

DESENVOLVIMENTO DE SISTEMAS ETANÓLICOS BIFÁSICOS FORMADOS POR POLIPROPILENO GLICOL E LÍQUIDOS IÔNICOS PRÓTICOS PARA PARTICIONAMENTO DE TAGITININA C

Milena Morgado Borges¹ (PIBIC/CNPq), e-mail: borges2milena@gmail.com;
Josefa Patrícia Jesus dos Santos², Cleide Mara Faria Soares^{1,2}, Ranyere Lucena de
Souza^{1,2}, Thiago Rodrigues Bjerk^{1,2},
Álvaro Silva Lima^{1,2} (Orientador), e-mail: aslima2001@yahoo.com.br.

¹Universidade Tiradentes/Engenharia Química/Aracaju/SE.

²Instituto de Tecnologia e Pesquisa/Aracaju/SE.

3.06.00.00-6 – Engenharia Química; 3.00.00.00-9 – Engenharias

RESUMO

Introdução: A *Tithonia diversifolia* (margaridão) é uma planta de clima tropical e subtropical, utilizada na medicina popular por se destacar com seus diversos princípios bioativos com potencial atividade imunomoduladora, cardioprotetora e antiparasitária. Seu extrato são compostos por biomoléculas como a Tagitinina C e compostos fenólicos vistos nesse trabalho como contaminantes. Esta diversidade de moléculas indica que é necessário aplicar procedimentos de purificação das moléculas alvo, como os Sistemas Etanólico Bifásicos (SEB) recentemente apresentados à literatura pelo nosso grupo de pesquisa. **Objetivo(s):** Este trabalho tem como meta a extração da Tagitinina C, oriunda da *T. diversifolia*, com solventes orgânicos, integrado ao processo de purificação utilizando SEB baseados em líquidos iônicos próticos (LIP), etanol e polipropilenoglicol (PPG 2000 g/mol). **Metodologia:** A biomassa das folhas de *Thitonia diversifolia* foi coletada no campus da Universidade Tiradentes (Aracaju-SE), durante o período de baixo índice pluviométrico, em seguida, foi processada e armazenada. Para a extração sólido-líquido, foram utilizados diferentes solventes orgânicos (acetona, acetonitrila, metanol e etanol), e diferentes condições operacionais. A extração foi conduzida utilizando diferentes condições experimentais, tais como: razão sólido-líquido m/v (1:10 a 1:100), temperatura (288,15 a 328,15 K), e tempo de extração (5 a 180 min). Diagrama de fases para os SEBs foram obtidos com diferentes LIP (cátions: monoetanolamina, dietanolamina e trietanolamina, e ânions: ácidos orgânicos: acético, propanoico e butanoico) + PPG 2000 e etanol aplicando o método de ponto de turvação à 298,15 ± 1,00 K e 0,10 ± 0,01 Mpa, estabelecido em trabalhos anteriores por Buarque e colaboradores¹; Lima e colaboradores². A purificação da Tagitinina C foi realizada nestes sistemas determinando o coeficiente de partição (K), eficiência de extração (EE) e seletividade (S). **Resultados:** A Tagitinina C foi melhor extraída utilizando o etanol como solvente nas condições de razão sólido líquido 1:10 m/v, tempo 90 minutos e temperatura de 308,15 K, rendendo 702,1 ± 0,5 µg/mL de tagitinina C. Os SEBs, apresentaram uma boa formação de sistema. Os LIPs para os sistemas formados atuaram como agente *salting-out*, promovendo assim a separação de fases. Para todos os sistemas estudados a Tagitinina C migrou preferencialmente para a fase de topo rica em PPG-2000 (log K_{ow} = -0,42), denotando sua maior hidrofobicidade, enquanto os compostos fenólicos totais (contaminantes) migraram para a fase de fundo rica em LIP (-3,42 ≤ log K_{ow} ≤ -1,53) denotando sua maior hidrofiliabilidade. Os LIP's formados por aminas primárias e ácidos orgânicos de cadeia curta (2HEAA) são mais eficientes e seletivos no processo de separação (EE = 86% e S = 18,3). Essa tendência é repetida no perfil de purificação da Tagitinina C, para a qual a molécula alvo é 3,4 vezes mais pura na fase de topo do sistema formado por PPG-2000 e 2HEAA. **Conclusão:** O processo integrado de

extração e purificação de Tagitinina C utilizando os SEBs, demonstrou ser bastante seletivo para a separação da Tagitinina C dos compostos fenólicos totais (contaminantes) com variação entre 2,8 à 18,3, proporcionando uma alta eficiência de extração de 86% para Tagitinina C.

PALAVRAS-CHAVE: Líquidos Iônicos Próticos, Sistema Etanólico Bifásico, Tagitinina C.

Agradecimentos: Agradecemos ao Instituto de Tecnologia e Pesquisa (ITP), à Universidade Tiradentes (UNIT), ao Programa de Pós-graduação em Engenharia de Processos e ao Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq).

ABSTRACT

Introduction: *Tithonia diversifolia* (daisy) is a plant of tropical and subtropical climate, used in folk medicine because it stands out with its various bioactive principles with potential immunomodulatory, cardioprotective and antiparasitic activity. Its extract is composed of biomolecules such as Tagitinin C and phenolic compounds seen in this work as contaminants. This diversity of molecules indicates that it is necessary to apply purification procedures for target molecules, such as the Biphasic Ethanol Systems (ETPS) recently presented to the literature by our research group. **Objective(s):** This work aims to extract Tagitinin C, from *T. diversifolia*, with organic solvents, integrated into the purification process using SEB based on protic ionic liquids (LIP), ethanol and polypropylene glycol (PPG 2000 g/mole). **Objective(s):** Extraction and purification of Tagitinin C, from *Tithonia diversifolia*, with organic solvents, integrated into the purification process of BES's based on protic ionic liquids, ethanol and PPG 2000. **Methodology:** The biomass of *Thitonia diversifolia* leaves was collected at the Tiradentes University campus (Aracaju-SE), during the low rainfall period, then it was processed and stored. For solid-liquid extraction, different organic solvents (acetone, acetonitrile, methanol and ethanol) and different operating conditions were used. The extraction was carried out using different experimental conditions, such as: solid-liquid ratio m/v (1:10 to 1:100), temperature (288.15 to 328.15 K), and extraction time (5 to 180 min). Phase diagrams for the ETPs were obtained with different PIL (cations: monoethanolamine, diethanolamine and triethanolamine, and anions: organic acids: acetic, propanoic and butanoic) + PPG 2000 and ethanol applying the cloud point method at 298.15 ± 1.00 K and 0.10 ± 0.01 Mpa, established in previous works by Buarque and co-workers¹; Lima and co-workers². Purification of Tagitinin C was performed in these systems by determining the partition coefficient (K), extraction efficiency (EE) and selectivity (S). **Results:** Tagitinin C was best extracted using ethanol as solvent under conditions of solid-liquid ratio 1:10 m/v, time 90 minutes and temperature of 308.15 K, yielding 702.1 ± 0.5 µg/mL of tagitinin C. The SEBs showed a good system formation. The PILs for the formed systems acted as a salting-out agent, thus promoting phase separation. For all systems studied, Tagitinin C migrated preferentially to the top phase rich in PPG-2000 ($\log K_{ow} = -0.42$), denoting its greater hydrophobicity, while the total phenolic compounds (contaminants) migrated to the rich bottom phase. in PIL ($-3.42 \leq \log K_{ow} \leq -1.53$) denoting its greater hydrophilicity. PIL's formed by primary amines and short-chain organic acids (2HEAA) are more efficient and selective in the separation process (EE = 86% and S = 18.3). This trend is repeated in the purification profile of Tagitinin C, for which the target molecule is 3.4 times purer in the top phase of the system formed by PPG-2000 and 2HEAA. **Conclusion:** The integrated process of extraction and purification of Tagitinin C using ETPs, proved to be very selective for the separation of Tagitinin C from the total phenolic compounds (contaminants) ranging from 2.8 to 18.3, providing a high extraction efficiency of 86 % for Tagitinin C.

KEYWORDS: Biphasic Ethanol System, Protic Ionic Liquids, Tagitinin C.

ACKNOWLEDGEMENTS: We thank the Institute of Technology and Research (ITP), the Tiradentes University (UNIT), the Postgraduate Program in Process Engineering and the National Council for Scientific and Technological Development (CNPq).

REFERÊNCIAS/REFERENCES:

1. BUARQUE, F. S.; SOARES, C. M. F.; DE SOUZA, R. L.; PEREIRA, M. M.; LIMA, Á. S. Development of an ethanolic two-phase system (ETPS) based on polypropylene glycol 2000+ ethylene glycol+ ethanol for separation of hydrophobic compounds. Chemical Communications, v. 57, n. 17, p. 2156-2159, 2021.
2. LIMA, T.S.P.; BORGES, M.M.; BUARQUE, F.S.; SOUZA, R.L.; SOARES, C.M.F.; LIMA, A.S. Purification of vitamins from tomatões (*Solanum lycopersicum*) using ethanolic two-phase systems based on ionic liquids and polypropylene glycol. Fluid Phase Equilibria. 557: 113434, 2022.