso de solventes em ordem crescente de polaridade, iniciando com hexano, e posteriormente metanol com renovação em intervalos de 72 horas. Apenas a fração 1FACDS-3 (4,5 g), obtida da primeira coluna cromatográfica da fase alcaloídica (Figura 5), foi estudada por Paz (2022). As demais frações listadas na Tabela 1, que não foram analisadas, foram armazenadas em freezer para futuros estudos, como o desenvolvido neste trabalho (Fluxograma 1).

Fluxograma 1. Tratamento ácido-base do extrato metanólico realizado por Paz (2022).

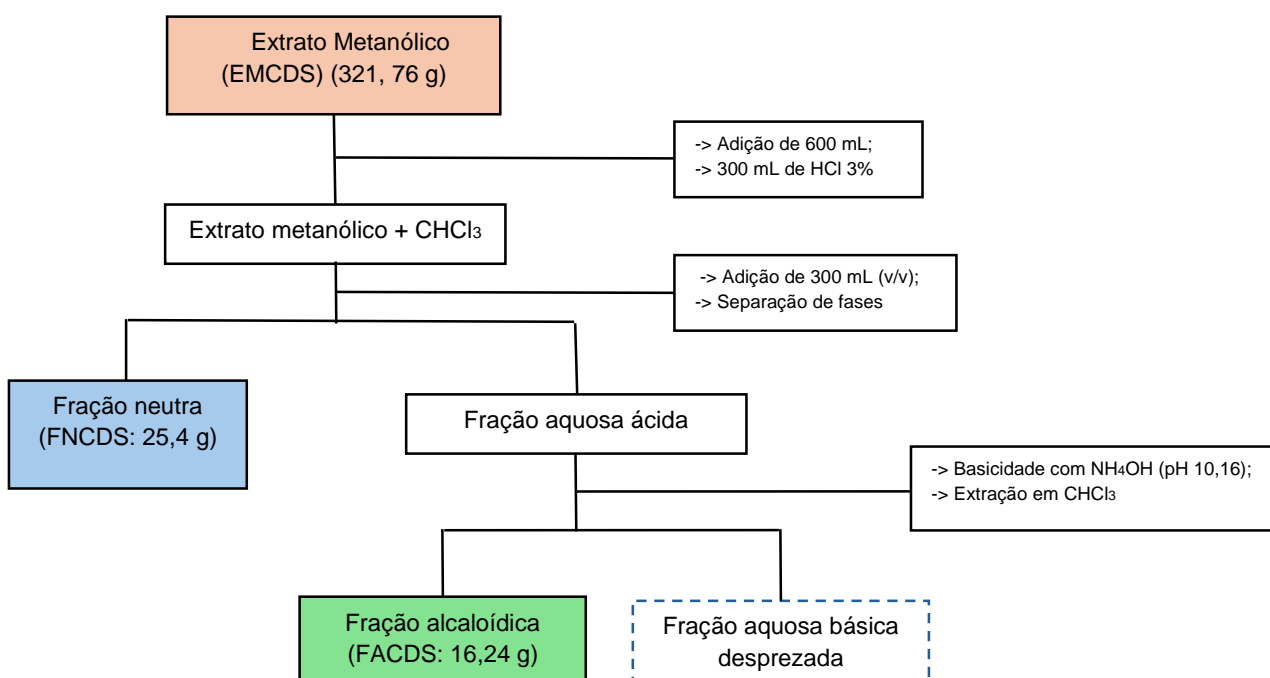
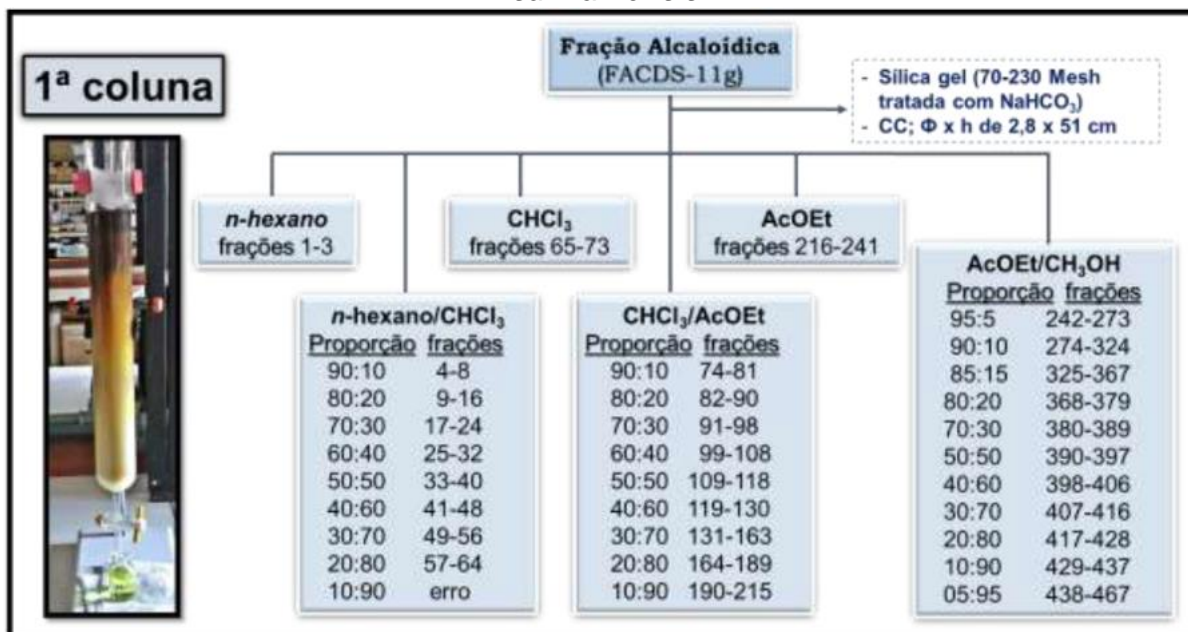


Figura 5. Primeiro fracionamento cromatográfico da fração alcaloídica de *Duguetia surinamensis*.



Fonte: Paz (2022).

Tabela 1. Reunião das frações obtidas do 1º fracionamento cromatográfico

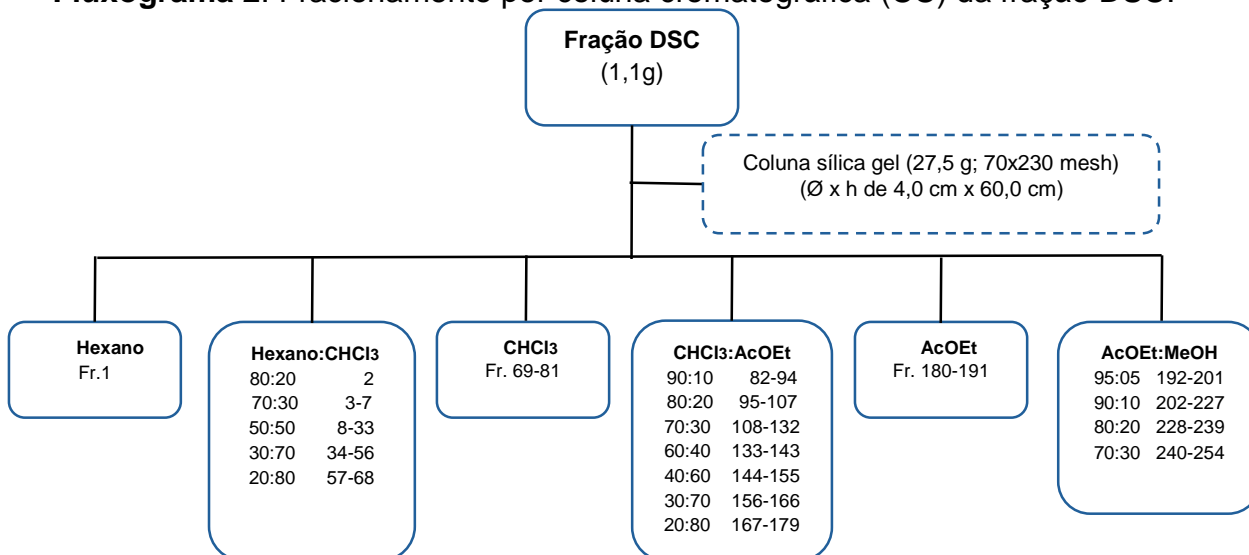
Grupo de frações	Frações	Massa (g)	Procedimento cromatográfico
1FACDS-1	1-3	0,0198	Não utilizada
1FACDS-2	4-16	1,513	Não utilizada
1FACDS-3	17-308	4,50	Estudada por Paz (2022)
1FACDS-4	309-356	0,811	Não utilizada
1FACDS-5	357-393	0,3461	Não utilizada
1FACDS-6	394-449	1,083	Não utilizada
1FACDS-7	450-467	0,3830	Não utilizada

4.4 ESTUDO FITOQUÍMICO DA FRAÇÃO ENRIQUECIDA DA FASE DICLOROMETANO BÁSICA (1FACDS-4 E 1FACDS-5)

As frações 1FACDS-4 e 1FACDS-5 foram reunidas devido a seu perfil cromatográfico semelhante, obtendo-se cerca de 1,1 g da reunião dessas frações provenientes do tratamento ácido-base do extrato metanólico das cascas do caule de *D. surinamensis* (Paz, 2022). A fração foi renomeada para DSC (*Duguetia surinamensis* casca) para facilitar a compreensão, e foi submetida ao fracionamento cromatográfico utilizando a técnica de coluna cromatográfica de sílica gel e eluída com

hexano (C₆H₁₂), clorofórmio (CHCl₃), acetato de etila (AcOEt) e metanol (CH₃OH) em misturas de polaridades crescentes, resultando em 254 frações (Fluxograma 2).

Fluxograma 2. Fracionamento por coluna cromatográfica (CC) da fração DSC.



As frações obtidas foram analisadas por cromatografia em camada delgada analítica (CCDA), utilizando solução anisaldeído, Dragendorff e irradiação de luz UV_{254nm} como reveladores, e posteriormente foram reunidas de acordo com o perfil químico, resultando em 19 grupos de frações, codificadas como DSC-*n* onde *n* representa o número da fração (Tabela 2).

Tabela 2. Relação entre grupo de frações/amostras isoladas da fração DSC.

Frações	Grupo de Frações DSC	Massa (mg)	Amostras isoladas	Quantidade (mg)
1-2	01	3,9		
3-5	02	10,0		
6-7	03	11,7		
8-11	04	23,2		
12-21	05	11,2		
22-43	06	24,7	DSC-6.3 DSC-6.4	2,5 2,5
44-63	07	107,7		
64-83	08	189,9		
84-99	09	131,4		
100-117	10	108,2		
118-135	11	95,5	DSC-11.3 DSC-11.4	37,9 4,6
136-158	12	25,3		

159-179	13	6,9
180-197	14	8,9
198-207	15	107,8
208-211	16	59,9
212-213	17	35,6
214-229	18	99,4
230-254	19	55,4

A Figura 6 apresenta as CCDAs correspondentes às reuniões 1 a 6, a partir da análise de perfis cromatográficos escolheu-se a mais “pura” entre as reuniões. Neste caso, a reunião 6 (DSC-6) por apresentar spots bem separados e por aparentar melhor pureza.

Figura 6. Cromatografia em camada delgada analítica das reuniões DSC-1 a DSC-6



A Figura 7 apresenta as CCDAs correspondentes às reuniões seguintes (6 a 11), a partir da análise de perfis cromatográficos escolheu-se a mais “pura” entre as reuniões. Neste caso, a reunião 6 (DSC-6) e 7 (DSC-7) por apresentar *spots* bem separados e perfis semelhantes.

Figura 7. Cromatografia em camada delgada analítica das reuniões DSC-6 a DSC-11.



A Figura 8 apresenta as CCDAs correspondentes às reuniões seguintes (11 a 19), a partir da análise de perfis cromatográficos escolheu-se a mais “pura” entre as reuniões. Neste caso, a reunião 11 (DSC-11) e 12 (DSC-12) por apresentar *spots* bem separados e perfis semelhantes.

Figura 8. Cromatografia em camada delgada analítica das reuniões DSC-11 a DSC-19.

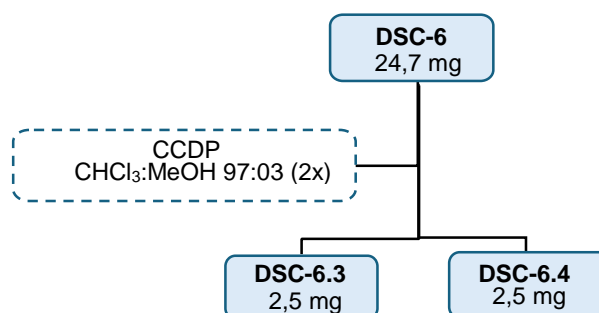


4.5 ESTUDO CROMATOGRÁFICO DA FRAÇÃO DSC-6

Conforme o Fluxograma 3, o resultado do estudo da fração DSC-6 (24,7 mg) por cromatografia em camada delgada preparativa (CCDP) resultou no isolamento de

duas frações, codificadas como DSC-6.3 e DSC-6.4 que apresentaram bons graus de pureza após a análise por CCDA. As amostras foram submetidas à análise por RMN de ^1H e ^{13}C .

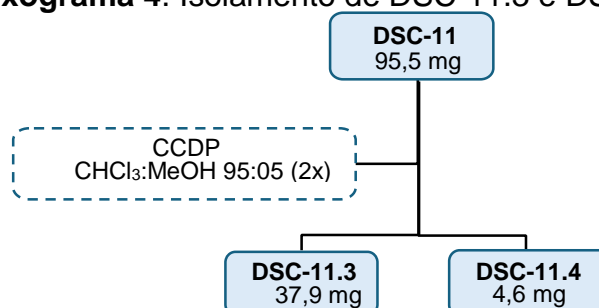
Fluxograma 3. Isolamento de DSC-6.3 e DSC-6.4.



4.6 ESTUDO CROMATOGRÁFICO DA FRAÇÃO DSC-11

Conforme o Fluxograma 4, o resultado do estudo da fração DSC-11 (95,5 mg) por cromatografia em camada delgada preparativa (CCDP) resultou no isolamento de duas frações, codificadas como DSC-11.3 e DSC-11.4 que apresentaram bons graus de pureza após a análise por CCDA. As amostras foram submetidas à análise por RMN de ^1H e ^{13}C .

Fluxograma 4. Isolamento de DSC-11.3 e DSC-11.4.



5. RESULTADOS E DISCUSSÃO

O estudo fitoquímico da fração enriquecida DSC, obtida da fase diclorometano básica do extrato metanólico das cascas de *D. surinamensis*, utilizando métodos cromatográficos (CC, CCDA e CCDP), possibilitou o isolamento de quatro amostras, todas pertencentes à classe dos alcaloides aporfinoides (DSC-6.3, DSC-6.4, DSC-11.3 e DSC-11.4). As amostras isoladas foram submetidas a análises espectroscópicas de RMN de ^1H e ^{13}C , cujos resultados foram posteriormente interpretados e discutidos, com a finalidade da identificação estrutural correta e inequívoca dessas amostras.

5.1 IDENTIFICAÇÃO E DETERMINAÇÃO ESTRUTURAL DAS SUBSTÂNCIAS ISOLADAS DA FRAÇÃO ENRIQUECIDA DSC DA FASE DICLOROMETANO BÁSICA DAS CASCAS DE *D. surinamensis*

5.1.1. Identificação estrutural da DSC-6.3

A fração DSC-6.3 (2,5 mg) apresentou-se como um sólido amorfo alaranjado com absorção na luz UV_{254nm} quando irradiado. Após a revelação com o reagente Dragendorff, essa substância apresentou uma coloração alaranjada, resultado positivo indicativo da presença de nitrogênio na estrutura, um provável alcaloide.

Com base nas análises do espectro de RMN de ^1H (500 MHz, CDCl_3) (Figura 9, Figura 10, Figura 11 e Figura 12), constatou-se a presença de 13 hidrogênios, sendo 5 sinais na região aromática: um par de hidrogênios piridínicos adjacentes em δ 8,88 (1H, *d*) e 7,75 (1H, *d*) ($J= 5,2$ Hz), três sinais não adjacentes, δ 8,02 (1H, *s*), 8,00 (1H, *s*) e 7,14 (1H, *s*), sendo os simpletos correspondentes aos hidrogênios do anel D.

Figura 9. Espectro de RMN de ^1H (500 MHz, CDCl_3) da amostra DSC-6.3

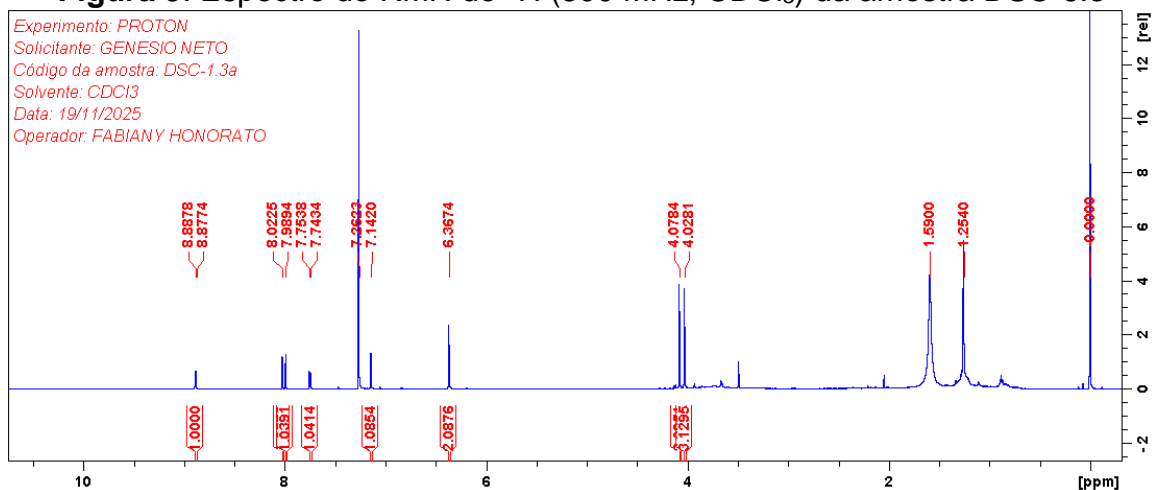


Figura 10. Ampliação da região entre 8,93 – 7,70 ppm do espectro de RMN de ^1H (500 MHz, CDCl_3) de DSC-6.3.

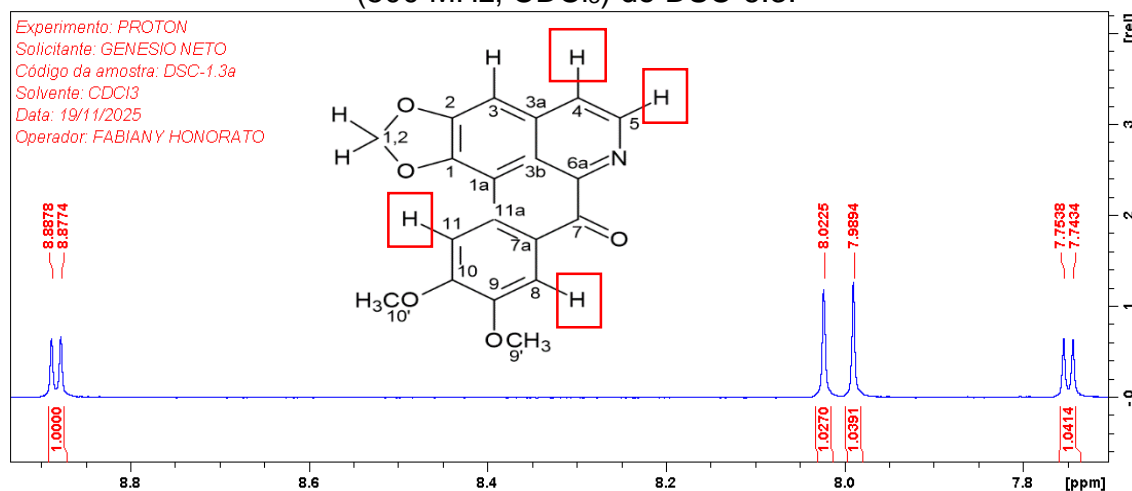


Figura 11. Ampliação da região entre 7,17 – 6,32 ppm do espectro de RMN de ^1H (500 MHz, CDCl_3) de DSC-6.3.

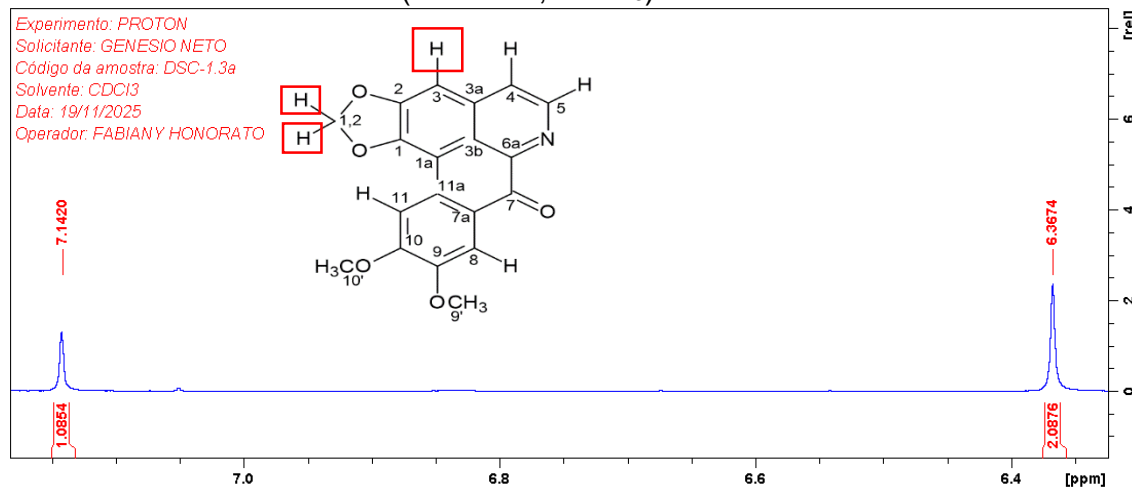
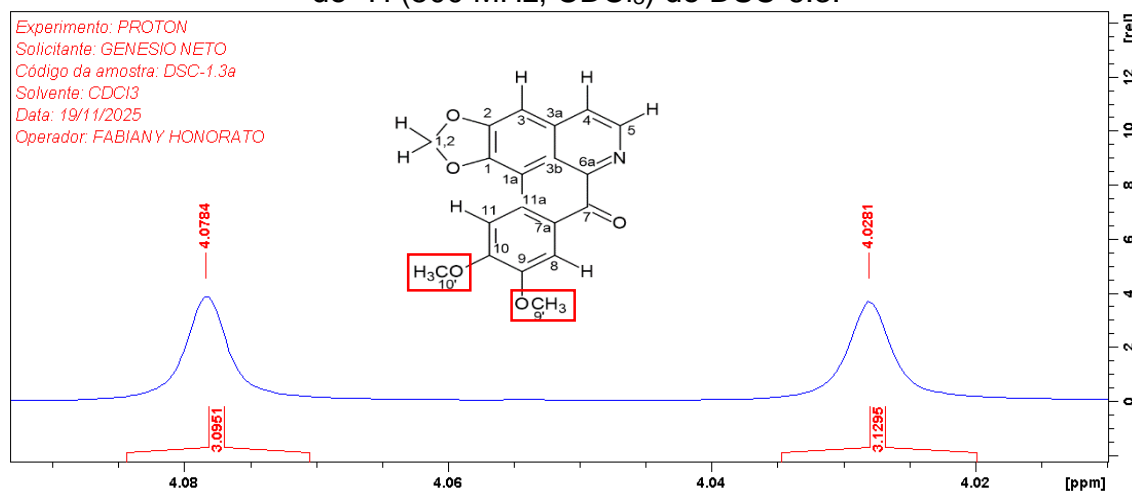


Figura 12. Ampliação da região entre 4,09 – 4,01 ppm do espectro de RMN de ^1H (500 MHz, CDCl_3) de DSC-6.3.



Além disso, através da comparação dos espectros de RMN de ^1H (Figura 13; Tabela 3) com uma amostra padrão já isolada pelo grupo de pesquisa, foi possível confirmar a presença do alcaloide dicentrinona. Este é o terceiro relato na espécie *D. surinamensis*, sendo o primeiro e o segundo realizados pelo grupo de pesquisa GEQBiom.

Figura 13. Sobreposição dos espectros de RMN de ^1H do padrão em azul (*dicentrinona*) e da amostra DSC-6.3 em vermelho, ambos em 500 MHz e CDCl_3 .

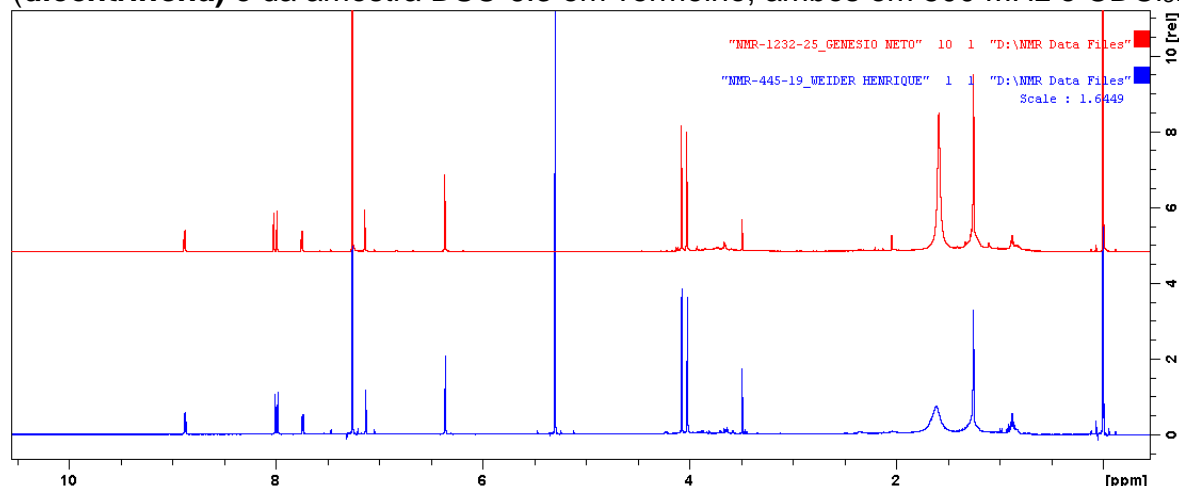


Tabela 3. Dados de RMN de ^1H para a amostra DSC-6.3.

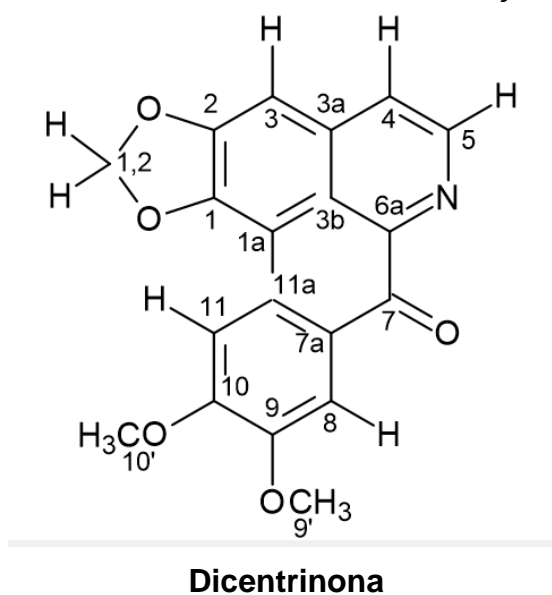
N°	RMN- ^1H	RMN- ^1H
	δ_{H} : multi; J (Hz) ^a	δ_{H} : multi; J (Hz) ^b
	DSC-6.3	Dicentrinona
3	7,14 (1H, s)	7,11 (1H, s)

4	7,75 (1H, d, 5,2)	7,73 (1H, d, 5,2)
5	8,88 (1H, d, 5,2)	8,87 (1H, d, 5,2)
8	8.00 (1H, s)	7,95 (1H, s)
11	8,02 (1H, s)	7,96 (1H, s)
1,2 (OCH ₂ O)	6,37 (2H, s)	6,36 (2H, s)
9' – OCH ₃	4,08 (3H, s)	4,06 (3H, s)
10' – OCH ₃	4,03 (3H, s)	4,00 (3H, s)

^aExperimento realizado a 500 MHz para ¹H em CDCl₃, utilizando o TMS como padrão de referência interno. ^bMultiplicidades determinadas pelo espectro de ¹H. PAZ, W. H. P., 2022 (¹H: 500 MHz, CDCl₃).

Com base, nas análises de RMN de ¹H, bem como comparação com os dados da literatura foi possível identificar DSC-6.3 como sendo o alcaloide oxoaporfínico dicentrinona (Figura 14).

Figura 14. Estrutura da substância isolada da fração DSC-6.3



5.1.2. Identificação estrutural da DSC-6.4, 11.3 e 11.4

As frações DSC-6.4 (2,5 mg), DSC-11.3 (37,9 mg) e 11.4 (4,6 mg) apresentaram-se como sólidos amorfos castanhos escuros com absorção na luz UV_{254nm} quando irradiados. Após a revelação com o reagente Dragendorff, essas substâncias também apresentaram uma coloração alaranjada, resultado positivo

indicativo da presença de nitrogênio na estrutura, sendo prováveis alcaloides, conforme observado para a substância anterior.

Todas são a mesma substância e com base nas análises do espectro de RMN de ^1H (500 MHz, CDCl_3) da amostra DSC-6.4 (Figura 15, Figura 16 e Figura 17), constatou-se a presença de 20 hidrogênios, sendo cinco sinais na região aromática: dois sinais de hidrogênios típicos do anel D em δ 7,61 (1H, s) e 7,39 ppm (1H, s) referentes aos hidrogênios H-11 e H-8, 1 sinal típico do hidrogênio H-3 do anel A do sistema aporfínico dissustituído em δ 6,55 ppm (1H, s), e dois sinais em δ 6,18 e δ 6,00 ppm (d, $J= 1,3$ Hz), correlacionados com sinal de carbono em δ 101,4 ppm indicando presença de um grupo metilenodióxi (Tabela 4).

Figura 15. Espectro de RMN de ^1H (500 MHz, CDCl_3) da amostra DSC-6.4.

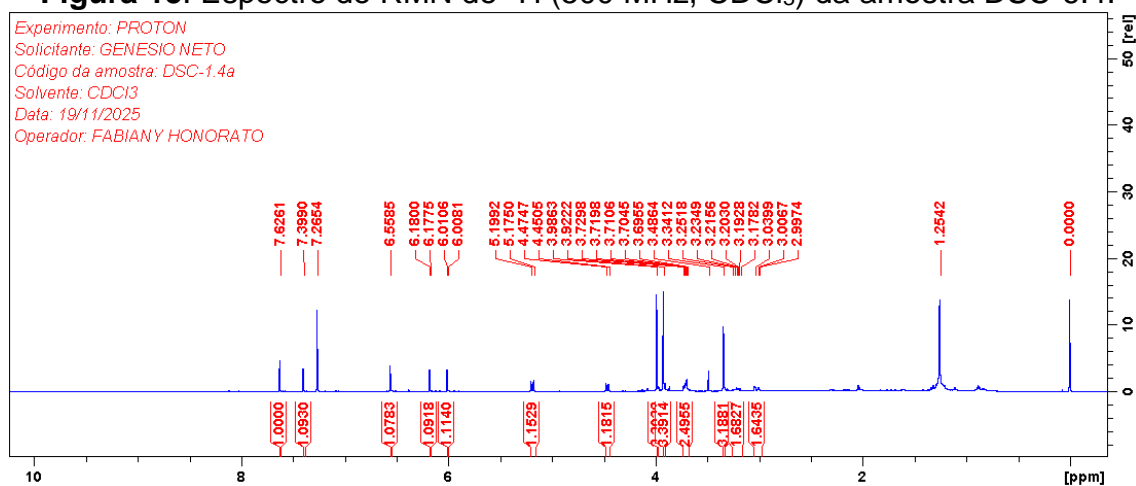


Figura 16. Ampliação da região entre 7,77 – 5,91 ppm do espectro de RMN de ^1H (500 MHz, CDCl_3) de DSC-6.4.

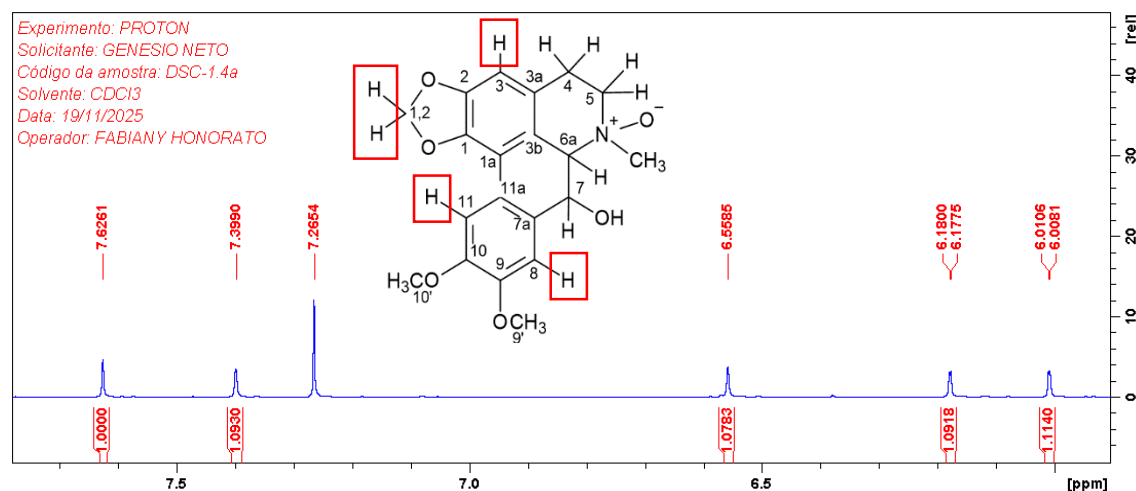
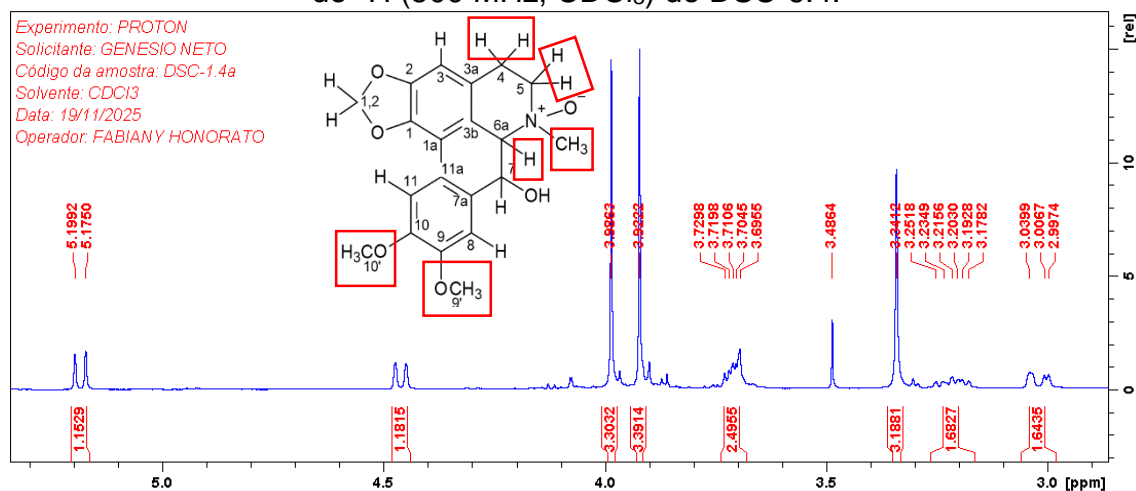


Figura 17. Ampliação da região entre 5,33 – 2,87 ppm do espectro de RMN de ^1H (500 MHz, CDCl_3) de DSC-6.4.



Além disso, através da comparação dos espectros de RMN de ^1H (Figura 18; Tabela 4) e ^{13}C (Figura 19; Tabela 4) com uma amostra padrão já isolada pelo grupo de pesquisa, foi possível confirmar a presença do alcaloide duguetina *N*-óxido. Este é o terceiro relato na espécie *D. surinamensis*, sendo o primeiro e o segundo realizados pelo grupo de pesquisa GEQBiom.

Figura 18. Sobreposição dos espectros de RMN de ^1H do padrão em azul (*duguetina N*-óxido) e da amostra DSC-6.4 em vermelho, ambos em 500 MHz e CDCl_3 .

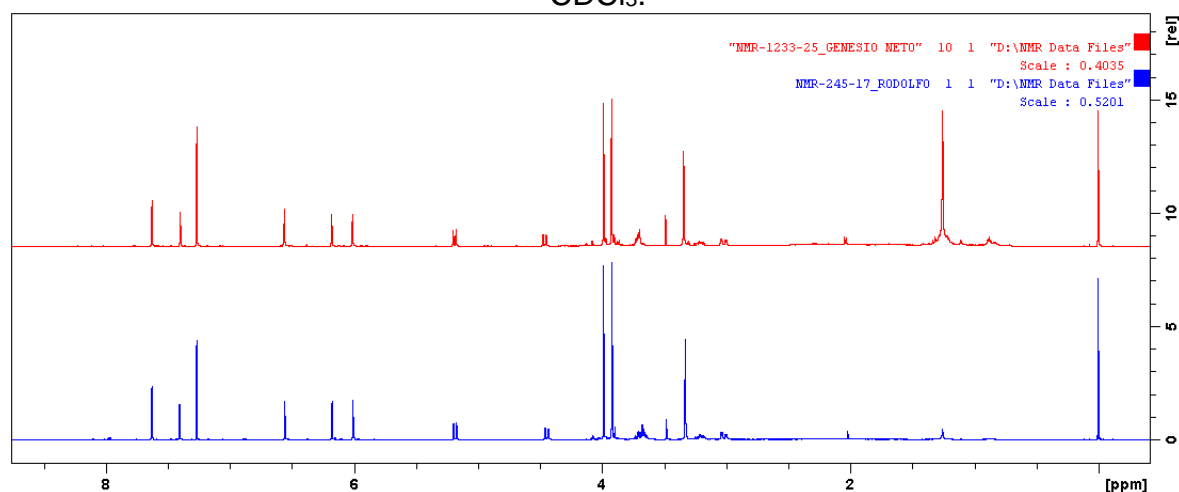
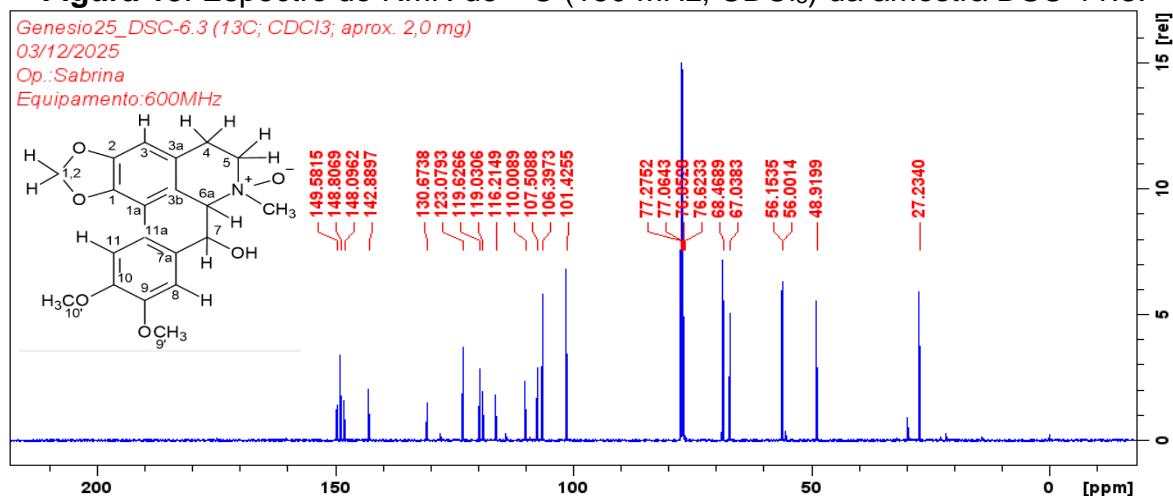


Figura 19. Espectro de RMN de ^{13}C (150 MHz, CDCl_3) da amostra DSC-11.3.**Tabela 4.** Dados espectroscópicos da amostra DSC-11.3

N°	^1H	^{13}C	^1H	^{13}C
	δ_{H} : multi; <i>J</i> (Hz) ^a	δ_{C} ^b	δ_{H} : multi; <i>J</i> (Hz) ^c	δ_{C} ^c
	DSC-11.3		Duguetina <i>N</i> -óxido	
1	-	142,9	-	142,9
1a	-	116,2	-	116,2
2	-	148,8	-	148,8
3	6,55 (1H, s)	106,4	6,55 (1H, s)	106,1
3a	-	123,1	-	123,0
3b	-	119,0	-	119,1
4	3,01 (1H, <i>dd</i> , 17,7 e 4,8) 3,21 (1H, <i>m</i>)	27,2	3,01 (1H, <i>dd</i> , 17,7 e 4,8) 3,19 (1H, <i>m</i>)	27,3
5	3,70 (1H, <i>m</i>) 3,69 (1H, <i>m</i>)	67,0	3,65 (1H, <i>m</i>) 3,65 (1H, <i>m</i>)	67,2
6	3,33 (3H, s)	48,9	3,32 (3H, s)	49,0
6a	4,44 (1H, <i>d</i> , 12,2)	76,8	4,44 (1H, <i>d</i> , 12,1)	76,6

7	5,17 (1H, <i>dd</i> , 0,8 e 12,2)	68,5	5,18 (1H, <i>dd</i> , 0,8 e 12,1)	68,5
7a	-	130,7	-	130,7
8	7,39 (1H, <i>s</i>)	107,5	7,40 (1H, <i>s</i>)	107,6
9	-	149,6	-	149,5
10	-	148,1	-	148,0
11	7,61 (1H, <i>s</i>)	110,0	7,62 (1H, <i>s</i>)	110,0
11a	-	119,6	-	119,2
(1,2) (OCH₂O)	6,00 (1H, <i>d</i> , 1,1)	101,4	6,00 (1H, <i>d</i> , 1,1)	101,4
	6,18 (1H, <i>d</i> , 1,1)		6,17 (1H, <i>d</i> , 1,1)	
9' - OCH₃	3,98 (3H, <i>s</i>)	56,2	3,98 (3H, <i>s</i>)	56,1
10' - OCH₃	3,92 (3H, <i>s</i>)	56,0	3,92 (3H, <i>s</i>)	56,1

^aExperimento realizado a 600 MHz para ¹H em CDCl₃, utilizando o TMS como padrão de referência interno. ^bExperimento realizado a 150 MHz para ¹³C em CDCl₃. ^cMultiplicidades determinadas pelos espectro de ¹H e ¹³C. OLIVEIRA, R. N., 2017 (¹H (CDCl₃, 500 MHz; ¹³C (CDCl₃, 125 MHz)).

Posteriormente, através de outra comparação por RMN de ¹H com as frações DSC-11.3 (Figura 20) e DSC-11.4 (Figura 21) se observou comportamentos semelhantes contendo os mesmos compostos. Com base nessas análises preliminares as amostras DSC-6.4 e DSC-11.3 foram reunidas rendendo uma massa total de 40,4 mg e recodificada como DSC-6.4/11.3. A amostra DSC-11.4 irá passar por uma repurificação com o intuito de eliminar impurezas e futuramente será reunida com a fração DSC-6.4/11.3.

Figura 20. Sobreposição dos espectros de RMN de ^1H da amostra DSC-6.4 em vermelho (*duguetina N-óxido*) em 500 MHz e CDCl_3 e da amostra DSC-11.3 em azul em 600 MHz e CDCl_3 .

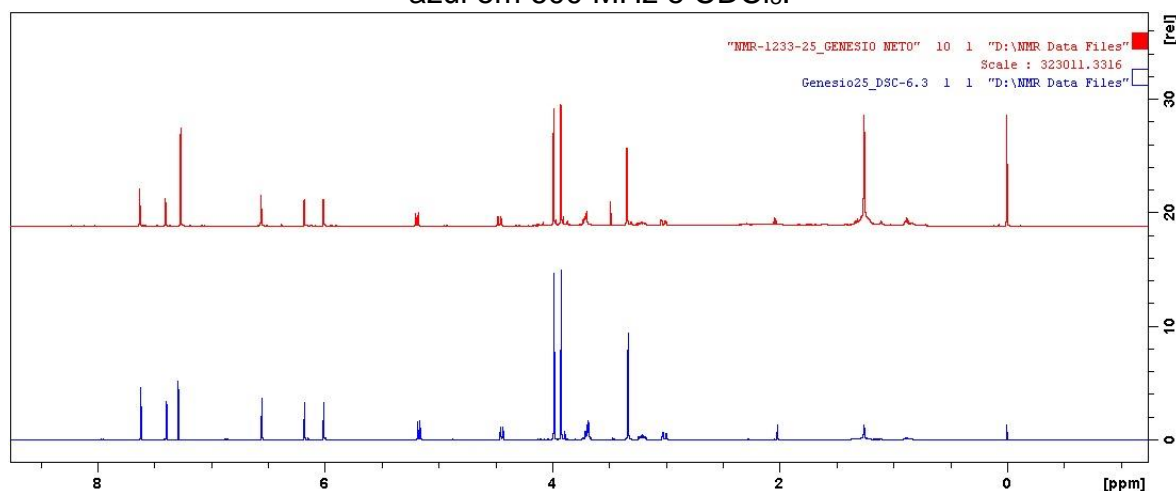
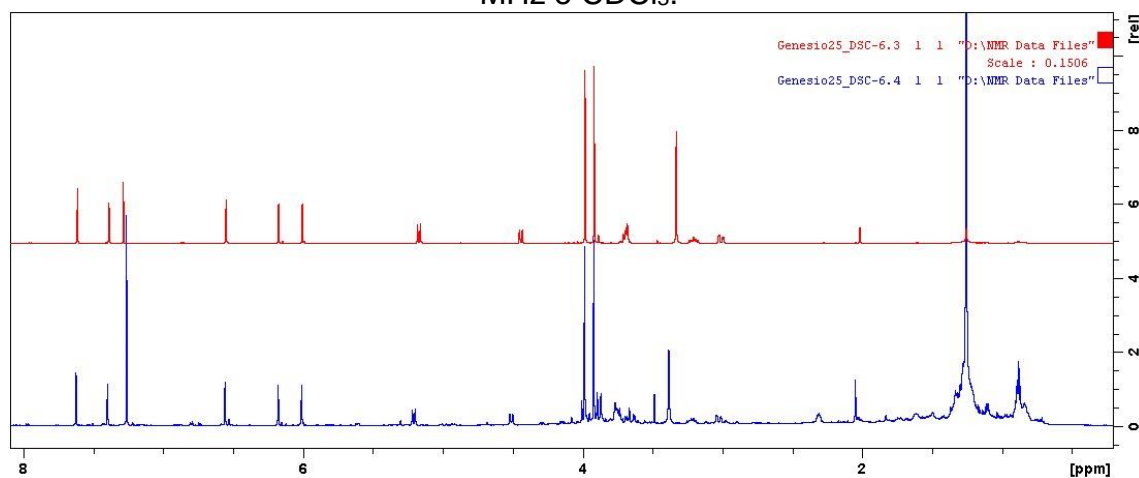
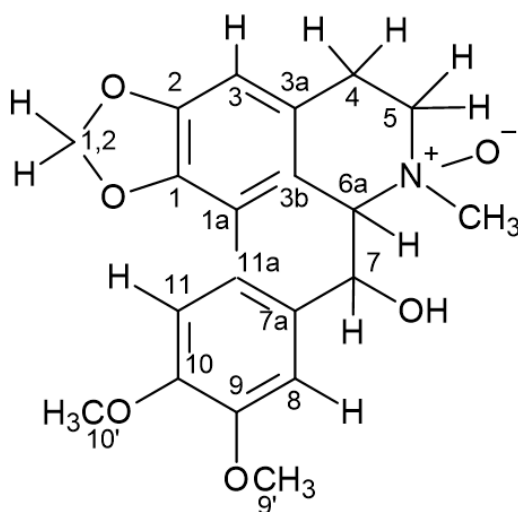


Figura 21. Sobreposição dos espectros de RMN de ^1H da amostra DSC-11.3 em vermelho (*duguetina N-óxido*) e da amostra DSC-11.4 em azul, ambos em 600 MHz e CDCl_3 .



Com base, nas análises de RMN de ^1H , bem como comparação com os dados da literatura foi possível identificar DSC-6.4, DSC-11.3 e DSC-11.4 como sendo o alcaloide aporfínico 7-substituído *duguetina N-óxido* (Figura 22).

Figura 22. Estrutura da substância isolada das fração DSC-6.4, DSC-11.3 e DSC-11.4.



Duguetina *N*-óxido

6. CONSIDERAÇÕES FINAIS

O estudo fitoquímico das frações enriquecidas da fase diclorometano básica das cascas de *D. surinamensis* possibilitou o isolamento e a identificação de dois alcaloides da classe aporfinoide, a dicentrinona (DSC-6.3) e a duguetina-*N*-óxido (DSC-6.4, DSC-11.3, DSC-11.4), por meio da aplicação de técnicas cromatográficas convencionais, como cromatografia em coluna (CC) e cromatografia em camada delgada preparativa e analítica (CCDP e CCDA). A elucidação estrutural dos compostos foi realizada com base em análises espectroscópicas de ressonância magnética nuclear de ^1H e ^{13}C , incluindo experimentos unidimensionais e bidimensionais (1D/2D), os quais forneceram informações suficientes e consistentes para a caracterização das substâncias isoladas.

A espectrometria de massas por eletrospray em modo positivo, utilizando análises em *full scan* e fragmentação, não pôde ser realizada no período previsto devido a limitações operacionais, uma vez que o equipamento encontrava-se inoperante por problemas técnicos. Diante dessa restrição, optou-se pelo envio das amostras para análises de RMN nos laboratórios do Instituto Nacional de Pesquisas da Amazônia (INPA) e da Universidade Federal do Amazonas (UFAM), assegurando a continuidade do estudo e a obtenção de dados estruturais confiáveis.

Apesar das limitações, os resultados obtidos reforçam a relevância de *D. surinamensis* como fonte de metabólitos especializados bioativos e evidenciam a

importância da continuidade dos estudos químicos e biológicos com a espécie. Trabalhos futuros poderão complementar a caracterização estrutural por meio de espectrometria de massas e ampliar as investigações farmacológicas, com ênfase em atividades antiparasitárias, antimicrobianas, inseticidas, antitumorais e anti-inflamatórias, visando à prospecção de moléculas com potencial para aplicação farmacêutica.

7. REFERÊNCIAS

AL KAZMAN, B. S. M.; HARNETT, J. E.; HANRAHAN, J. R. Traditional uses, phytochemistry and pharmacological activities of Annonaceae. **Molecules**, v. 27, n. 11, p. 3462, 2022. DOI: 10.3390/molecules27113462. Disponível em: <https://www.mdpi.com/1420-3049/27/11/3462>. Acesso em: 8 set. 2025.

ALMEIDA, J. R. G. S. *et al.* Antinociceptive activity of ethanol extract from *Duguetia chrysocarpa* Maas (Annonaceae). **The Scientific World Journal**, n. 859210, p. 1-6, 2012.

AMINIMOGHADAMFAROUJ, N.; NEMATOLLAHI, A.; WIART, C. Annonaceae: bio-resource for tomorrow's drug discovery. **Journal of Asian Natural Products Research**, v. 13, n. 5, p. 465–476, 2011. DOI: 10.1080/10286020.2011.570265. Disponível em: <https://www.tandfonline.com/doi/abs/10.1080/10286020.2011.570265>. Acesso em: 8 set. 2025.

BAZANTE, M.; ALVES, M. A new species of *Duguetia* (Annonaceae) from the Atlantic Forest of northeastern Brazil. **Phytotaxa**, v. 314, n. 2, p. 266-272, 2017.

CHATROU, L. W. *et al.* A new subfamilial and tribal classification of the pantropical flowering plant family Annonaceae informed by molecular phylogenetics. **Botanical Journal of the Linnean Society**, v. 169, n. 1, p. 5-40, 2012. Acesso em: 7 set. 2025.

COURTOIS, E. A. *et al.* Diversity of the volatile organic compounds emitted by 55 species of tropical trees: a survey in French Guiana. **Journal of Chemical Ecology**, v. 35, n. 11, p. 1349-1362, 2009.

DAVIES, J.; RYAN, K. S. Introducing the parvome: bioactive compounds in the microbial world. **ACS Chemical Biology**, v. 7, n. 2, p. 252–259, 2012. DOI: 10.1021/cb200337h.

ERKENS, R. H. J. *et al.* A decade of uncertainty: resolving the phylogenetic position of *Diclinanona* (Annonaceae), including taxonomic notes and a key to the species. **Taxon**, v. 63, p. 1244–1252, 2014. DOI: 10.12705/636.34. Acesso em: 8 set. 2025.

FEITOSA, C. M. *et al.* Annonaceae species: a perspective for developing phytomedicines for Alzheimer's disease. In: BHATTACHARJEE, A.; RAMAKRISHNA, A.; OBULESU, M. (Eds.). **Phytomedicine and Alzheimer's Disease**. 1. ed. [s.l.]: CRC Press, 2021. p. 1–9.

FORZZA, R. C. **Catálogo de fungos e plantas do Brasil**. 1. ed. Rio de Janeiro: Jardim Botânico do Rio de Janeiro, v. 1, p. 603-614, 2010.

GONÇALVES, G. L. P. *et al.* Compounds from *Duguetia lanceolata* St.-Hil. (Annonaceae) bioactive against *Zabrotes subfasciatus* (Boheman) (Coleoptera: Chrysomelidae: Bruchinae). **Industrial Crops and Products**, v. 97, p. 360–367, 2017.

GRANDTNER, M. M.; CHEVRETE, J. **Dictionary of Trees, Volume 2. South America: Nomenclature, Taxonomy and Ecology**. Quebec, Canada: Elsevier, 2014. 1128 p.

LOBÃO, A. Q.; BAZANTE, M. L. *Duguetia in Flora e Funga do Brasil*. Jardim Botânico do Rio de Janeiro. Disponível em: <https://floradobrasil.jbrj.gov.br/FB110296>. Acesso em: 29 set. 2025.

LOPES, J. C.; MELLO-SILVA, R. Diversidade e caracterização das Annonaceae do Brasil. **Revista Brasileira de Fruticultura**, v. 36, p. 125-131, 2014.

LÚCIO, A. S. S. C. *et al.* Alkaloids of the Annonaceae: occurrence and a compilation of their biological activities. **Alkaloids: Chemistry and Biology**, v. 74, p. 233–409, 2015. DOI: 10.1016/bs.alkal.2014.09.002. Acesso em: 8 set. 2025.

MAAS, P. J. M. *et al.* Flora da Reserva Ducke, Amazonas, Brasil: Annonaceae. **Rodriguésia**, v. 58, p. 617–662, 2007. DOI: 10.1590/2175-7860200758307. Disponível em: <https://www.scielo.br/j/rod/a/4kbD8P75DBgG4sKwJYDdGSm/>. Acesso em: 8 set. 2025.

MAAS, P. J. M.; WESTRA, L. Y. T.; CHATROU, L. W. **Flora Neotropical Monograph 88: Duguetia (Annonaceae)**. New York: Jardim Botânico de New York, v. 88, 2003. 275 p.

MATTOS, F. J. A. **Introdução à fitoquímica experimental**. 2ª Ed. Universidade Federal do Ceará, Fortaleza, 141p, 1997. Acesso em: 23 set. 2025.

MENEZES, R. P. B. *et al.* Secondary metabolites extracted from Annonaceae and chemotaxonomy study of terpenoids. **Journal of the Brazilian Chemical Society**, v. 32, p. 2061–2070, 2021. DOI: 10.21577/0103-5053.20210097. Disponível em: <https://www.scielo.br/j/jbchs/>. Acesso em: 8 set. 2025.

MUNIER, R., *apud* MERCK. 1971. **Dyeing reagents for thin layer and paper chromatography**. E. Merck, Darmstadt, Germany, 118p, 1953. Acesso em: 23 set. 2025.

NARDELLI, V. B. *et al.* Isoquinoline-derived alkaloids and one terpene lactone from the leaves of *Duguetia pycnastera* (Annonaceae). **Biochemical Systematics and Ecology**, v. 94, n. 104206, p. 1-4, 2021.

NGOUONPE, A. W. *et al.* Natural products from the medicinal plant *Duguetia staudtii* (Annonaceae). **Biochemical Systematics and Ecology**, v. 83, p. 22-25, 2019.

OGERON, C. *et al.* Palikur traditional roundwood construction in eastern French Guiana: ethnobotanical and cultural perspectives. **Journal of Ethnobiology and Ethnomedicine**, v. 14, n. 1, p. 1–18, 2018.

OLIVEIRA, R. N. Estudo fitoquímico e investigação da atividade citotóxica das cascas do caule de *Duguetia surinamensis* (Annonaceae). 2017. **Dissertação (Mestrado em Química)** – Universidade Federal do Amazonas, Manaus, 2017. Disponível em: <https://tede.ufam.edu.br/handle/tede/6317>. Acesso em: 7 set. 2025.

OLIVEIRA, R. N. *et al.* Duguetinine, an isoquinoline-derived alkaloid with an unprecedented skeleton from the bark of *Duguetia surinamensis* (Annonaceae). In: **41ª Reunião Anual da Sociedade Brasileira de Química: Construindo o Amanhã**, Foz do Iguaçu–PR, 2018.

PADMANABHAN, P.; PALIYATH, G. **Annonaceous Fruits**. 1. ed. [s.l.]: Elsevier Ltd., 2015.

PANDIYAN, R.; ILANGO, K. Análise por CG-EM de compostos bioativos presentes em diferentes extratos das folhas de uma árvore endêmica, *Huberantha senjiana* (Annonaceae). **Research Journal of Pharmacy and Technology**, v. 16, n. 4, p. 1581–1586, 2023. DOI: 10.52711/0974-360X.2023.00258. Disponível em: <https://rjptonline.org/AbstractView.aspx?PID=2023-16-4-6>. Acesso em: 7 set. 2025.

PAZ, W. H. P. Investigação fitoquímica com auxílio de molecular networking e atividade citotóxica de *Duguetia surinamensis* (Annonaceae). 2022. **Tese (Doutorado em Química)** – Universidade Federal do Amazonas, Manaus, 2022. Disponível em: <https://tede.ufam.edu.br/handle/tede/8843>. Acesso em: 6 set. 2025.

PAZ, W. H. P. *et al.* Structure-based molecular networking for the target discovery of oxahomoaporphine and 8-oxohomoaporphine alkaloids from *Duguetia surinamensis*. **Journal of Natural Products**, v. 82, n. 8, p. 2220-2228, 2019.

PÉREZ, E. G.; CASSELS, B. K. Alkaloids from the genus *Duguetia*. In: CORDELL, G. A. **The alkaloids: chemistry and biology**. Chennai: Academic Press, v. 68, p. 83-156, 2010.

RIJKERS, T.; PONS, T. L.; BONGER, F. The effect of tree height and light availability on photosynthetic leaf traits of four neotropical species differing in shade tolerance. **Functional Ecology**, v. 14, n. 1, p. 77-86, 2000.

SALDANHA, A. A. *et al.* Chemical composition and evaluation of the anti-inflammatory and antinociceptive activities of *Duguetia furfuracea* essential oil. **Journal of Ethnopharmacology**, v. 231, n. 1, p. 325-336, 2019.

SANTANA, M. D. O. *et al.* O poder das plantas medicinais: uma análise histórica e contemporânea sobre a fitoterapia na visão de idosas. **Multidebates**, v. 2, n. 2, p. 10-27, 2018.

SANTOS, J. H. C. *et al.* O uso de produtos naturais e fitoterápicos no tratamento de feridas. **Centro de Pesquisas Avançadas em Qualidade de Vida (CPAQV)**, v. 17, n. 2, 2025. DOI: 10.36692/V17N2-33R. Disponível em: <https://www.researchgate.net/publication/391582152>. Acesso em: 8 set. 2025.

SANTOS, L. S. *et al.* Xylopine induces oxidative stress and causes G2/M phase arrest, triggering caspase-mediated apoptosis by p53-independent pathway in HCT116 cells. **Oxidative Medicine and Cellular Longevity**, v. 2017, p. 1-13, 2018.

SÃO JOSÉ, A. R. *et al.* Atualidades e perspectivas das Anonáceas no mundo. **Revista Brasileira de Fruticultura**, v. 36, n. spe1, p. 86–93, 2014.

SIQUEIRA, J. M. *et al.* Estudo fitoquímico das cascas do caule de *Duguetia glabriuscula* - Annonaceae, biomonitorado pelo ensaio de toxicidade frente a *Artemia salina* Leach. **Química Nova**, v. 24, n. 2, p. 185–187, 2001.

SOUZA, C. A. S. *et al.* Asarone-derived phenylpropanoids and isoquinoline-derived alkaloids from the bark of *Duguetia pycnastera* (Annonaceae) and their cytotoxicities. **Química Nova**, v. 43, n. 10, p. 1397-1403, 2020.

TEICHERT, H. *et al.* A novel pollination mode, saprocanthrophily, in *Duguetia cadaverica* (Annonaceae): a stinkhorn (Phallales) flower mimic. **Flora**, v. 207, p. 522-529, 2012.

WOGUEM, V. *et al.* Volatile oil from striped African pepper (*Xylopia parviflora*, Annonaceae) possesses notable chemopreventive, anti-inflammatory and antimicrobial potential. **Food Chemistry**, v. 149, p. 183–189, 2014.

XUE, B. *et al.* Accelerated diversification correlated with functional traits shapes extant diversity of the early divergent angiosperm family Annonaceae. **Molecular Phylogenetics and Evolution**, v. 142, p. 106659, 2020.