

UNIVERSIDADE FEDERAL DE SERGIPE
CENTRO DE CIÊNCIAS EXATAS E TECNOLOGIA
DEPARTAMENTO DE QUÍMICA
NÚCLEO DE PÓS-GRADUAÇÃO EM QUÍMICA

Estudo da variação nos constituintes do óleo essencial de
***Calyptranthes restingae* Sobral (Myrtaceae)**

Luiz Oliveira Passos

São Cristóvão – Sergipe
Março de 2009

Livros Grátis

<http://www.livrosgratis.com.br>

Milhares de livros grátis para download.

Estudo da variação nos constituintes do óleo essencial de
***Calyptranthes restingae* Sobral (Myrtaceae)**

Luiz Oliveira Passos

**Dissertação apresentada ao Núcleo de Pós-Graduação em Química da
Universidade Federal de Sergipe como parte dos requisitos para obtenção
do título de Mestre em Química.**

Orientador: Prof. Dr. Geraldo Humberto Silva

São Cristóvão - SE

Março de 2009

UNIVERSIDADE FEDERAL DE SERGIPE
PRÓ-REITORIA DE PÓS-GRADUAÇÃO E PESQUISA
NÚCLEO DE PÓS-GRADUAÇÃO EM QUÍMICA

FOLHA DE APROVAÇÃO

Membros da Comissão Julgadora da Dissertação de Mestrado de Luiz Oliveira Passos apresentada ao Núcleo de Pós-Graduação em Química da Universidade Federal de Sergipe em 30/03/2009.

Prof. Dr. Geraldo Humberto da Silva /UFS

Prof^a. Dr^a Maria das Graças Cardoso/UFLA

Prof^a. Dr^a Samísia Maria Fernandes Machado/UFS

AGRADECIMENTOS

- A Deus e a Nossa Senhora Aparecida, por abençoar a minha vida, me concedendo sabedoria, humildade, esposa e filhos maravilhosos, amigos e uma família de verdade.
- Aos meus pais, Antônio e Otília, que me deram a vida e me educaram para agir com ética, honestidade e bondade em todos os momentos de minha vida.
- À minha esposa Iolanda, pelo incentivo, companheirismo, amor.
- As minhas filhas Jéssyka, Luanda e ao meu filho Felipe, pelo incentivo. Espero que meu esforço sirva de exemplo para que vocês estudem com muito entusiasmo, para que suas conquistas não demorem assim como a minha.
- À minha comadre Rosane e toda a sua família.
- Aos meus irmãos e irmãs.
- À Profa. Dr^a. Samísia, pela orientação desde a minha iniciação científica.
- Ao Laboratório METABIO (Laboratório de Pesquisa na Busca de Metabólitos Secundários Bioativos) pela oportunidade de execução deste trabalho.
- Aos meus amigos e companheiros de METABIO: Anderson, Rodrigo, Adriana e Mônica, pelo companheirismo e amizade que durará para sempre.
- À Profa. Dr^a. Maria das Graças Cardoso por aceitar o convite para participar da banca.
- Ao Prof. Dr. Geraldo Humberto Silva, pela colaboração.
- Ao meu amigo Iataanderson, pela amizade, estímulo e apoio.
- Aos meus amigos Wilton e Dora.
- À Universidade Federal de Sergipe através do Departamento de Química pela oportunidade de execução deste trabalho.
- Ao CAPES pela concessão da bolsa de estudo.
- Ao Prof. Dr. Adauto de Souza Ribeiro por disponibilizar a planta que se tornou objeto de meu estudo.
- Ao Prof. Dr. Marcos Sobral pela identificação da espécie estudada.
- Ao Profs. Dr. Haroldo Silveira Dórea e Dr. Sandro Navickyene pela disponibilização do Laboratório de Cromatografia e, em especial, ao Sandro pela compreensão, atenção e sugestões nos momentos em que necessitei do seu auxílio.
- À Prof^a. Dr^a. Valéria Regina de Souza Moraes pelos ensinamentos de RMN e IV, durante o curso Métodos Espectroscópicos.

- Ao Prof. Dr. Luís Eduardo Almeida pela colaboração na aquisição dos espectros de UV e IV.
- À Prof^a. Dr^a. Lúcia pela aquisição dos espectros de Ressonância Magnética Nuclear.
- Ao Prof. Dr. Péricles Barreto Alves pela ajuda na elaboração deste trabalho.
- Ao Prof. Dr. Sócrates Cabral de H. Cavalcante (DFS/UFS), pela realização dos testes de atividade larvícida.
- Ao Prof. Dr. José Gerson Rezende Feitosa (DMO/UFS) pela realização dos testes de atividade antimicrobiana.
- Ao Prof. Dr. Lucindo José Quintans Júnior (DFS/UFS) pela realização dos testes de avaliação pré-clínica da atividade antinociceptiva e antiinflamatória.
- A todos os integrantes do Laboratório METABIO, pelo apoio, amizade, companheirismo e alegria.
- A todos os amigos e funcionários do Departamento de Química – UFS, que direta ou indiretamente contribuíram para a realização deste trabalho.

DEDICATÓRIA

Dedico este trabalho à minha esposa Iolanda e aos meus filhos Felipe, Luanda e Jéssyka.

“Ervas, arbustos e árvores que enfeitam os campos e margens dos caminhos são tesouros valiosos para a medicina onde são vistos por poucos olhos e compreendidas e investigadas por poucas mentes”.

Carl von Linneus

CURRICULO VITAE

1. Dados pessoais

Nome: Luiz Oliveira Passos

Nome em citações bibliográficas: PASSOS, L. O.

Naturalidade: Itabaiana-SE

Data de nascimento: 06/10/1968

E-mail : luizoliveirapassos@bol.com.br

2. Formação Acadêmica/Titulação:

2007 - 2009: Mestrado em Química. Universidade Federal de Sergipe,

Título: Estudo da variação nos constituintes do óleo essencial de
Calyptranthes restingae Sobral (Myrtaceae).

Orientador: Geraldo Humberto Silva.

2007 – Atual: Graduação em Química Tecnológica. Universidade Federal de Sergipe.

Título: Contribuição Química ao Estudo das Myrtaceae do Estado de Sergipe.

Orientadora: Samísia Maria Fernandes Machado.

2002 -2006: Graduação em Química Licenciatura. Universidade Federal de Sergipe.

Título: O Estudo das Reações Químicas tendo como Tema Gerador: O Lixo.

Orientadora: Djalma Andrade.

3. Atuação Profissional.

2007 – 2009: Vínculo: Servidor público, Enquadramento Funcional: Professor Substituto,

Carga horária: 40 Hs.

Disciplinas Ministradas:

- Estágio Supervisionado em Ensino de Química I.
- Estágio Supervisionado em Ensino de Química II.
- Estágio Supervisionado em Ensino de Química III.
- Estágio Supervisionado em Ensino de Química IV.
- Instrumentação para o Ensino de Química I.
- Instrumentação para o Ensino de Química I.

- Laboratório de Química.
- Temas Estruturadores para o Ensino de Química II.
- Temas Estruturadores para o Ensino de Química III.
- Temas Estruturadores para o Ensino de Química IV.

4. Área de atuação

Química Orgânica, Química de Produtos Naturais.

5. Produção Científica

5.1. Trabalhos publicados em anais de eventos (resumo)

5.1.1. GUIMARAES, A.G., MELO, M.S., MACHADO, S.M.F., PASSOS, L.O., QUINTANS-JUNIOR, L.J. Antinociceptive property of *Calyptanthus restioides* Sobral essential oil in rodents. In: X Congresso Internacional de Etnofarmacologia e XX Simpósio de Plantas Medicinais do Brasil, 2008, São Paulo. 2008. *Referências adicionais: Brasil/Inglês. Home page: [http://www.pantas_medicinais.unifesp.br]*.

5.1.2. JESUS, A.M. de, MELO, M.S., PASSOS, L.O., MACHADO, S.M.F.; Avaliação da atividade larvicida do óleo essencial de *Calyptanthus restioides* Sobral (Myrtaceae) frente ao *Aedes aegypti*. In: XII Congresso da Federación Farmacéutica Sudamericana, 2008, Montevideo-Uruguai. **Anais do XII Congresso da Federación Farmacéutica Sudamericana**, 2008, v. único. *Home page: [http://fefas2008.com.uy]*

5.1.3. JESUS, A.M. de, BISPO, R.M., GUIMARAES, A.G., PASSOS, L.O., MACHADO, S.M.F. Avaliação da atividade larvicida do óleo essencial de *Eugenia candolleana* DC (Myrtaceae) frente ao *Aedes aegypti*. In: XII Congresso da Federación Farmacéutica Sudamericana, 2008, Montevideo-Uruguai. **Anais do XII Congresso da Federación Farmacéutica Sudamericana**, 2008, v. único. *Home page: [http://fefas2008.com.uy]*.

5.1.4. GUIMARAES, A.G., JESUS, A.M. de, PASSOS, L.O., BISPO, R.M., NOGUEIRA, P.C.L, ALVES, P.B., MACHADO, S.M.F.; Composição química e avaliação da atividade antioxidante do óleo essencial da *Eugenia candolleana* DC (Myrtaceae) In: 31 RA-SBQ, 2008, Águas de Lindóia. **Anais da sociedade Brasileira de Química. São Paulo, 2008**, v. único, 2008. *Home page:* [<http://www.s bq.org.br>].

5.1.5. MENEZES, J.E.R., MACHADO, S.M.F., JESUS, A.M. de, MELO, M.S., PASSOS, L.O., RIBEIRO, A.S. Estudo etnobotânico das espécies de myrtaceae em comunidades dos municípios de Pirambu, Pacatuba e santo Amaro das Brotas-SE. In: 18º Encontro de iniciação científica e 4º Encontro de Pós-graduação da UFS, 2008, São Cristóvão-SE. **Livro de resumos 18º Encontro de iniciação científica e 4º encontro de Pós-graduação da UFS**, 2008, v. único, p.224. *Home page:* [<http://www.posgrap.ufs.br>]

5.1.6. JESUS, A.M. de, MACHADO, S.M.F., PASSOS, L.O., GUIMARAES, A.G., BISPO, R.M., MELO, M.S., ALVES, P.B., RIBEIRO, A.S. Estudo químico dos óleos essenciais das espécies de myrtaceae em comunidades dos municípios de Pirambu, Pacatuba e santo Amaro das Brotas-SE. In: 18º Encontro de iniciação científica e 4º encontro de Pós-graduação da UFS, 2008, São Cristóvão. **Livro de resumos 18º Encontro de iniciação científica e 4º encontro de Pós-graduação da UFS**, 2008, v. único, p.201. *Home page:* [<http://www.posgrap.ufs.br>]

5.1.7. GUIMARAES, A.G., MELO, M.S., MACHADO, S.M.F., PASSOS, L.O., QUINTANS-JUNIOR, L.J. Evaluation of antinociceptive effects of *Eugenia candolleana* DC essential oil in rodents. In: X International Congress of Ethnopharmacology e XX Simpósio de plantas medicinais do Brasil, 2008, São Paulo-SP. **www.plantasmedicinais.unifesp.br**. 2008.

5.1.8. ROSA, Y.R.S, BLANK, A.F., MACHADO, S.M.F., PASSOS, L.O. Influência do horário de colheita no óleo essencial de diferentes partes vegetais de palmarosa In: 18º ENCONTRO DE INICIAÇÃO CIENTÍFICA-UFS/CNPq, 2008, São Cristóvão-SE. **Anais do 18º ENCONTRO DE INICIAÇÃO CIENTÍFICA-UFS/CNPq**, 2008. v. único.

5.1.9. JESUS, A.M. de, PASSOS, L.O., GUIMARAES, A.G., BISPO, R.M., MACHADO, S. M. F., NOGUEIRA, P.C.L, ALVES, P.B. Composição química do óleo essencial das folhas de *Clusia sellowiana*. In: 30ª reunião anual da Sociedade Brasileira de Química, 2007, Águas de Lindóia. **Anais da sociedade Brasileira de Química. São Paulo, 2008**, v. único, 2007. *Home page: [http://www.s bq.org.br]*

5.1.10. MACHADO, S. M. F., PASSOS, L.O., JESUS, A.M. de, BISPO, R. M., FEITOSA, J.G.R, GUIMARAES, A.G., NOGUEIRA, P.C.L, ALVES, P. B., RIBEIRO, A.S., RIBEIRO, A. O. Composição química e atividade antimicrobiana in vitro do óleo essencial de *Myrcia blanchetiana* (Myrtaceae). In: IV Simpósio Brasileiro de Óleos Essenciais, 2007, Fortaleza-CE. **Anais do IV Simpósio Brasileiro de Óleos Essenciais**. 2007. v. único. *Home page: [http://padetec.ufc]*.

5.1.11. PASSOS, L.O., JESUS, A.M. de, GUIMARAES, A. G., BISPO, R. M., MACHADO, S. M. F., NOGUEIRA, P.C.L, ALVES, P. B., FEITOSA, J.G.R, RIBEIRO, A.S. Identificação dos constituintes químicos e atividade antimicrobiana do óleo essencial das folhas de *Myrcia* Sp1. In: 30ª Reunião Anual da Sociedade Brasileira de Química, 2007, Águas de Lindóia-SP. **Anais da 30ª Reunião Anual da Sociedade Brasileira de Química**. 2007, v. único. *Home page: [http://www.s bq.org.br]*.

5.1.12. PASSOS, L.O., JESUS, A.M. de, BISPO, R.M., RIBEIRO, A.O., MACHADO, S.M.F., NOGUEIRA, P.C.L, ALVES, P.B., FEITOSA, J.G.R, RIBEIRO, A.S. Identificação dos constituintes químicos e atividade antimicrobiana do óleo essencial das folhas de *Myrcia* sp1. In: 31ª RA-SBQ, 2007, Águas de Lindóia. **Anais da sociedade Brasileira de Química. São Paulo, 2008**, v. único, 2007. *Home page: [http://www.s bq.org.br]*

5.1.13. PASSOS, L.O., MACHADO, S.M.F., ALVES, P. B., NOGUEIRA, P.C.L, RIBEIRO, A.S., FEITOSA, J.G.R. Composição química e atividade antimicrobiana in vitro do óleo essencial *Myrcia* sp(Myrtaceae). In: XVI Encontro de iniciação científica, 2006, São Cristóvão-SE. **Anais do XVI Encontro de iniciação científica**, 2006, v. único. *Home page: [http://Posgrap.ufs]*.

5.2. Trabalhos publicados em anais de eventos (resumo aceito)

5.2.1. PASSOS, L.O.; BARBOSA, C. D. E. S. Água, Recurso Fundamental: Uma Proposta Para o Ensino da Matéria e Processos de Separação de Misturas. In: 32ª Reunião da Sociedade Brasileira de Química, 2009, Fortaleza-CE. **Anais da 32ª Reunião da Sociedade Brasileira de Química**, 2009, v. único.

5.2.2. MACHADO, S. M. F., PASSOS, L.O., JESUS, A.M. de, GUIMARAES, A.G., MELO, M.S., BISPO, R.M., RIBEIRO, A.S., SOBRAL, M. Composição química e identificação estrutural do composto majoritário do óleo essencial de *Calyptanthus restioides* Sobral (Myrtaceae). In: 32ª Reunião da Sociedade Brasileira de Química, 2009, Fortaleza-CE. **Anais da 32ª Reunião da Sociedade Brasileira de Química**, 2009, v. único.

5.2.3. REZENDE, T.S., PASSOS, L.O., ANDRADE, G.R.S., RODRIGUES, D.A. Emprego de Metodologia Científica e Atividades Experimentais Simples para a Construção do Conhecimento Químico Separação de Misturas. In: 32ª Reunião da Sociedade Brasileira de Química, 2009, Fortaleza-CE. **Anais da 32ª Reunião da Sociedade Brasileira de Química**, 2009, v. único.

5.2.4. PASSOS, L.O., REIS, J.O.M., SANTANA, R.A.O., LEAL, J.J. Lixo e embalagens recicláveis, uma abordagem contextualizada para o ensino de Polímeros. In: 32ª Reunião da Sociedade Brasileira de Química, 2009, Fortaleza-CE. **Anais da 32ª Reunião da Sociedade Brasileira de Química**, 2009, v. único.

5.2.5. PASSOS, L.O., REIS, J.O.M., TELES, A.P.C. Os alimentos e o processo de digestão como tema gerador para o estudo de cinética química. In: 32ª Reunião da Sociedade Brasileira de Química, 2009, Fortaleza-CE. **Anais da 32ª Reunião da Sociedade Brasileira de Química**, 2009, v. único.

5.2.6. REZENDE, T. S., PASSOS, L.O., NASCIMENTO, C. C. Transformações da Água e o Estudo da Química como tema para construção dos conceitos de estados físicos e processos de separação de misturas. In: 32ª Reunião da Sociedade Brasileira de Química, 2009, Fortaleza-CE. **Anais da 32ª Reunião da Sociedade Brasileira de Química**, 2009, v. único.

5.2.7. DIAS, M. L., PASSOS, L. O. Jogos didáticos: Uma ferramenta lúdica para o ensino de Química(ACEITO). In: 32ª Reunião da Sociedade Brasileira de Química, 2009, Fortaleza-CE. **Anais da 32ª Reunião da Sociedade Brasileira de Química.** , 2009. v.Único.

5.3. Trabalhos publicados em anais de eventos (resumo expandido)

5.3.1. ROSA, Y.R.S., BLANK, A.F., MACHADO, S.M.F., PASSOS, L.O., ARRIGONI-BLANK, M.F. Influência do horário de colheita no óleo essencial de diferentes partes vegetais de dois genótipos de palmarosa. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE OLERICULTURA,2008, Maringá. **Horticultura Brasileira.** Brasília: ABH, 2008. v. 26. p. 5857 – 5864.

5.4. Artigo aceito para publicação

5.4.1. GUIMARAES, A. G., MELO, M.S., MACHADO, S. M. F., PASSOS, L. O., QUINTANS-JUNIOR, L.J. Antinociceptive and anti-inflammatory of effects of the oil of *Eugenia candolleana* DC on mice. *Revista Brasileira de Farmacognosia*, 2009.

5.5. Outros trabalhos – Preparação de material didático para a UAB (Universidade Aberta do Brasil)

5.5.1. PASSOS, L.O. Temas Estruturadores para o Ensino de Química I. São Cristóvão: Editora UFS, 2009.

5.6. Orientações e Supervisões concluídas

Trabalhos de conclusão de curso de graduação

5.6.1. Érica Silvia dos Santos e Tâmara Santos Evangelino. **A água como tema contextualizador para o ensino de química.** 2009. Curso (Licenciatura em Química) - Universidade Federal de Sergipe.

5.6.2. Danilo Almeida Rodrigues e George Ricardo Santana Andrade. **Emprego de Metodologia Científica e Atividades Experimentais Simples para a Construção do Conhecimento Químico Separação de Misturas.** 2009. Curso (Licenciatura em Química) - Universidade Federal de Sergipe

5.6.3. Jaciara Nascimento. **Ensino de concentrações de soluções e diluição, tendo como tema gerador a água.** 2009. Curso (Licenciatura em Química) - Universidade Federal de Sergipe.

5.6.4. Ana Lícia de M. Silva e Silvia Caroline G. dos Santos Silva. **Estudo da Química das Substâncias tendo como tema gerador a Composição Química das Tintas de Tatuagem.** 2009. Curso (Licenciatura em Química) - Universidade Federal de Sergipe.

5.6.5. Mario Ferreira Conceição Santos e Marcelo Conceição Almeida. **Importância das representações mentais dos alunos para a identificação das concepções prévias no ensino de soluções químicas.** 2009. Curso (Licenciatura em Química) - Universidade Federal de Sergipe.

5.6.6. Monaliza Lima Dias. **Jogos didáticos: Uma ferramenta lúdica para o ensino de Química.** 2009. Curso (Licenciatura em Química) - Universidade Federal de Sergipe.

5.6.7. Rose Anne de O. Santana e José João Leal. **LIXO E EMBALANGES RECICLÁVEIS, UMA ABORDAGEM CONTEXTUALIZADA PARA O ENSINO DE POLÍMEROS.** 2009. Curso (Licenciatura em Química) - Universidade Federal de Sergipe.

5.6.8. Analu Barbosa Santos Feitosa e Michelle Santos Lima. **O estudo da Eletroquímica usando como tema gerador: Pilhas e Baterias, um lixo perigoso.** 2009. Curso (Licenciatura em Química) - Universidade Federal de Sergipe.

5.6.9. Hosanaide B. dos Santos Barbosa e Viviane Góis Araújo. **O FOGO: UMA REAÇÃO QUÍMICA.** 2009. Curso (Licenciatura em Química) - Universidade Federal de Sergipe.

5.6.10. Rubevan Félix de Melo e Vanessa Poderoso de Almeida. **O Lixo Como Tema Gerador Para o Estudo dos Processos de Separação de Misturas..** 2009. Curso (Licenciatura em Química) - Universidade Federal de Sergipe.

5.6.11. Álvaro M. de Oliveira Santos e Givanilton Brito. **O uso do jogo didático para revisar a química dos hidrocarbonetos e promover a interação Alunos – professores.** 2009. Curso (Licenciatura em Química) - Universidade Federal de Sergipe.

5.6.12. Antônio Phelipe Correia Teles e Juliana de Oliveira Manhães. **PROJETO NO ENSINO DE QUÍMICA: OS ALIMENTOS E O PROCESSO DE DIGESTÃO NA VISÃO DA CINÉTICA QUÍMICA..** 2009. Curso (Licenciatura em Química) - Universidade Federal de Sergipe.

5.6.13. Cristiane da Cunha Nascimento e Thiago dos Santos Rezende. **Transformações da Água e o Estudo da Química como tema para para a construção de conceitos de estados físicos e discussão sobre processos de separação de misturas.** 2009. Curso (Licenciatura em Química) - Universidade Federal de Sergipe.

5.6.14. José Carlos S. de Menezes e Milena Belarmino Muniz. **Utilização da poluição dos rios como tema gerador para o ensino de soluções,** 2009. Curso (Licenciatura em Química) - Universidade Federal de Sergipe.

SUMÁRIO

Lista de Figuras.....	I-II
Lista de Tabelas.....	III-V
Tabelas de Rendimento.....	VI-VII
Tabelas de identificação da composição química do óleo essencial.....	VIII-IX
Espectros.....	X
Lista de Abreviaturas e Símbolos.....	XI
Resumo.....	XII
Abstract.....	XIII
1. INTRODUÇÃO.....	1
1.1. Plantas Medicinais.....	1
1.2. Óleos essenciais.....	1
1.2.1. Fatores que influenciam na produção e composição química dos óleos essenciais.....	2
1.2. A família Myrtaceae.....	3
1.3.1. Myrtoideae.....	3
1.3.2. Leptospermoideae.....	4

1.3.3. Myrtaceae no Brasil.....	4
1.3.4. Substâncias identificadas de óleos essenciais de Myrtaceae.....	4
1.3.5. Gênero Calyptranthes.....	7
1.3. Sergipe.....	8
2. OBJETIVOS.....	9
2.1. Objetivo geral.....	9
2.2. Objetivos específicos.....	9
3. MATERIAL E MÉTODOS.....	10
3.1. Coleta e identificação do material vegetal.....	10
3.2. Obtenção dos óleos essenciais.....	11
3.3. Análise dos óleos essenciais.....	11
3.3.1. Cromatografia a Gás acoplada a Espectrômetro de Massas (CG/EM).....	11
3.3.2. Ressonância Magnética Nuclear.....	12
3.3.3. Espectroscopia no Infravermelho.....	12
3.3.4. Espectroscopia no Ultravioleta.....	13
3.4. Avaliação das atividades biológicas e farmacológicas.....	13
3.4.1. Atividade larvícida.....	13

3.4.2. Atividade antimicrobiana.....	13
3.4.4. Avaliação pré-clínica da atividade antinociceptiva e antiinflamatória.....	13
4. RESULTADOS E DISCUSSÕES.....	14
4.1. Monitoramento Anual - Análises dos óleos essenciais obtidos a partir das folhas frescas coletadas ao longo do ano.....	14
4.1.1. Óleo essencial das folhas frescas de <i>Calypttranthes restingae</i> Sobral coletadas em maio de 2007.....	14
4.1.2. Óleo essencial das folhas frescas coletadas em junho de 2007.....	15
4.1.3. Óleo essencial das folhas frescas coletadas em julho de 2007.....	16
4.1.4. Óleo essencial das folhas frescas coletadas em agosto de 2007.....	17
4.1.5. Óleo essencial das folhas frescas coletadas em setembro de 2007.....	18
4.1.6. Óleo essencial das folhas frescas coletadas em outubro de 2007.....	18
4.1.7. Óleo essencial das folhas frescas coletadas em novembro de 2007.....	19
4.1.8. Óleo essencial das folhas frescas coletadas em dezembro de 2007.....	20
4.1.9. Óleo essencial das folhas frescas coletadas em janeiro de 2008.....	21
4.1.10. Óleo essencial das folhas frescas coletadas em fevereiro de 2008.....	21
4.1.11. Óleo essencial das folhas frescas coletadas em março de 2008.....	22
4.1.12. Óleo essencial das folhas frescas coletadas em abril de 2008.....	23

4.2. Monitoramento do armazenamento semanal - Análises dos óleos essenciais obtidos a partir das folhas coletadas em novembro de 2007 e cujas extrações foram realizadas durante seis dias consecutivos.....	25
4.2.1. Primeiro dia.....	25
4.2.2. Segundo dia.....	25
4.2.3. Terceiro dia.....	26
4.2.4 - Quarto dia.....	27
4.2.5. Quinto dia.....	28
4.2.6. Sexto dia.....	28
4.3. Monitoramento Diário - Análises dos óleos essenciais obtidos a partir de folhas frescas coletadas em abril de 2008.....	30
4.3.1. Horário de Coleta - 8:00 horas.....	30
4.3.2. Horário de Coleta - 12:00 horas.....	30
4.3.3. Horário de Coleta - 17:00 horas.....	31
4.4. Óleo essencial das folhas secas de <i>Calypttranthes restingae</i> Sobral coletadas em agosto de 2007.....	32
4.5. Óleo essencial das flores de <i>Calypttranthes restingae</i> Sobral coletadas em novembro de 2007.....	34
4.6. Óleo essencial dos frutos verdes de <i>Calypttranthes restingae</i> Sobral coletadas em janeiro de 2007.....	35

4.7. Óleo essencial dos frutos “de vez” de <i>Calypttranthes restingae</i> Sobral coletadas em março de 2007.....	36
4.8. Determinação estrutural do Composto A.....	37
4.8.1. Infravermelho.....	37
4.8.2. Ultravioleta.....	37
4.8.3. Espectrometria de massas (EM).....	37
4.8.4. RMN ¹ H.....	38
4.8.5. RMN ¹³ C.....	38
4.9. Avaliação das atividades biológicas e farmacológicas.....	40
4.9.1. Atividade larvicida.....	40
4.9.2. Atividade antimicrobiana.....	41
4.9.3. Avaliação pré-clínica da atividade antinociceptiva e antiinflamatória do óleo essencial de <i>Calypttranthes restingae</i> Sobral.....	41
5.CONCLUSÕES.....	44
6.BIBLIOGRAFIA.....	45-49
ANEXO A. Tabelas de Rendimento.....	50-55
ANEXO B. Tabelas de identificação da composição química do óleo essencial.....	56-72
ANEXO C. Espectros.....	73-92

LISTA DE FIGURAS

Figura 1:	Substâncias identificadas em óleos essenciais de Myrtaceae.....	5-6
Figura 2:	Estruturas de β -tricetonas.....	7
Figura 3:	Estruturas de substâncias identificadas em óleo essencial do gênero <i>Calyptranthes</i>	8
Figura 4:	Aspecto geral de <i>Calyptranthes restingae</i> Sobral.....	11
Figura 5:	Cromatograma de íons totais (TIC) obtido por CG/EM do óleo essencial das folhas frescas de <i>C. restingae</i> Sobral coletadas em maio de /2007.....	14
Figura 6:	Cromatograma de íons totais (TIC) obtido por CG/EM do óleo essencial das folhas frescas de <i>C. restingae</i> Sobral coletadas em junho de 2007.....	16
Figura 7:	Cromatograma de íons totais (TIC) obtido por CG/EM do óleo essencial das folhas frescas de <i>C. restingae</i> Sobral coletadas em julho de 2007.....	16
Figura 8:	Cromatograma de íons totais (TIC) obtido por CG/EM do óleo essencial das folhas frescas de <i>C. restingae</i> Sobral coletadas em agosto de 2007.....	17
Figura 9:	Cromatograma de íons totais (TIC) obtido por CG/EM do óleo essencial das folhas frescas de <i>C. restingae</i> Sobral coletadas em setembro de 2007.....	18
Figura 10:	Cromatograma de íons totais (TIC) obtido por CG/EM do óleo essencial das folhas frescas de <i>C. restingae</i> Sobral coletadas em outubro de 2007.....	19
Figura 11:	Cromatograma de íons totais (TIC) obtido por CG/EM do óleo essencial das folhas frescas de <i>C. restingae</i> Sobral coletadas em novembro de 2007.....	19

- Figura 12:** Cromatograma de íons totais (TIC) obtido por CG/EM do óleo essencial das folhas frescas de *C. restingae* Sobral coletadas em dezembro de 2007.....20
- Figura 13:** Cromatograma de íons totais (TIC) obtido por CG/EM do óleo essencial das folhas frescas de *C. restingae* Sobral coletadas em janeiro de 2008.....21
- Figura 14:** Cromatograma de íons totais (TIC) obtido por CG/EM do óleo essencial das folhas frescas de *C. restingae* Sobral coletadas em fevereiro de 2008.....21
- Figura 15:** Cromatograma de íons totais (TIC) obtido por CG/EM do óleo essencial das folhas frescas de *C. restingae* Sobral coletadas em março de 2008.....22
- Figura 16:** Cromatograma de íons totais (TIC) obtido por CG/EM do óleo essencial das folhas frescas de *C. restingae* Sobral coletadas em abril de 2008, às 8:00 horas da manhã.....23
- Figura 17:** Estruturas das substâncias responsáveis pelo perfil químico do óleo essencial de *C. restingae* Sobral.....24
- Figura 18:** Cromatograma de íons totais (TIC) obtido por CG/EM do óleo essencial das folhas armazenadas por dois dias de *C. restingae* Sobral coletadas em novembro de 2007....26
- Figura 19:** Cromatograma de íons totais (TIC) obtido por CG/EM do óleo essencial das folhas armazenadas por três dias de *C. restingae* Sobral coletadas em novembro de 2007.....26
- Figura 20:** Cromatograma de íons totais (TIC) obtido por CG/EM do óleo essencial das folhas armazenadas por quatro dias de *C. restingae* Sobral coletadas em novembro de 2007.27
- Figura 21:** Cromatograma de íons totais (TIC) obtido por CG/EM do óleo essencial das folhas armazenadas por cinco dias de *C. restingae* Sobral coletadas em novembro de 2007..28
- Figura 22:** Cromatograma de íons totais (TIC) obtido por CG/EM do óleo essencial das folhas armazenadas por seis dias de *C. restingae* Sobral coletadas em novembro de 2007.....29

Figura 23: Cromatograma de íons totais (TIC) obtido por CG/EM do óleo essencial das folhas frescas de <i>C. restingae</i> Sobral coletadas em abril de 2008 às 12:00 horas.....	30
Figura 24: Cromatograma de íons totais (TIC) obtido por CG/EM do óleo essencial das folhas frescas de <i>C. restingae</i> Sobral coletadas em abril de 2008 às 17:00 horas.....	31
Figura 25: Cromatograma de íons totais (TIC) obtido por CG/EM do óleo essencial das folhas secas de <i>C. restingae</i> Sobral coletadas em agosto de 2007.....	33
Figura 26: Cromatograma de íons totais (TIC) obtido por CG/EM do óleo essencial das flores de <i>C. restingae</i> Sobral coletadas em novembro de 2007.....	34
Figura 27: Cromatograma de íons totais (TIC) obtido por CG/EM do óleo essencial dos frutos verdes de <i>C. restingae</i> Sobral coletados em janeiro de 2007.....	35
Figura 28: Cromatograma de íons totais (TIC) obtido por CG/EM do óleo essencial dos frutos “de vez” de <i>C. restingae</i> Sobral coletados em março de 2007.....	36
Figura 29: Estrutura do composto A.....	37
Figura 30: Equilíbrio ceto-enólico do principal componente do óleo essencial de <i>C. restingae</i> Sobral.....	38
Figura 31: 1ª proposta de rota biosintética para a formação do composto A.....	39
Figura 32: 2ª proposta de rota biosintética para a formação do composto A.....	40
Figura 33: Efeito do óleo essencial de <i>C. restingae</i> Sobral na migração de leucócitos induzida por carragenina.....	43

LISTA DE TABELAS

Tabela 1: Compilação dos dados referentes aos dias, meses e horários das coletas, bem como das características da planta e ou do clima na coleta.....	10
Tabela 2: Composição química do óleo essencial das folhas frescas de <i>C. restingae</i> Sobral coletadas em maio de 2007.....	15
Tabela 3: Composição química do óleo essencial das folhas frescas de <i>C. restingae</i> Sobral coletadas em junho de 2007.....	16
Tabela 4: Composição química do óleo essencial das folhas frescas de <i>C. restingae</i> Sobral coletadas em julho de 2007.....	17
Tabela 5: Composição química do óleo essencial das folhas frescas de <i>C. restingae</i> Sobral coletadas em agosto de 2007.....	17
Tabela 6: Composição química do óleo essencial das folhas frescas de <i>C. restingae</i> Sobral coletadas em setembro de 2007.....	18
Tabela 7: Composição química do óleo essencial das folhas frescas de <i>C. restingae</i> Sobral coletadas em outubro de 2007.....	19
Tabela 8: Composição química do óleo essencial das folhas frescas de <i>C. restingae</i> Sobral coletadas em novembro de 2007.....	20
Tabela 9: Composição química do óleo essencial das folhas frescas de <i>C. restingae</i> Sobral coletadas em dezembro de 2007.....	20
Tabela 10: Composição química do óleo essencial das folhas frescas de <i>C. restingae</i> Sobral coletadas em janeiro de 2008.....	21

Tabela 11: Composição química do óleo essencial das folhas frescas de <i>C. restingae</i> Sobral coletadas em fevereiro de 2008.....	22
Tabela 12: Composição química do óleo essencial das folhas frescas de <i>C. restingae</i> Sobral coletadas em março de 2008.....	22
Tabela 13: Composição química do óleo essencial das folhas frescas de <i>C. restingae</i> Sobral coletadas em abril de 2008 às 8:00 horas da manhã.....	23
Tabela 14: Variação anual dos constituintes químicos do óleo essencial das folhas frescas de <i>C. restingae</i> Sobral.....	24
Tabela 15: Variação no rendimento do óleo essencial das folhas frescas de <i>C. restingae</i> Sobral.....	25
Tabela 16: Composição química do óleo essencial das folhas armazenadas por dois dias de <i>C. restingae</i> Sobral coletadas em novembro de 2007.....	26
Tabela 17: Composição química do óleo essencial das folhas armazenadas por três dias de <i>C. restingae</i> Sobral coletadas em novembro de 2007.....	27
Tabela 18: Composição química do óleo essencial das folhas armazenadas por quatro dias de <i>C. restingae</i> Sobral coletadas em novembro de 2007.....	27
Tabela 19: Composição química do óleo essencial das folhas armazenadas por cinco dias de <i>C. restingae</i> Sobral coletadas em novembro de 2007.....	28
Tabela 20: Composição química do óleo essencial das folhas armazenadas por seis dias de <i>C. restingae</i> Sobral coletadas em novembro de 2007.....	29
Tabela 21: Variação percentual dos principais constituintes do óleo essencial das folhas armazenadas de <i>C. restingae</i> Sobral referente às extrações feitas durante seis dias consecutivos.....	29

Tabela 22: Variação no rendimento do óleo essencial das folhas armazenadas de <i>C. restingae</i> Sobral referente às seis extrações feitas em dias consecutivos.....	30
Tabela 23: Composição química do óleo essencial das folhas frescas <i>C. restingae</i> Sobral coletadas em abril 2008 às 12:00 horas.....	31
Tabela 24: Composição química do óleo essencial das folhas frescas <i>C. restingae</i> Sobral coletadas em abril de 2008 às 17:00 horas.....	31
Tabela 25: Variação percentual nos constituintes químicos do óleo essencial das folhas frescas de <i>C. restingae</i> Sobral nos três horários de coleta.....	32
Tabela 26: Composição química do óleo essencial das folhas secas de <i>C. restingae</i> Sobral coletadas em agosto de 2007.....	33
Tabela 27: Variação percentual dos constituintes dos óleos essenciais de folhas frescas e secas de <i>C. restingae</i> Sobral.....	33
Tabela 28: Composição química do óleo essencial das flores de <i>C. restingae</i> Sobral coletadas em novembro de 2007.....	34
Tabela 29: Variação percentual nos constituintes dos óleos essenciais de folhas frescas e flores de <i>C. restingae</i> Sobral coletadas em novembro de 2007.....	35
Tabela 30: Composição química do óleo essencial dos frutos verdes de <i>C. restingae</i> Sobral coletados em janeiro de 2007.....	35
Tabela 31: Composição química do óleo essencial dos frutos “de vez” de <i>C. restingae</i> Sobral coletados em março 2007.....	36
Tabela 32: Correlações de ligações heteronucleares ^{13}C - ^1H (gHMBC) e HSQC fundamentais para determinar as posições dos substituintes.....	39

Tabela 33: Atividade larvicida (LC_{50}) do óleo essencial de folhas secas e úmidas.....	41
Tabela 34: Resultados dos testes com microorganismos.....	41
Tabela 35: Efeito do óleo essencial de <i>C. restingae</i> Sobral na contorção induzida por ácido acético.....	42
Tabela 36: Efeito do óleo essencial de <i>C. restingae</i> Sobral na nocicepção induzida pela formalina.....	42
Tabela 37: Efeito antinociceptivo do óleo essencial de <i>C. restingae</i> Sobral no teste da placa quente em camundongos.....	43

LISTA DE TABELAS DE RENDIMENTO

A-T1: Tabela de rendimento do óleo essencial das folhas frescas de <i>C. restingae</i> Sobral coletadas em maio de 2007.....	52
A-T2: Tabela de rendimento do óleo essencial das folhas frescas de <i>C. restingae</i> Sobral coletadas em junho de 2007.....	52
A-T3: Tabela de rendimento do óleo essencial das folhas frescas de <i>C. restingae</i> Sobral coletadas em julho de 2007.....	52
A-T4: Tabela de rendimento do óleo essencial das folhas frescas de <i>C. restingae</i> Sobral coletadas em agosto de 2007.....	52
A-T5: Tabela de rendimento do óleo essencial das folhas frescas de <i>C. restingae</i> Sobral coletadas em setembro de 2007.....	53
A-T6: Tabela de rendimento do óleo essencial das folhas frescas de <i>C. restingae</i> Sobral coletadas em outubro de 2007.....	53
A-T7: Tabela de rendimento do óleo essencial das folhas frescas de <i>C. restingae</i> Sobral coletadas em novembro de 2007.....	53
A-T8: Tabela de rendimento do óleo essencial das folhas frescas de <i>C. restingae</i> Sobral coletadas em dezembro de 2007.....	53
A-T9: Tabela de rendimento do óleo essencial das folhas frescas de <i>C. restingae</i> Sobral coletadas em janeiro de 2008.....	54
A-T10: Tabela de rendimento do óleo essencial das folhas frescas de <i>C. restingae</i> Sobral coletadas em fevereiro de 2008.....	54

A-T11: Tabela de rendimento do óleo essencial das folhas frescas de <i>C. restingae</i> Sobral coletadas em março de 2008.....	54
A-T12: Tabela de rendimento do óleo essencial das folhas frescas de <i>C. restingae</i> Sobral coletadas às 8 horas, em abril de 2008.....	54
A-T13: Tabela de rendimento do óleo essencial das folhas armazenadas por dois dias de <i>C. restingae</i> Sobral coletadas em novembro de 2007.....	55
A-T14: Tabela de rendimento do óleo essencial das folhas armazenadas por três dias de <i>C. restingae</i> Sobral coletadas em novembro de 2007.....	55
A-T15: Tabela de rendimento do óleo essencial das folhas armazenadas por quatro dias de <i>C. restingae</i> Sobral coletadas em novembro de 2007.....	55
A-T16: Tabela de rendimento do óleo essencial das folhas armazenadas por cinco dias de <i>C. restingae</i> Sobral coletadas em novembro de 2007.....	55
A-T17: Tabela de rendimento do óleo essencial das folhas armazenadas por seis dias de <i>C. restingae</i> Sobral coletadas em novembro de 2007.....	56
A-T18: Tabela de rendimento do óleo essencial das folhas frescas de <i>C. restingae</i> Sobral coletadas às 12 horas em abril de 2008.....	56
A-T19: Tabela de rendimento do óleo essencial das folhas frescas de <i>C. restingae</i> Sobral coletadas às 17 horas em abril de 2008.....	56
A-T20: Tabela de rendimento do óleo essencial das folhas secas de <i>C. restingae</i> Sobral coletadas em agosto de 2007.....	56
A-T21: Tabela de rendimento do óleo essencial das folhas secas de <i>C. restingae</i> Sobral considerando o teor de umidade de 51,7% coletadas em agosto de 2007.....	57

A-T22: Tabela de rendimento do óleo essencial das flores de <i>C. restingae</i> Sobral coletadas em novembro de 2007.....	57
A-T23: Tabela de rendimento do óleo essencial dos frutos verdes de <i>C. restingae</i> Sobral coletados em janeiro de 2007.....	57
A-T24: Tabela de rendimento do óleo essencial dos frutos “de vez” de <i>C. restingae</i> Sobral coletados em março de 2007.....	57

**TABELAS DE IDENTIFICAÇÃO DA COMPOSIÇÃO QUÍMICA DO ÓLEO
ESSENCIAL**

B-T1: Tabela da composição química do óleo essencial das folhas frescas de <i>C. restingae</i> Sobral coletadas em junho de 2007.....	58
B-T2: Tabela da composição química do óleo essencial das folhas frescas de <i>C. restingae</i> Sobral coletadas em julho de 2007.....	59
B-T3: Tabela da composição química do óleo essencial das folhas frescas de <i>C. restingae</i> Sobral coletadas em agosto de 2007.....	60
B-T4: Tabela da composição química do óleo essencial das folhas frescas de <i>C. restingae</i> Sobral coletadas em setembro de 2007.....	61
B-T5: Tabela da composição química do óleo essencial das folhas frescas de <i>C. restingae</i> Sobral coletadas em outubro de 2007.....	62
B-T6: Tabela da composição química do óleo essencial das folhas frescas de <i>C. restingae</i> Sobral coletadas em novembro de 2007.....	63
B-T7: Tabela da composição química do óleo essencial das folhas frescas de <i>C. restingae</i> Sobral coletadas dezembro 2007.....	64
B-T8: Tabela da composição química do óleo essencial das folhas frescas de <i>C. restingae</i> Sobral coletadas em janeiro de 2008.....	64
B-T9: Tabela da composição química do óleo essencial das folhas frescas de <i>C. restingae</i> Sobral coletadas em fevereiro de 2008.....	65
B-T10: Tabela da composição química do óleo essencial das folhas frescas de <i>C. restingae</i> Sobral coletadas em março de 2008.....	65

B-T11: Tabela da composição química do óleo essencial das folhas frescas de <i>C. restingae</i> Sobral coletadas às 8 horas, em abril de 2008.....	66
B-T12: Tabela da composição química do óleo essencial das folhas de <i>C. restingae</i> Sobral armazenadas por dois dias coletadas em novembro de 2007.....	67
B-T13: Tabela da composição química do óleo essencial das folhas de <i>C. restingae</i> Sobral armazenadas por três dias coletadas em novembro de 2007	68
B-T14: Tabela da composição química do óleo essencial das folhas de <i>C. restingae</i> Sobral armazenadas por quatro dias coletadas em novembro de 2007.....	68
B-T15: Tabela da composição química do óleo essencial das folhas de <i>C. restingae</i> Sobral armazenadas por cinco dias coletadas em novembro de 2007	69
B-T16: Tabela da composição química do óleo essencial das folhas de <i>C. restingae</i> Sobral armazenadas por seis dias coletadas em novembro de 2007.....	69
B-T17: Tabela da composição química do óleo essencial das folhas frescas de <i>C. restingae</i> Sobral coletadas às 12 horas, em abril de 2008.....	70
B-T18: Tabela da composição química do óleo essencial das folhas frescas de <i>C. restingae</i> Sobral coletadas às 17 horas, em abril de 2008.....	71
B-T19: Tabela da composição química do óleo essencial das folhas secas de <i>C. restingae</i> Sobral coletadas em agosto de 2007.....	72
B-T20: Tabela da composição química do óleo essencial das flores de <i>C. restingae</i> Sobral coletadas em novembro de 2007.....	73
B-T21: Tabela da composição química do óleo essencial dos frutos verdes de <i>C. restingae</i> Sobral.....	73

B-T22: Tabela da composição química do óleo essencial dos frutos “de vez”	74
--	----

LISTA DE ESPECTROS

C-E1: Espectro de absorção na região do infravermelho (IV) (pastilha de KBr) dos cristais formados no hidrolato.....	75
C-E2: Espectro de ultravioleta dos cristais formados no hidrolato.....	75
C-E3: Fragmentograma do Composto A.....	76
C-E4: Espectro de RMN de ^1H dos cristais formados no hidrolato.....	76
C-E5: Espectro de RMN de ^{13}C dos cristais formados no hidrolato.....	77
C-E6: Espectro de RMN ^1H + gotas de D_2O dos cristais formados no hidrolato.....	77
C-E7: Mapa de correlação HSQC dos cristais formados no hidrolato.....	78
C-E8: Mapa de correlação HMBC ($J= 3,0\text{ Hz}$) dos cristais formados no hidrolato.....	79
C-E9: Mapa de correlação HMBC ($J= 6,0\text{ Hz}$) dos cristais formados no hidrolato.....	84
C-E10: Mapa de correlação HMBC ($J= 9,0\text{ Hz}$) dos cristais formados no hidrolato.....	87
C-E11: Mapa de correlação HMBC ($J= 12,0\text{ Hz}$) dos cristais formados no hidrolato.....	91

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

CG-EM – Cromatografia gasosa acoplada a espectrometria de massas

DBI – Departamento de Biologia

DQI – Departamento de Química

DFS – Departamento de Fisiologia

DMSO – Dimetilsulfóxido

DPPH – 2,2-difenil-1-picrilidrazida

ICB – Instituto de Ciências Biológicas

IV - Infravermelho

NO – Óxido nítrico

RMN – Ressonância Magnética Nuclear

UFMG – Universidade Federal de Minas Gerais

UFS – Universidade Federal de Sergipe

UV – Ultravioleta

RESUMO

O óleo essencial das folhas frescas de *Calypttranthes restingae* Sobral apresenta como constituintes principais *E*-cariofileno, α -cariofileno, β -selineno e α -selineno e 4-acetil-5-hidroxi-2,2,6,6-tetrametil-4-cicloexeno-1,3-diona (**A**), sendo este último o constituinte majoritário. Este composto teve a sua estrutura elucidada por análises dos dados de RMN de ^1H e de ^{13}C , uni e bidimensionais. O monitoramento anual do óleo essencial das folhas frescas mostrou que o composto **A** se mantém majoritário e que os maiores rendimentos correspondem ao período de estresse hídrico. O óleo das folhas secas em estufa mostrou o β -selineno como constituinte majoritário. O óleo essencial obtido das flores apresentou o maior rendimento (1,06%) quando comparado às folhas e frutos, já o óleo essencial obtido a partir dos frutos verdes e “de vez” apresentou constituição semelhante àquela obtida a partir das folhas frescas e nos frutos foram detectados os maiores teores do constituinte majoritário, 89,17% (frutos verdes) e 90,93% (“de vez”), diferindo no rendimento do óleo. O óleo essencial mostrou atividades significativas frente aos microorganismos *E. faecalis*, *S. aureus*, *E. coli* e *S. marcescens*. No teste larvicida os constituintes voláteis das folhas induziram 100% de mortalidade das larvas do mosquito *Aedes aegypti* após 24 horas a 300ppm. Este óleo também apresentou atividade antinociceptiva e antiinflamatória.

ABSTRACT

The essential oil of fresh leaves of *Calypttranthes restingae* Sobral presented as major constituents E-caryophyllene, α -caryophyllene, β -selinene, α -selinene and 4-acetyl-5-hydroxy-2,2,6,6-tetramethyl-4-cyclohexene-1,3-dione(**A**), the last being the majority constituent. This compound had its structure elucidated by analysis of data from the ^1H NMR and ^{13}C , uni and bidimensional. The annual monitoring of the essential oil from fresh leaves showed that the compound **A** is still the majority and that the highest yields correspond to the period of water stress. The oil of the dried leaves in the greenhouse showed β -selinene as majority constituent. The essential oil obtained from flowers showed the highest yield (1.06%) compared to leaves and fruits, already the essential oil obtained from fruits green and “of time” presented similar constitution to that obtained from fresh leaves and the fruits were found in the highest levels of the majority constituent, 89.17% (green fruit) and 90.93% (of time), differences in income from oil. The essential oil showed significant activities against the microorganism's *E. faecalis*, *S. aureus*, *E. coli* and *S. marcescens*. Larvicidal test in the volatile constituents of the leaves induced 100% mortality of larvae of the mosquito *Aedes aegypti* after 24 hours at 300 ppm. This oil also showed antinociceptive and antiinflammatory activity.

1. Introdução

1.1. Plantas Medicinais

Muitas propriedades terapêuticas das plantas são relatadas pela população, as quais são confirmadas em sua maioria nos estudos científicos. Tais propriedades propiciaram o desenvolvimento de vários medicamentos, sejam estes obtidos por síntese a partir de molécula protótipo ou através de isolamento. Devido a estes aspectos, vê-se um interesse crescente na utilização e pesquisa de plantas medicinais, objetivando fins terapêuticos, aliadas à boa aceitabilidade destes produtos no mercado farmacêutico. O Brasil é o país com maior potencial para pesquisa com espécies vegetais, pois detém a maior e mais rica biodiversidade do planeta^{1,2}. No entanto, o Brasil apesar de possuir 1/3 da flora mundial, não tem uma atuação destacada neste mercado, ficando inclusive atrás de países menos desenvolvidos tecnologicamente².

1.2. Óleos essenciais

Óleos essenciais são os produtos obtidos de partes de plantas através de destilação por arraste com vapor d'água. De forma geral, são misturas complexas de substâncias voláteis, lipofílicas, geralmente odoríferas e líquidas. Também podem ser chamados óleos etéreos ou essências. Quando recentemente extraídos são geralmente incolores ou ligeiramente amarelados; não são muito estáveis, principalmente na presença de ar, luz, calor, umidade e metais. Geralmente, a concentração de óleo essencial presente em espécies vegetais é muito baixa, normalmente inferior a 1%. Na mistura, tais compostos apresentam-se em diferentes concentrações; normalmente, um deles é o composto majoritário, existindo outros em menores teores e alguns em baixíssimas quantidades⁴.

Quimicamente, a grande maioria dos óleos essenciais é geralmente constituída por derivados fenilpropanóides e terpenos que estão associados ou não a outros componentes, sendo que estes últimos predominam. Normalmente associados aos monos e sesquiterpenos, aparecem também em suas composições ésteres, aldeídos, cetonas, acetais, fenóis, ceras, hidrocarbonetos lineares, ácidos graxos, alcalóides, cumarinas, esteróides, e uma cada vez mais heterogênea variedade de compostos heterocíclicos^{3,4}.

Os fenilpropanóides formam-se a partir do ácido chiquímico, que forma as unidades básicas dos ácidos cinâmico e *p*-cumárico. Esses últimos, por meio de reduções enzimáticas, produzem propenilbenzenos e ou alilbenzenos e, por meio de oxidações com degradação de cadeias laterais, geram aldeídos aromáticos. Os fenilpropanóides sofrem ciclizações catalisadas

por enzimas produzindo cumarinas⁴.

Os óleos essenciais são utilizados na fabricação de muitos produtos de uso diário, tais como fármacos, perfumes, sabonetes, desinfetantes, conservantes, dentre outros⁵. Os óleos essenciais, utilizados em uma formulação farmacêutica definida e com uma dose precisa, são denominados de medicamentos fitoterápicos. Desta forma as medicinas de todas as culturas têm usado plantas aromáticas como medicinais. Ainda em nossos dias, temos a camomila, a melissa, o cravo e suas essências, que são utilizadas tanto na cozinha da casa, como no perfume ou entre as drogas medicinais. É muito provável que as plantas aromáticas, tenham estado entre as primeiras espécies de usos medicinais conhecidas pelo homem, pois só o fato de dispor de um forte odor deve ter despertado no homem primitivo o interesse pela sua utilização³. Os óleos essenciais são largamente utilizados para a produção de fármacos^{6,7}. Dentre os vários podemos destacar os medicamentos para tratamento de úlceras e gastrites⁸; leucemia⁹; hipoglicemia, reumatismo, gota e hipotensão¹⁰.

As indústrias de sabores e fragrâncias são as principais usuárias de óleos essenciais e movimentou aproximadamente US\$ 14 bilhões de dólares (2000) e estima-se que em 2004 tenha atingido mais de US\$ 15 bilhões de dólares, o que representa um crescimento ao redor de 5% ao ano³.

1.2.1. Fatores que influenciam na produção e composição química dos óleos essenciais.

Parâmetros climáticos e fatores agrônômicos como fertilização, irrigação, colheita e especialmente a fase de desenvolvimento da planta na data da colheita influenciam no conteúdo de óleo essencial¹¹. Quanto ao clima, as duas variáveis climáticas mais diretamente relacionadas às plantas, são temperatura e chuva. Regiões tropicais, mais próximas ao equador, não apresentam grande variação de temperatura ao longo do ano, mas a quantidade de chuva varia bastante¹². Fatores fisiológicos tais como fotossíntese, comportamento estomatal, mobilização de reservas, expansão foliar e crescimento, podem ser alterados por estresse hídrico e, conseqüentemente, levar a alteração no acúmulo e na composição química dos óleos essenciais. Os efeitos da chuva na vegetação devem ser considerados em relação ao índice anual, sua distribuição pelo ano, seu efeito na umidade e seu efeito conjunto com a capacidade de absorção de água do solo. Assim, a época em que uma planta é coletada visando à extração do óleo essencial é da maior importância, visto que a quantidade e a composição química dos óleos essenciais não permanecem constantes durante o ano¹³.

1.3. A família Myrtaceae

A família Myrtaceae pertence à ordem Myrtales (Myrtales). É uma das famílias mais complexas, tanto número de espécies, quanto pelo pela escassez de estudos taxonômicos. Ela compreende cerca de 150 gêneros, com aproximadamente 3.600 espécies, sendo a segunda maior família desta ordem. As myrtaceas se distribuem por todos os continentes, à exceção da Antártida, mas com nítida predominância nas regiões tropicais e subtropicais do mundo. Ela se divide em duas subfamílias, Myrtoideae e Leptospermoideae^{14,15}.

Encontram-se nesta família desde arbustos de não mais que 2 metros de altura, como a *Myrcia salzmanni*, até árvores com mais de 100 metros, como algumas espécies de Eucaliptos nativas da Austrália¹⁴. Uma das características marcantes da família é a presença em seus órgãos vegetativos e reprodutivos, de estruturas secretoras de óleos essenciais¹⁶.

Seus espécimes são plantas lenhosas, arbustivas ou arbóreas, com folhas inteiras, de disposição alterna ou oposta e às vezes oposta cruzada, com estípulas muito pequenas. Suas flores são em geral brancas ou às vezes vermelhas, efêmeras hermafroditas, de simetria radial¹⁷. Nas Américas, são representadas principalmente por plantas frutíferas como jambo, pitanga, goiaba, jabuticaba, dentre outras. Essas espécies representam apenas uma pequena fração do grande potencial econômico da família, tendo em vista o grande número de frutos comestíveis produzidos por espécies não comerciais^{13,16}.

O Estudo fitoquímico das folhas de *Myrcia multiflora*, pedra-ume-caá, conhecida também como planta insulina, que é muito utilizada na medicina popular para o tratamento de diabetes na forma de infusão ou decocto¹⁸, levou ao isolamento das substâncias mirciatricina I e mirciafenona B, que apresentaram potencial atividade antidiabética. Estudos farmacológicos demonstraram a atividade de extratos de folhas de *Myrcia fallax* (Rich.) DC frente às células cancerígenas tipo KB¹⁹.

1.3.1. Myrtoideae

A subfamília Myrtoideae está bastante dispersa pelo mundo, mas tem uma maior concentração das espécies na América tropical. Os maiores números de espécies são: *Eugenia* (600), *Myrcia* (300), *Syzygium* (200) e *Psidium* (100)¹⁴.

1.3.2. Leptospermoideae

A subfamília Leptospermoideae também é muito dispersa, mas se desenvolvem melhor na Austrália, Malásia e Polinésia. O maior número de espécies são *Eucalyptus* (500) e *Malaleuca* (100)¹⁴.

1.3.3. Myrtaceae no Brasil

A família Myrtaceae representa uma das maiores famílias da flora brasileira, com 23 gêneros e aproximadamente 1000 espécies²⁰. Destacam-se nas Florestas Atlântica e de Restinga, onde frequentemente é a família com maior número de espécies²¹. Todos os representantes nativos pertencem à subfamília Myrtoideae, a qual é constituída de apenas uma tribo, Myrteae, que se divide em três subtribos, Eugeniinae, Myrciinae e Myrtinae²⁰.

As myrtaceas brasileiras caracteristicamente possuem tronco de casca lisa, que se renova a cada estação de crescimento. As flores são hermafroditas, geralmente de cor branca e florescem, em geral, no início da primavera. A estrutura geral das flores varia pouco entre as espécies quando comparada com outras grandes famílias, flores menores são mais comuns, embora o tamanho varie de pequeno (1,5 cm de diâmetro), como em *Calyptranthes* e *Myrcia*, a relativamente grande (> 2,0 cm)²².

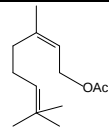
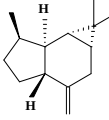
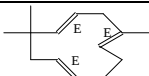
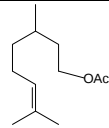
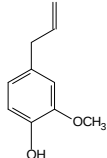
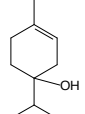
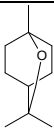
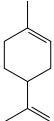
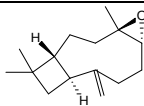
Exemplos comuns na flora brasileira são goiabeira e araçazeiro (*Psidium*); Jabuticabeira (*Myrciaria*); pitangueira, cambucazeiro (*Eugenia*); araçá-felpudo (*Campomanesia*) e cambuci (*Paivaea*)²¹. Dentre as espécies exóticas introduzidas no Brasil destacam-se os eucaliptos (*Eucalyptus*), a azeitona (*Syzygium*) e o cravo-da-índia(*Eugenia*)²³.

Do ponto de vista econômico destaca-se o eucalipto (*Eucalyptus sp*), que é originário da Austrália, onde diversas espécies de rápido crescimento são cultivadas para a obtenção de madeira, utilizada na produção de móveis, mourões, postes e carvão; e na fabricação de papel. Algumas espécies aromáticas, principalmente *Eucalyptus citriodora*, são utilizadas como matéria-prima na fabricação de produtos de limpeza e aromatizantes para sauna²⁰.

Na ecorregião de restinga as populações locais denominam os agrupamentos de mirtáceas de “cruiri”.

1.3.4. Substâncias identificadas de óleos essenciais de Myrtaceae

A Figura 1 disponibiliza algumas substâncias identificadas nos óleos essenciais de três gêneros de Myrtaceae (*Eucalyptus*, *Eugenia* e *Myrcia*).

Espécie	Substância
<i>Eucalyptus maculata</i> Hook ²⁴	 acetato de nerol
<i>Eucalyptus maculata</i> Hook ²⁴ <i>Eucalyptus thereticornis</i> Smith ^{24, 26}	 aromadendreno
<i>Eugenia caryophyllus</i> Spreng ^{18, 25, 29} <i>Eugenia uniflora</i> L ^{18, 24, 30-33}	 α -humuleno
<i>Eucalyptus camaldulensis</i> Dehn ^{25, 34, 35} <i>Eucalyptus thereticornis</i> Smith ²⁴⁻²⁶	 α -pineno
<i>Eucalyptus citriodora</i> Hook ^{18, 24, 25, 34, 36-40}	 acetato de citrionelol
<i>Eucalyptus citriodora</i> Hook ^{18, 24, 25, 34, 36-40} <i>Eucalyptus thereticornis</i> Smith ^{24, 25, 30}	 β -pineno
<i>Eugenia caryophyllus</i> Spreng ^{18, 25, 29}	 eugenol
<i>Eucalyptus camaldulensis</i> Dehn ^{25, 34, 35} <i>Eucalyptus maculata</i> Hook ²⁴ <i>Eucalyptus thereticornis</i> Smith ^{18, 25, 26}	 terpinen-4-ol
<i>Eucalyptus camaldulensis</i> Dehn ^{25, 34, 35} <i>Eucalyptus maculata</i> Hook ²⁴ <i>Eucalyptus thereticornis</i> Smith ^{24, 25, 26}	 1,8-cineol
<i>Eucalyptus camaldulensis</i> Dehn ^{34, 35} <i>Eucalyptus maculata</i> Hook ²⁴ <i>Eucalyptus thereticornis</i> Smith ^{24, 25, 26}	 limoneno
<i>Eucalyptus maculata</i> Hook ²⁴ <i>Eugenia caryophyllus</i> Spreng ^{18, 25, 27-29}	 óxido de cariofileno

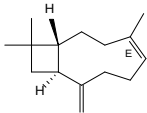
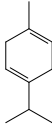
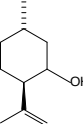
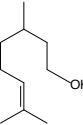
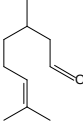
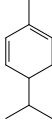
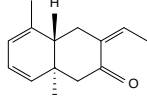
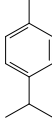
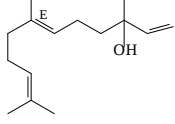
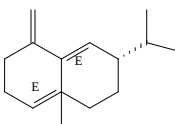
<i>Eucalyptus citriodora</i> Hook ^{18, 24, 25, 34, 36-40} <i>Eucalyptus maculata</i> Hook ²⁴ <i>Eugenia caryophyllus</i> Spreng ^{18, 25, 27-29} <i>Eugenia uniflora</i> L ^{18, 24, 30-33}	 <i>E</i> -cariofileno
<i>Eucalyptus camaldulensis</i> Dehn ^{34, 35} <i>Eucalyptus maculata</i> Hook ²⁴	 γ -terpineno
<i>Eucalyptus citriodora</i> Hook ^{18, 24, 26, 34, 36-40}	 isopulegol
<i>Eucalyptus citriodora</i> Hook ^{24, 25, 34, 36-40}	 citronelol
<i>Eucalyptus citriodora</i> Hook ^{18, 24-26, 34, 36-40}	 citronelal
<i>Eucalyptus camaldulensis</i> Dehn ^{25, 34, 35}	 α -felandreno
<i>Eugenia uniflora</i> L ^{18, 24, 30-32}	 selina-1, 3,7(11)-trien-8-ona.
<i>Eucalyptus maculata</i> Hook ²⁴	 <i>p</i> -cimeno
<i>Myrcia bracteata</i> (Rich) DC; <i>Myrcia cuprea</i> ; <i>Myrcia sylvatica</i> (G. Mey.) DC ⁴¹	 <i>E</i> -nerolidol
<i>Myrcia acuminatissima</i> O. Berg; <i>Myrcia bombycina</i> (O. Berg) Kiaersk; <i>Myrcia fallax</i> ; <i>Myrcia glarba</i> (O. Berg) D. Legrand; <i>Myrcia multiflora</i> ⁴¹	 germacreno D

Figura 1. Substâncias identificadas em óleos essenciais de Myrtaceae.

As estruturas do tipo β -tricetonas (Figura 2), possuindo quatro substituintes metílicos em um anel de seis membros e uma cadeia lateral acila, são raras em produtos naturais; porém, são encontradas em Myrtaceae, particularmente nos gêneros *Eucalyptus* e *Leptospermum*⁴².

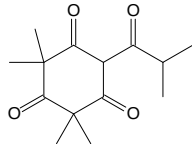
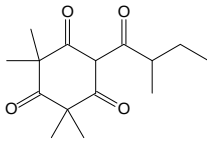
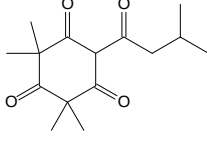
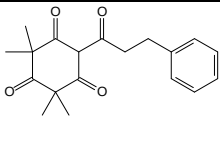
Espécie	Substância
Quimiotipo de <i>manuka</i> : <i>Leptospermum</i> <i>scoparium</i> ⁴²	 Flavesona
	 Iso-leptospermona
	 Leptospermona
<i>Manuka</i> ⁴³	 Grandiflorona

Figura 2. Estruturas de β -tricetonas.

1.3.5. Gênero *Calypttranthes*

O Gênero *Calypttranthes* compreende cerca de 100 espécies, que se distribuem pela América tropical, desde o sul da Flórida até o Uruguai. O nome vem do grego *calyptra* (tampa) e *anthum* (flor), referindo-se à ruptura circular do cálice na ântese, que produz uma estrutura posteriormente caduca, à semelhança de uma tampa. São muito escassas as referências anatômicas⁴⁴.

Dos escassos estudos químicos sobre esta espécie, foram identificadas nos óleos essenciais substâncias tais como cis-beta farneseno (I) e biciclogermacreno (II), Figura 3⁴⁵.

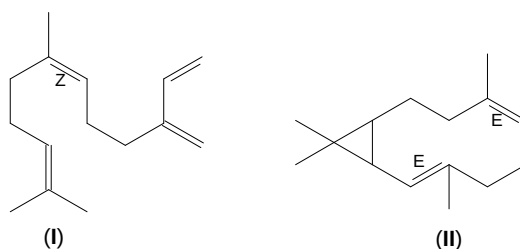


Figura 3. Estruturas de substâncias identificadas em óleo essencial do gênero *Calyptranthes*.

1.4. Sergipe

No Estado de Sergipe, são definidas duas estações, uma chuvosa, que vai de abril a agosto, e outra seca, de setembro a março. Apresenta uma vegetação típica de caatinga e também possui remanescentes de Mata Atlântica, incluindo as restingas, que são formações vegetais sobre o solo arenoso, contíguas à zona de praia e de vegetação rupestre ainda pouco explicada, onde as famílias com o maior número de espécies são Myrtaceae (51), Leguminosae (47) e Rubiaceae (36)⁴⁶. Nestes ambientes encontram-se plantas de reconhecida atividade biológica pela população local, bem como espécies de ocorrência endêmica, algumas ainda desconhecidas pela ciência, tanto do ponto de vista botânico, como pelo químico e farmacológico. O conhecimento científico da flora destes ecossistemas no Estado de Sergipe é praticamente inexistente. Estes aspectos estimulam a desenvolver pesquisas em produtos naturais para promover o levantamento desta riqueza nativa. É por estes motivos que se desenvolveu este projeto de Mestrado.

2. OBJETIVOS

2.1. Objetivo geral

- Determinar a composição química do óleo essencial de *Calypthranthes restingae* Sobral (Myrtaceae) e avaliar as suas possíveis atividades biológicas e farmacológicas.

2.2. Objetivos específicos

- Extrair o óleo essencial das partes aéreas da planta (folhas, flores e frutos).
- Determinar o perfil químico do óleo essencial de folhas frescas, folhas secas, flores, frutos verdes e frutos de vez.
- Monitorar o perfil químico anual, semanal e ao longo do dia do óleo essencial das folhas frescas.
- Avaliar o potencial biológico e/ou farmacológico do óleo essencial das folhas frescas.

3. MATERIAL E MÉTODOS

3.1. Coleta e identificação do material vegetal

As folhas, flores e frutos de *Calypttranthes restingae* Sobral (Figura 4) foram coletados de plantas adultas numa mata de restinga localizada nas proximidades do Rio Pomonga (localização por satélite: S 10.47.325 / W 36.58.414), município de Santo Amaro das Brotas, Estado de Sergipe, no período de maio de 2007 a abril de 2008 (Tabela 1). Uma exsicata da primeira coleta foi depositada no Herbário do Departamento de Biologia da Universidade Federal de Sergipe, Voucher nº 582, A.S. Ribeiro, S.M.F. Machado, L.O. Passos. As coletas e identificação das espécies foram realizadas em colaboração com os Professores Dr. Adauto de Souza Ribeiro (DBI/UFS) e Dr. Marcos Sobral (ICB/UFGM).

Tabela 1. Compilação dos dados referentes aos dias, meses e horários das coletas, bem como das características da planta e ou do clima durante a coleta.

Dia/mês/ano da coleta	Hora da coleta	Características da planta e/ou do clima na coleta
1/5/2007	8:00 horas	As plantas estavam com poucos frutos maduros. Tinha chovido na noite anterior à coleta.
4/6/2007		Coleta realizada sob intensa chuva.
2/7/2007		Tinha chovido muito durante a noite que antecedeu a coleta.
6/8/2007	9:00 horas	Coleta realizada sem chuva. Nesta coleta foram realizadas extrações com as folhas frescas, e secas em estufa a 40°C durante 48 horas. Após a secagem as folhas foram trituradas em moinho de facas.
3/9/2007		O tempo estava seco e quente.
8/10/2007		As folhas estavam feias e repletas de botões florais.
5/11/2007		Neste mês foi coletada uma grande quantidade de folhas, que foram armazenadas em sacolas plásticas de 100 litros, deixadas totalmente abertas para que fossem utilizadas em extrações durante seis dias consecutivos. Como as plantas estavam completamente floridas, também foram coletadas as flores.
21/12/2007		A planta estava com um aspecto bonito, com muitas folhas novas e frutos recém-formados. O tempo estava seco e a temperatura elevada
15/01/2009		O tempo estava seco e a temperatura elevada; as plantas estavam com um aspecto bonito e com frutos verdes e “de vez”.
29/2/2008		O tempo estava seco e a temperatura elevada. As plantas estavam com um aspecto bonito e com frutos verdes e “de vez”.
24/03/2008		As plantas apresentavam frutos “de vez” e maduros. O tempo estava seco e a temperatura elevada
25/4/2008	8:00; 12:00 e 17:00 horas	Apresentavam frutos “de vez” e alguns maduros. Tinha chovido alguns dias antes da coleta. Neste dia foram realizadas três coletas nos horários mencionados.



Figura 4. Aspecto geral de *Calypttranthes restingae* Sobral

3.2. Obtenção dos óleos essenciais

Os óleos essenciais foram obtidos por hidrodestilação em aparelhagem tipo Clevenger, separados fisicamente da água, secos com Na₂SO₄ - sulfato de sódio anidro (VETEC) e filtrados. A massa dos óleos foi determinada em balança analítica (Marte AL500) e o rendimento percentual foi calculado pela relação entre a massa do material vegetal/massa do óleo essencial obtido. As amostras de óleo foram transferidas para frascos de vidro âmbar e armazenadas em freezer a 20°C, até o momento das análises. Todas as extrações foram realizadas em triplicata.

3. 3. Análise dos óleos essenciais.

3.3.1. Cromatografia a Gás acoplada a Espectrômetro de Massas (CG/EM)

As análises da composição química dos óleos foram realizadas no Laboratório de Cromatografia do Departamento de Química/UFS, em cromatógrafo a gás acoplado a espectrômetro de massa CG/EM (Shimadzu, modelo QP 5050A), equipado com auto-injetor AOC-20i (Shimadzu) e coluna capilar de sílica fundida (30 m x 0,25 mm) com fase estacionária DB-5 (0,25 µm de espessura de filme). O detector seletivo de massas foi operado com uma fonte de impacto de elétrons de 70 eV, velocidade de varredura 1000, intervalo de varredura de 0,50 fragmentos/s e faixa de massas de 40 a 500 Da. A programação utilizada foi a seguinte:

• Gás de arraste (Fluxo): Hélio (1,2 mL/min.) • Programação da temperatura do forno: Inicia a 50°C/1,5min.; em seguida 4°C/min. até atingir 200°C; em seguida 10°C/min. até atingir 250°C. • Temperatura do Injetor: 250°C.	• Temperatura do Detector: 280°C • Tempo de Corrida: 49 minutos • Volume de injeção: 0,5 µL em acetato de etila P.A. (QUIMEX). • Pressão da Coluna: 64,2 KPa.
---	--

Cada componente do óleo foi identificado através da comparação de seu espectro de massas com espectros avaliados pelo banco de dados (NIST21 e NIST107) do equipamento, com espectros existentes na literatura⁴⁷ e, também, pela comparação dos índices de retenção calculados com aqueles da literatura. Os índices de retenção de Kovat's (IK) foram determinados utilizando uma curva de calibração de uma série de *n*-alcanos (C8-C18) injetados nas mesmas condições cromatográficas das amostras, aplicando-se a equação de Van Den Dool e Kratz⁴⁸; Entretanto, o constituinte majoritário do óleo não pode ser identificado por esta metodologia. A concentração dos constituintes foi calculada através da área integral de seus respectivos picos, relacionada com a área total de todos os constituintes da amostra.

Para elucidação da estrutura do constituinte majoritário foram realizadas análises de Ultravioleta (UV), Infravermelho (IV) e Ressonância Magnética Nuclear Unidimensional de Hidrogênio (RMN de ¹H-1D), e de Carbono Unidimensional (RMN de ¹³C-1D) e Bidimensional Heteronuclear HMQC e gHMBC (RMN de ¹³C-2D).

3.3.2. Ressonância Magnética Nuclear

As análises de Ressonância Magnética Nuclear foram realizadas no Laboratório de RMN do Departamento de Química/UFSCar. Os espectros de RMN ¹H, ¹³C e dos experimentos 2D foram obtidos em espectrômetro ARX-400 da Bruker. Foi utilizado clorofórmio deuterado (CDCl₃) como solvente e tetrametilsilano (TMS) como padrão interno.

3.3.3. Espectroscopia no Infravermelho

A análise de infravermelho foi realizada pelo Professor Dr. Luís Eduardo Almeida do DQI/UFS. Os espectros de absorção na região do infravermelho foram obtidos em filmes sobre cela de KBr (6000-600 cm⁻¹), empregando-se um espectrofotômetro Perkin-Elmer 1600 com transformada de Fourier. Como padrão de referência utilizou-se a absorção em 1601 cm⁻¹ de um filme de poliestireno fornecido pelo fabricante.

3.3.4. Espectroscopia no Ultravioleta

A espectroscopia na região do ultravioleta é uma técnica útil na identificação de carbonilas conjugadas. A análise foi realizada pelo Professor Dr. Luís Eduardo Almeida (DQI/UFS). Os espectros de absorção na região do UV foram obtidos em um Espectrofotômetro Hewlett Packard 8452A, equipado com detector de absorção na região do UV visível.

3.4. Avaliação das atividades biológicas e farmacológicas

3.4.1 Atividade larvicida

A atividade larvicida foi realizada segundo o método descrito por Reed-Munch⁴⁹ e Pizzi⁵⁰. Esta etapa foi realizada em colaboração com o Professor Dr. Sócrates Cabral de H. Cavalcante (DFS/UFS).

3.4.2 Atividade antimicrobiana

A avaliação da atividade antimicrobiana foi realizada pelo método de difusão em placas. Foram utilizados os seguintes microorganismos: (i) Bactérias Gran Positivas: *Enterococcus faecalis* (ATCC 4883); *Staphylococcus aureus* (ATCC 29737). (ii) Bactérias Gran Negativas: *Serratia marcescens* (ATCC 10006); *Escherichia coli* (ATCC 10536). Estes testes foram realizados em colaboração com o professor Dr. José Gerson Rezende Feitosa (DMO/UFS).

3.4.4. Avaliação pré-clínica da atividade antinociceptiva e antiinflamatória

A triagem farmacológica comportamental foi realizada segundo o método descrito por Mattei⁵¹. A avaliação da atividade antinociceptiva foi realizada de acordo com os métodos descritos por Koster et al.⁵²; Almeida e Oliveira⁵³; Dubuisson e Dennis⁵⁴; Wheeler-Aceto et al.⁵⁵; Franzotti et al.⁵⁶; Morteza-Semnani et al.⁵⁷. A avaliação da atividade antiinflamatória foi realizada de acordo com os métodos descritos por Winter et al.⁵⁸. Di Martino et al.⁵⁹. Estas avaliações foram realizadas em colaboração com o Professor Dr. Lucindo José Quintans Júnior (DFS/UFS).

4. RESULTADOS E DISCUSSÕES

O óleo essencial das folhas de *Calypttranthes restingae* Sobral mostrou-se interessante desde a sua primeira extração, primeiro porque o rendimento do óleo foi elevado (0,37% - 0,83%) e, segundo, pelo fato observado que parte dele cristalizava na torneira do Clevenger e no próprio hidrolato.

Outro dado importante é que o principal constituinte, composto A (Tabela 1), não foi identificado por CG/EM e sim após análises detalhadas dos dados de RMN de ^1H e de RMN de ^{13}C . Visto que o constituinte majoritário apresentou-se com um alto teor no óleo (40,12% - 87,43%), monitoramentos sazonais foram feitos ao longo de um ano, uma semana e um dia com o intuito de avaliar a variação do perfil dos constituintes químicos e do rendimento do óleo.

4.1. Monitoramento Anual - Análises dos óleos essenciais obtidos a partir das folhas frescas ao longo do ano.

Nos óleos essenciais dos meses de maio, julho, agosto, setembro, novembro (3º ao 6º dia de armazenamento) e dezembro de 2007; e abril de 2008 (coleta das 17:00 horas) foram observados a formação de cristais em um dos clevenger durante o processo de extração.

4.1.1. Óleo essencial das folhas frescas de *C. restingae* Sobral coletadas em maio de 2007.

Este óleo essencial apresentou rendimento médio de 0,52% (Anexo A-T1), no qual foram identificados nove compostos constituindo 97,96% do total do óleo (Figura 5, Tabela 2), sendo que o composto majoritário (A) apresentou rendimento médio de 64,56% (Tabela 2).

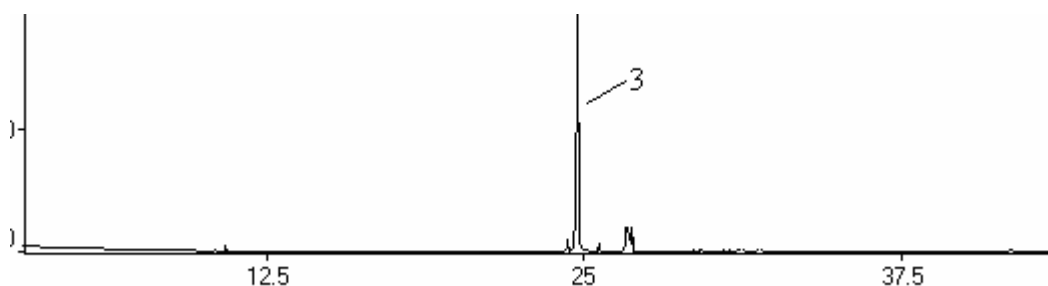


Figura 5. Cromatograma de íons totais (TIC) obtido por CG/EM do óleo essencial das folhas frescas de *C. restingae* Sobral coletadas em maio de 2007.

Tabela 2. Composição química do óleo essencial das folhas frescas de *C. restingae* Sobral coletadas em maio de 2007.

IRc	IR _L	Constituinte	A1	A2	A3	Média ± DP
934	-	NI	0	0	0,14	0,05 ± 0,08
1000	-	NI	0	0	0,58	0,19 ± 0,33
1093	-	NI	0	0	0,09	0,03 ± 0,05
1418	1418	E-cariofileno	4,47	2,16	1,92	2,85 ± 1,41
1428	-	composto A	55,72	64,8	73,17	64,56 ± 8,7
1455	1455	α-cariofileno	2,83	2,04	1,42	2,10 ± 0,71
1470	1470	4,5-di-epi-aristolocheno	0	0	0,16	0,05 ± 0,09
1489	1489	β-selineno	24,03	19,05	10,65	17,91 ± 6,7
1495	1495	α-selineno	12,95	9,98	5,4	9,44 ± 3,80
1503	-	NI	0	0	0,1	0,03 ± 0,60
1519	1519	7-epi- α-selineno	0	0	0,21	0,07 ± 0,12
1572	-	NI	0	0	0,23	0,08 ± 0,13
1581	1581	óxido de cariofileno	0	0,79	1,21	0,67 ± 0,61
1609	-	NI	0	0	0,32	0,11 ± 0,18
1617	-	NI	0	0	0,43	0,14 ± 0,25
1626	-	NI	0	0	0,16	0,05 ± 0,09
1633	-	NI	0	0	0,79	0,26 ± 0,46
1637	-	NI	0	0	0,92	0,31 ± 0,53
1655	-	NI	0	0	0,59	0,20 ± 0,34
1658	-	NI	0	0,59	0,69	0,43 ± 0,37
1670	-	NI	0	0	0,18	0,06 ± 0,10
1682	-	NI	0	0	0,2	0,07 ± 0,12
-	-	NI	0	0	0,23	0,07 ± 0,13

IRc –Índice de retenção calculado(de acordo com Van Den Dool & Kratz, 1963); IR_L – Índice de retenção da literatura (Adams 2007); A - Amostra; DP - Desvio padrão, NI – Não identificado.

Uma vez que foi observada a presença de cristais, na ocasião da extração, tanto no óleo como no próprio hidrolato, um experimento foi feito aumentando-se a potência da manta aquecedora até o máximo. Observou-se um aumento no rendimento dos cristais no hidrolato, passando de 0,11% para 0,32%. A análise de CG/EM mostrou que os cristais correspondem ao constituinte majoritário, composto A.

4.1.2. Óleo essencial das folhas frescas coletadas em junho de 2007.

Este óleo essencial apresentou rendimento médio de 0,37% (Anexo A-T2), no qual foram identificados dez compostos, constituindo 97,25% do total do óleo (Figura 6, Tabela 3), sendo que o composto majoritário (A) apresentou rendimento médio de 76,26%. Dados complementares estão disponíveis no Anexo B-T1.

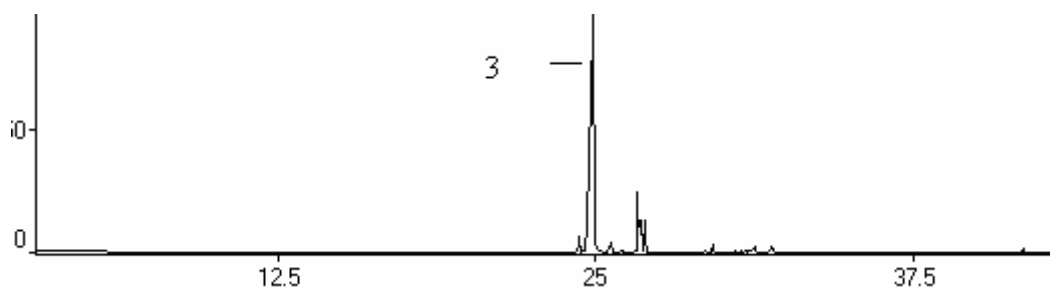


Figura 6. Cromatograma de íons totais (TIC) obtido por CG/EM do óleo essencial das folhas frescas de *C. restingae* Sobral coletadas em junho de 2007.

Tabela 3. Composição química do óleo essencial das folhas frescas de *C. restingae* Sobral coletadas em junho de 2007.

Pico	Composto	IR lit.	%
1	β -elemeno	1390	0,03
2	<i>E</i> -cariofileno	1419	1,92
3	composto A	-	76,26
4	α -cariofileno	1454	1,35
5	4,5-di-epi-aristolocheno	1473	0,08
6	β -selineno	1490	10,53
7	α -selineno	1498	5,30
8	7-epi- α -selineno	1522	0,29
9	óxido de cariofileno	1583	1,05
10	cariofila-4(14),8(15)-dien-5 β -ol	1641	0,44

IR lit. – Índice de retenção da literatura (Adams 2007); % - percentual relativo do composto no óleo essencial.

4.1.3. Óleo essencial das folhas frescas coletadas em julho de 2007.

Este óleo essencial apresentou rendimento médio de 0,47% (Anexo A-T3), no qual foram identificados nove compostos, constituindo 97,38% do total do óleo (Figura 7, Tabela 4), sendo que o composto majoritário (A) apresentou rendimento médio de 75,12%. Dados complementares estão disponíveis no Anexo B-T2.

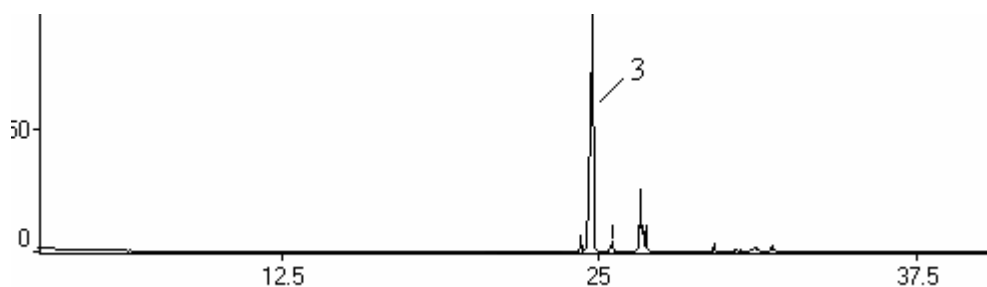


Figura 7. Cromatograma de íons totais (TIC) obtido por CG/EM do óleo essencial das folhas frescas de *C. restingae* Sobral coletadas em julho de 2007.

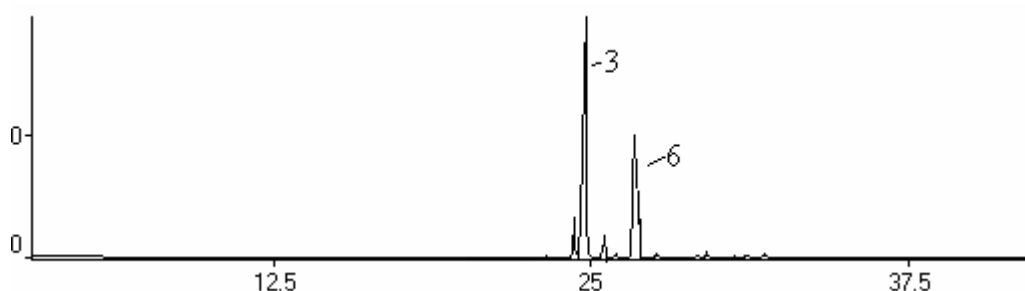
Tabela 4. Composição química do óleo essencial das folhas frescas de *C. restingae* Sobral coletadas em julho de 2007.

Pico	Composto	IR lit.	%
1	β -elemeno	1390	0,12
2	<i>E</i> -cariofileno	1419	2,82
3	composto A	-	75,12
4	α -cariofileno	1454	1,58
5	4,5-di-epi-aristolocheno	1473	0,16
6	β -selineno	1490	10,73
7	α -selineno	1498	5,68
8	7-epi- α -selineno	1522	0,17
9	óxido de cariofileno	1583	1,00

IR lit. – Índice de retenção da literatura (Adams 2007); % - percentual relativo do composto no óleo essencial.

4.1.4. Óleo essencial das folhas frescas coletadas em agosto de 2007.

Este óleo essencial apresentou rendimento médio de 0,49% (Anexo A-T4) no qual foram identificados nove compostos, constituindo 98,26% do total do óleo (Figura 8, Tabela 5), sendo que o composto majoritário (A) apresentou rendimento médio de 51,08%. Dados complementares estão disponíveis no Anexo B-T3.

**Figura 8.** Cromatograma de íons totais (TIC) obtido por CG/EM do óleo essencial das folhas frescas de *C. restingae* Sobral coletadas em agosto de 2007.**Tabela 5.** Composição química do óleo essencial das folhas frescas de *C. restingae* Sobral coletadas em agosto de 2007.

Pico	Composto	IR lit.	%
1	β -elemeno	1390	0,17
2	<i>E</i> -cariofileno	1419	4,55
3	composto A	-	51,08
4	α -cariofileno	1454	2,46
5	4,5-di-epi-aristolocheno	1473	0,47
6	β -selineno	1490	24,84
7	α -selineno	1498	13,77
8	7-epi- α -selineno	1522	0,54
9	óxido de cariofileno	1583	0,38

IR lit. – Índice de retenção da literatura (Adams 2007); % - percentual relativo do composto no óleo essencial.

4.1.5. Óleo essencial das folhas frescas coletadas em setembro de 2007.

Este óleo essencial apresentou rendimento médio de 0,59% (Anexo A-T5), no qual foram identificados nove compostos, constituindo 98,17% do total do óleo (Figura 9, Tabela 6), sendo que o composto majoritário (A) apresentou rendimento médio de 62,26%. Dados complementares estão disponíveis no Anexo B-T4.

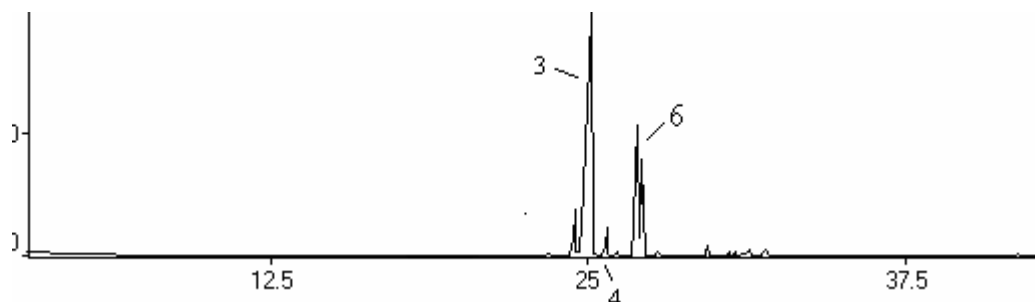


Figura 9. Cromatograma de íons totais (TIC) obtido por CG/EM do óleo essencial das folhas frescas de *C. restingae* Sobral coletadas em setembro de 2007.

Tabela 6. Composição química do óleo essencial das folhas frescas de *C. restingae* Sobral coletadas em setembro de 2007.

Pico	Composto	IR lit.	%
1	β -elemeno	1390	0,14
2	<i>E</i> -cariofileno	1419	4,26
3	composto A	-	62,26
4	α -cariofileno	1454	2,58
5	4,5-di-epi-aristolocheno	1473	0,26
6	β -selineno	1490	17,79
7	α -selineno	1498	10,01
8	7-epi- α -selineno	1522	0,22
9	óxido de cariofileno	1583	0,65

IR lit. – Índice de retenção da literatura (Adams 2007); % - percentual relativo do composto no óleo essencial.

4.1.6. Óleo essencial das folhas frescas coletadas em outubro de 2007.

Este óleo essencial apresentou rendimento médio de 0,64% (Anexo A-T6), no qual foram identificados nove compostos, constituindo 96,52% do total do óleo (Figura 10, Tabela 7), sendo que o composto majoritário (A) apresentou rendimento médio de 40,12%. Dados complementares estão disponíveis no Anexo B-T5.

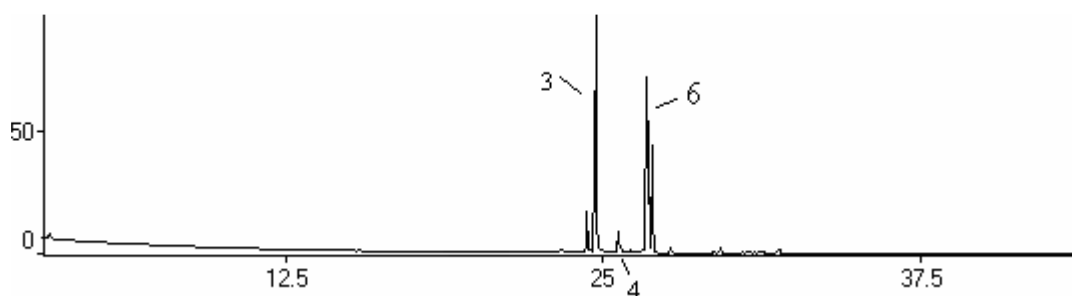


Figura 10. Cromatograma de íons totais (TIC) obtido por CG/EM do óleo essencial das folhas frescas de *C. restingae* Sobral coletadas em outubro de 2007.

Tabela 7. Composição química do óleo essencial das folhas frescas de *C. restingae* Sobral coletadas em outubro de 2007.

Pico	Composto	IR lit.	%
1	β -elemeno	1390	0,43
2	<i>E</i> -cariofileno	1419	6,50
3	composto A	-	40,12
4	α -cariofileno	1454	3,85
5	4,5-di-epi-aristolocheno	1473	0,48
6	β -selineno	1490	27,83
7	α -selineno	1498	15,89
8	7-epi- α -selineno	1522	0,68
9	óxido de cariofileno	1583	0,74

IR lit. – Índice de retenção da literatura (Adams 2007); % - percentual relativo do composto no óleo essencial.

4.1.7. Óleo essencial das folhas frescas coletadas em novembro de 2007.

Este óleo essencial apresentou rendimento médio de 0,42% (Anexo A-T7), no qual foram identificados oito compostos, constituindo 98,52% do total do óleo (Figura 11, Tabela 8), sendo que o composto majoritário (A) apresentou rendimento médio de 89,49%. Dados complementares estão disponíveis no Anexo B-T6.

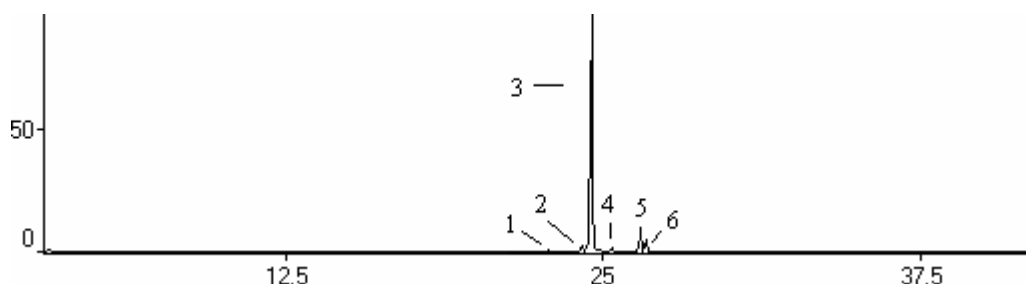


Figura 11. Cromatograma de íons totais (TIC) obtido por CG/EM do óleo essencial das folhas frescas de *C. restingae* Sobral coletadas em novembro de 2007.

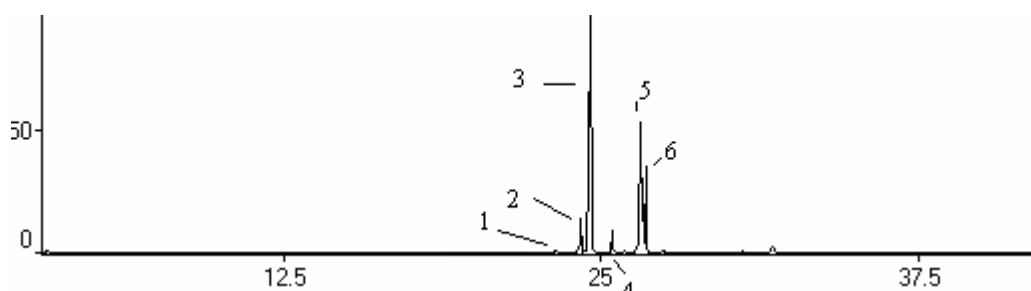
Tabela 8. Composição química do óleo essencial das folhas frescas de *C. restingae* Sobral coletadas em novembro de 2007.

Pico	Composto	IR lit.	%
1	β -elemeno	1390	0,03
2	<i>E</i> -cariofileno	1419	1,27
3	composto A	-	89,49
4	α -cariofileno	1454	0,93
5	β -selineno	1490	4,29
6	α -selineno	1498	2,44
7	7-epi- α -selineno	1522	0,05
8	óxido de cariofileno	1583	0,02

IR lit. – Índice de retenção da literatura (Adams 2007); % - percentual relativo do composto no óleo essencial.

4.1.8. Óleo essencial das folhas frescas coletadas em dezembro de 2007.

Este óleo essencial apresentou rendimento médio de 0,80% (Anexo A-T8), no qual foram identificados seis compostos, constituindo 97,46% do total do óleo (Figura 12, Tabela 9), sendo que o composto majoritário (A) apresentou rendimento médio de 56,64%. Dados complementares estão disponíveis no Anexo B-T7.

**Figura 12.** Cromatograma de íons totais (TIC) obtido por CG/EM do óleo essencial das folhas frescas de *C. restingae* Sobral coletadas em dezembro de 2007.**Tabela 9.** Composição química do óleo essencial das folhas frescas do óleo essencial das folhas frescas de *C. restingae* Sobral coletadas em dezembro de 2007.

Pico	Composto	IR lit.	%
1	β -elemeno	1390	0,21
2	<i>E</i> -cariofileno	1419	4,88
3	composto A	-	56,64
4	α -cariofileno	1454	2,99
5	β -selineno	1490	20,62
6	α -selineno	1498	12,12

IR lit. – Índice de retenção da literatura (Adams 2007); % - percentual relativo do composto no óleo essencial.

4.1.9. Óleo essencial das folhas frescas coletadas em janeiro 2008.

Este óleo essencial apresentou rendimento médio de 0,83% (Anexo A-T9), no qual foram identificados cinco compostos, constituindo 98,50% do total do óleo (Figura 13, Tabela 10), sendo que o composto majoritário (A) apresentou rendimento médio de 81,03%. Dados complementares estão disponíveis no Anexo B-T8.

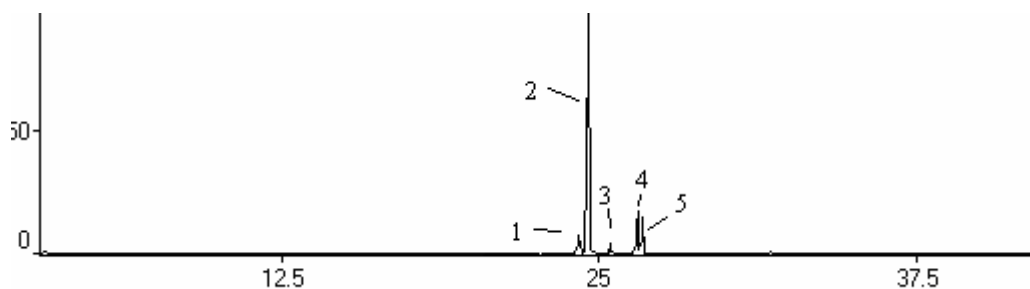


Figura 13. Cromatograma de íons totais (TIC) obtido por CG/EM do óleo essencial das folhas frescas de *C. restingae* Sobral coletadas em janeiro de 2008.

Tabela 10. Composição química do óleo essencial das folhas frescas de *C. restingae* Sobral coletadas em janeiro de 2008.

Pico	Composto	IR lit.	%
1	<i>E</i> -cariofileno	1419	2,40
2	composto A	-	81,03
3	α -cariofileno	1454	1,52
4	β -selineno	1490	8,54
5	α -selineno	1498	5,01

IR lit. – Índice de retenção da literatura (Adams 2007); % - percentual relativo do composto no óleo essencial.

4.1.10. Óleo essencial das folhas frescas coletadas em fevereiro 2008.

Este óleo essencial apresentou rendimento médio de 0,71% (Anexo A-T10), no qual foram identificados cinco compostos, constituindo 99,07% do total do óleo (Figura 14, Tabela 11), sendo que o composto majoritário (A) apresentou rendimento médio de 87,43%. Dados complementares estão disponíveis no Anexo B-T9.

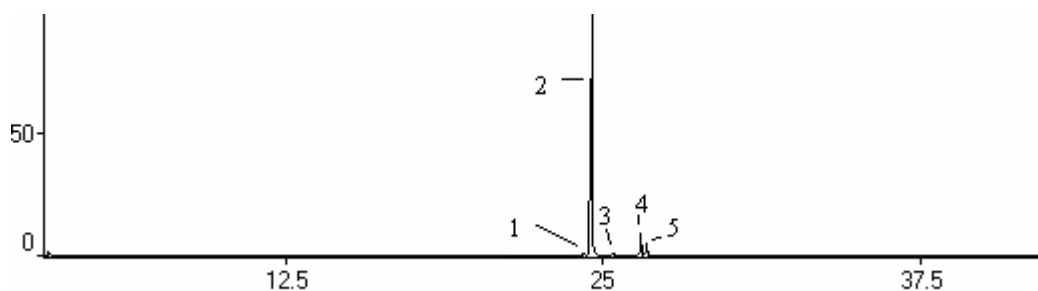


Figura 14. Cromatograma de íons totais (TIC) obtido por CG/EM do óleo essencial das folhas frescas de *C. restingae* Sobral coletadas em fevereiro de 2008.

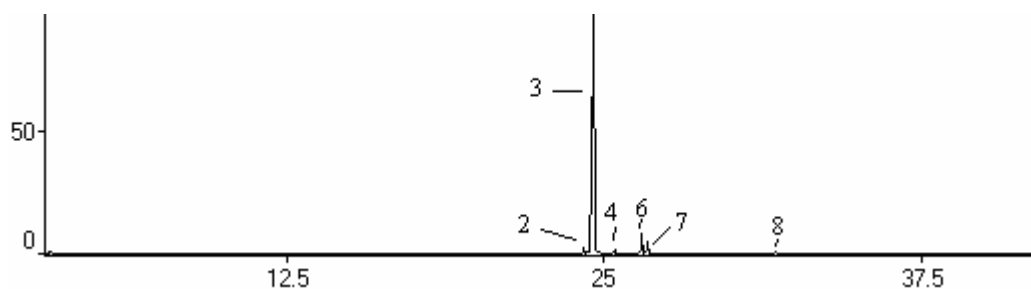
Tabela 11. Composição química do óleo essencial das folhas frescas de *C. restingae* Sobral coletadas em fevereiro de 2008.

Pico	Composto	IR lit.	%
1	<i>E</i> -cariofileno	1419	1,06
2	composto A	-	87,43
3	α -cariofileno	1454	0,74
4	β -selineno	1490	6,36
5	α -selineno	1498	3,48

IR lit. – Índice de retenção da literatura (Adams 2007); % - percentual relativo do composto no óleo essencial.

4.1.11. Óleo essencial das folhas frescas coletadas em março 2008.

Este óleo essencial apresentou rendimento médio de 0,64% (Anexo A-T11), no qual foram identificados nove compostos, constituindo 98,69% do total do óleo (Figura 15, Tabela 12), sendo que o composto majoritário (A) apresentou rendimento médio de 80,57%. Dados complementares estão disponíveis no Anexo B-T10.

**Figura 15.** Cromatograma de íons totais (TIC) obtido por CG/EM do óleo essencial das folhas frescas de *C. restingae* Sobral coletadas em março de 2008.**Tabela 12.** Composição química do óleo essencial das folhas frescas de *C. restingae* Sobral coletadas em março de /2008.

Pico	Composto	IR lit.	%
1	β -elemeno	1390	0,04
2	<i>E</i> -cariofileno	1419	2,17
3	composto A	-	80,57
4	α -cariofileno	1454	1,53
5	4,5-di-epi-aristolocheno	1473	0,06
6	β -selineno	1490	8,84
7	α -selineno	1498	5,11
8	7-epi- α -selineno	1522	0,08
9	óxido de cariofileno	1583	0,29

IR lit. – Índice de retenção da literatura (Adams 2007); % - percentual relativo do composto no óleo essencial.

4.1.12. Óleo essencial das folhas frescas coletadas em abril de 2008.

Este óleo essencial apresentou rendimento médio de 0,64% (Anexo A-T12), no qual foram identificados sete compostos, constituindo 95,94% do total do óleo (Figura 16, Tabela 13), sendo que o composto majoritário (A) apresentou rendimento médio de 78,15%. Dados complementares estão disponíveis no Anexo B-T11.

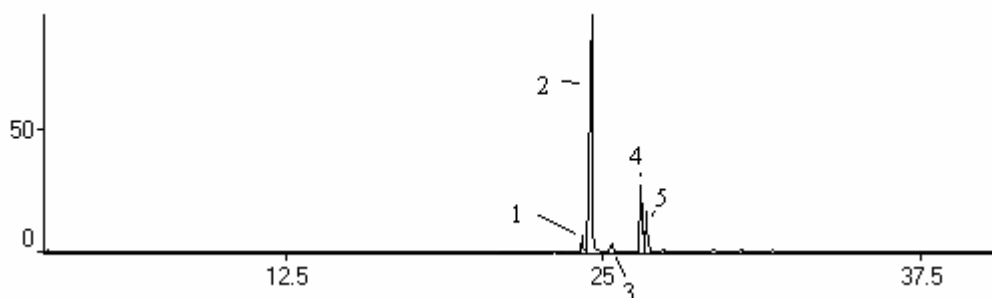


Figura 16. Cromatograma de íons totais (TIC) obtido por CG/EM do óleo essencial das folhas frescas de *C. restingae* Sobral coletadas em abril de 2008, às 8:00 horas da manhã.

Tabela 13. Composição química do óleo essencial das folhas frescas de *C. restingae* Sobral coletadas em abril de 2008, às 8:00 horas da manhã.

Pico	Composto	IR lit.	%
1	<i>E</i> -cariofileno	1419	0,53
2	composto A	-	78,15
3	α -cariofileno	1454	0,77
4	β -selineno	1490	10,20
5	α -selineno	1498	5,84
6	7-epi- α -selineno	1522	0,15
7	óxido de cariofileno	1583	0,30

IR lit. – Índice de retenção da literatura (Adams 2007); % - percentual relativo do composto no óleo essencial.

Em síntese, este óleo mostrou-se ser muito interessante por apresentar um constituinte majoritário, o “composto A”, cujo rendimento oscilou de 40 - 87%; este composto só teve a sua estrutura elucidada após análises minuciosas dos dados de RMN de ^1H e de ^{13}C , uni e bidimensionais, as quais serão discutidas no final desta seção. Os demais constituintes tiveram as suas estruturas elucidadas por cálculos dos índices de retenção e comparação visual dos espectros de massas com dados da literatura⁴⁷.

Tabela 14. Variação anual dos constituintes químicos do óleo essencial das folhas frescas de *C. restingae* Sobral.

Constituinte (%)	2007								2008			
	Mai	Jun	Jul	Ago	Set	Out	Nov	Dez	Jan	Fev	Mar	Abr
β -elemeno	-	0,03	0,12	0,17	0,14	0,43	0,03	0,21	-	-	0,04	-
<i>E</i> -cariofileno	2,85	1,92	2,82	4,55	4,26	6,50	1,27	4,88	2,40	1,06	2,17	0,53
composto A	64,60	76,26	75,12	51,08	62,26	40,12	89,49	56,64	81,03	87,43	80,57	78,15
α -cariofileno	2,10	1,35	1,58	2,46	2,58	3,85	0,93	2,99	1,52	0,74	1,53	0,77
B	0,05	0,08	0,16	0,47	0,26	0,48	-	-	-	-	0,06	-
β -selineno	17,90	10,53	10,73	24,84	17,79	27,83	4,29	20,62	8,54	6,36	8,84	10,20
α -selineno	9,44	5,3	5,68	13,77	10,01	15,89	2,44	12,12	5,01	3,48	5,11	5,84
7-epi- α -selineno	0,07	0,29	0,17	0,54	0,22	0,68	0,05	-	-	-	0,08	0,15
C	0,67	1,05	1,00	0,38	0,65	0,74	0,02	-	-	-	0,29	0,30

% - percentual relativo do composto no óleo essencial.; B - 4,5-di-epi-aristolocheno; C - óxido de cariofileno

Após compilação dos dados oriundos do monitoramento anual, Tabela 14, e uma avaliação minuciosa destes, algumas mudanças foram observadas com relação ao teor dos constituintes químicos no óleo essencial obtido a partir das folhas frescas assim como no rendimento do óleo (Tabela 15). Verificou-se que este óleo é constituído do composto A (policetídeo) e derivados sesquiterpênicos, e que cinco (Figura 17) dos nove constituintes presentes na primeira análise (maio/2007) estão presentes em todas as análises, variando apenas quanto ao percentual na composição química.

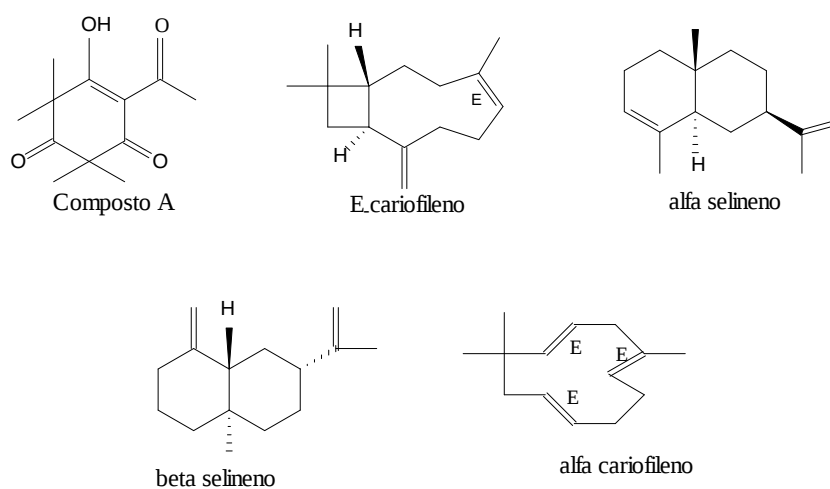
**Figura 17.** Estruturas das substâncias responsáveis pelo perfil químico do óleo essencial de *Calypttranthes restingae* Sobral.

Tabela 15. Variação no rendimento do óleo essencial das folhas frescas de *C. restingae* Sobral.

Mês	Média (%) $\pm$ DP	Composto A %	R _A *
Ano - 2007			
Maio	0,52 $\pm$ 0,04	64,60	33,59
Junho	0,37 $\pm$ 0,02	76,26	28,22
Julho	0,47 $\pm$ 0,01	75,12	35,31
Agosto	0,49 $\pm$ 0,00	51,08	25,03
Setembro	0,59 $\pm$ 0,01	62,26	36,73
Outubro	0,64 $\pm$ 0,03	40,12	25,68
Novembro	0,42 $\pm$ 0,05	89,49	37,59
Dezembro	0,80 $\pm$ 0,02	56,64	45,31
Ano - 2008			
Janeiro	0,83 $\pm$ 0,01	81,03	67,25
Fevereiro	0,71 $\pm$ 0,01	87,43	62,08
Março	0,64 $\pm$ 0,01	80,57	51,56
Abril	0,64 $\pm$ 0,02	78,15	50,02

DP - Desvio padrão; R_A*- Rendimento relativo do composto A

Verificou-se que os maiores rendimentos do óleo essencial foram obtidos nas coletas feitas no período de estresse hídrico, ou seja, nos meses de dezembro, janeiro e fevereiro. Entretanto, se for considerado o mês de maior rendimento do constituinte majoritário (Composto A), janeiro é o mês cujo rendimento relativo é o maior com 67,25%, seguido de fevereiro com 62,08%, como pode ser observado na Tabela 15.

4.2. Monitoramento do armazenamento semanal - Análises dos óleos essenciais obtidos a partir das folhas coletadas em novembro e cujas extrações foram realizadas durante seis dias consecutivos.

4.2.1. Primeiro dia.

Esta análise corresponde àquela atribuída ao mês de novembro/2007 (Figura 11, Tabela 7 e Anexos A-T7 e B-T6).

4.2.2. Segundo dia.

O óleo essencial extraído no segundo dia apresentou rendimento médio de 0,43% (Anexo A-T13), no qual foram identificados nove compostos, constituindo 96,77 % do total do óleo (Figura 18, Tabela 16), sendo que o composto majoritário (A) correspondeu a 61,15%.

Observou-se um decréscimo de 28,34% do composto majoritário em relação à primeira extração. Dados complementares estão disponíveis no Anexo B-T12.

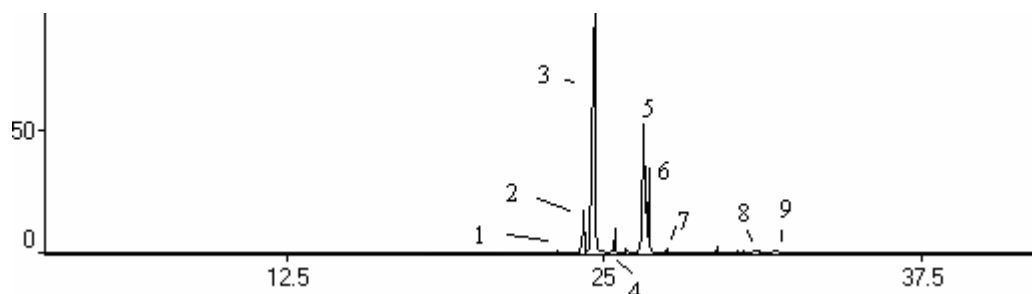


Figura 18. Cromatograma de íons totais (TIC) obtido por CG/EM do óleo essencial das folhas armazenadas por dois dias de *C. restingae* Sobral coletadas em novembro de 2007.

Tabela 16. Composição química do óleo essencial das folhas armazenadas por dois dias *C. restingae* Sobral coletadas em novembro de 2007.

Pico	Composto	IR lit.	%
1	β -elemeno	1390	0,29
2	<i>E</i> -cariofileno	1419	4,65
3	composto A	-	61,15
4	α -cariofileno	1454	2,55
5	4,5-di-epi-aristolocheno	1473	0,08
6	β -selineno	1490	17,11
7	α -selineno	1498	9,90
8	7-epi- α -selineno	1522	0,44
9	óxido de cariofileno	1583	0,60

R lit. – Índice de retenção da literatura (Adams 2007); % - percentual relativo do composto no óleo essencial.

4.2.3. Terceiro dia.

O óleo essencial extraído no terceiro dia apresentou rendimento médio de 0,45% (Anexo A-T14) no qual foram identificados nove compostos, constituindo 96,77 % do total do óleo (Figura 19, Tabela 17), sendo que o composto majoritário (A) apresentou rendimento médio de 55,82%, o que evidencia um decréscimo de 33,67% em relação ao primeiro dia de extração. Dados complementares estão disponíveis no Anexo B-T13.

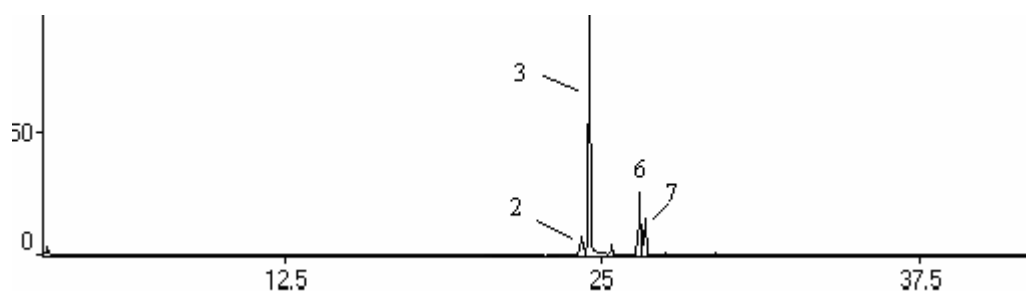


Figura 19. Cromatograma de íons totais (TIC) obtido por CG/EM do óleo essencial das folhas armazenadas por três dias de *C. restingae* Sobral coletadas em novembro de 2007.

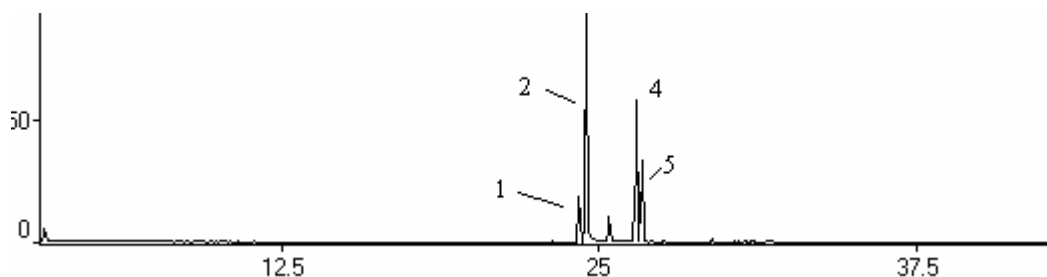
Tabela 17. Composição química do óleo essencial das folhas armazenadas por três dias de *C. restingae* Sobral coletadas em novembro de 2007.

Pico	Composto	IR lit.	%
1	β -elemeno	1390	0,15
2	<i>E</i> -cariofileno	1419	5,50
3	composto A	-	55,82
4	α -cariofileno	1454	2,96
5	4,5-di-epi-aristolocheno	1473	0,22
6	β -selineno	1490	21,09
7	α -selineno	1498	11,90
8	7-epi- α -selineno	1522	0,32
9	óxido de cariofileno	1583	0,27

IR lit. – Índice de retenção da literatura (Adams 2007); % - percentual relativo do composto no óleo essencial.

4.2.4. Quarto dia.

O óleo essencial extraído no quarto dia apresentou rendimento médio de 0,47% (Anexo A-T15), no qual foram identificados seis compostos, constituindo 98,17 % do total do óleo (Figura 20, Tabela 18). Foi observado que o composto majoritário (A) sofreu um decréscimo de 46,75% em relação ao primeiro dia de extração. Dados complementares estão disponíveis no Anexo B-T14.

**Figura 20.** Cromatograma de íons totais (TIC) obtido por CG/EM do óleo essencial das folhas armazenadas por quatro dias de *C. restingae* Sobral coletadas em novembro de 2007.**Tabela 18.** Composição química do óleo essencial das folhas armazenadas por quatro dias de *C. restingae* Sobral coletadas em novembro de 2007.

Pico	Composto	IR lit.	%
1	<i>E</i> -cariofileno	1419	7,84
2	composto A	-	42,74
3	α -cariofileno	1454	4,48
4	β -selineno	1490	27,61
5	α -selineno	1498	15,24
6	óxido de cariofileno	1583	0,26

IR lit. – Índice de retenção da literatura (Adams 2007); % - percentual relativo do composto no óleo essencial.

4.2.5. Quinto dia.

O óleo essencial extraído no quinto dia apresentou rendimento médio de 0,47% (Anexo A-T16), no qual foram identificados nove compostos, constituindo 98,17% do total do óleo (Figura 21, Tabela 19). Observou-se que o composto (A) sofreu um decréscimo de 63,97% em relação ao primeiro dia de extração e deixou de ser majoritário. Este óleo possui as mesmas características do óleo obtido a partir das folhas secas em estufa. Dados complementares estão disponíveis no Anexo B-T15.

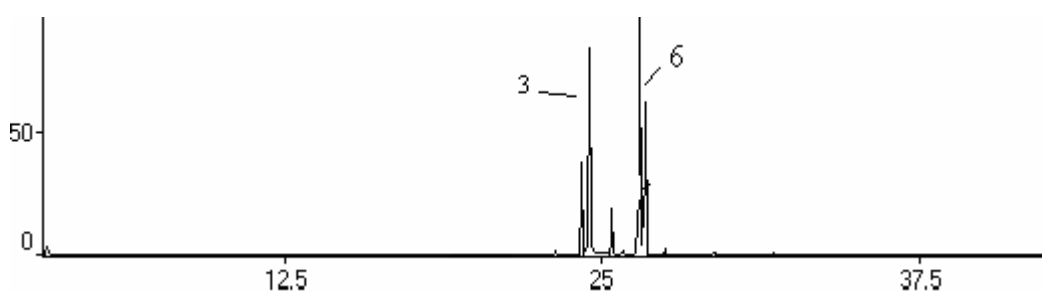


Figura 21. Cromatograma de íons totais (TIC) obtido por CG/EM do óleo essencial das folhas armazenadas por cinco dias de *C. restingae* Sobral coletadas em novembro de 2007.

Tabela 19. Composição química do óleo essencial das folhas armazenadas por cinco dias de *C. restingae* Sobral coletadas em novembro de 2007.

Pico	Composto	IR lit.	%
1	β -elemeno	1390	0,17
2	<i>E</i> -cariofileno	1419	11,35
3	composto A	-	25,52
4	α -cariofileno	1454	5,79
5	4,5-di-epi-aristolocheno	1473	0,14
6	β -selineno	1490	34,15
7	α -selineno	1498	19,68
8	7-epi- α -selineno	1522	0,33
9	óxido de cariofileno	1583	0,12

IR lit. – Índice de retenção da literatura (Adams 2007); % - percentual relativo do composto no óleo essencial.

4.2.6. Sexto dia.

O óleo essencial extraído no sexto dia apresentou rendimento médio de 0,48% (Anexo A-T17), no qual foram identificados oito compostos, constituindo 95,01 % do total do óleo (Figura 22, Tabela 20). Observou-se que o composto (A) sofreu um decréscimo de 63,05% em relação ao primeiro dia de extração e deixou de ser o majoritário. Este óleo tem as mesmas características do óleo obtido a partir das folhas secas em estufa. Dados complementares estão disponíveis no Anexo B-T16.

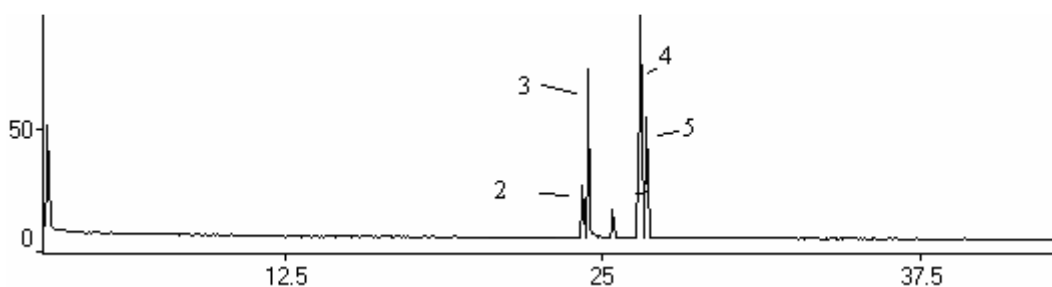


Figura 22. Cromatograma de íons totais (TIC) obtido por CG/EM do óleo essencial das folhas armazenadas por seis dias de *C. restingae* Sobral coletadas em novembro de 2007.

Tabela 20. Composição química do óleo essencial das folhas armazenadas por seis dias de *C. restingae* Sobral coletadas em novembro de 2007.

Pico	Composto	IR lit.	%
1	β -elemeno	1390	0,09
2	<i>E</i> -cariofileno	1419	9,48
3	composto A	-	26,44
4	α -cariofileno	1454	5,07
5	β -selineno	1490	34,84
6	α -selineno	1498	18,83
7	7-epi- α -selineno	1522	0,16
8	óxido de cariofileno	1583	0,09

IR lit. – Índice de retenção da literatura (Adams 2007); % - percentual relativo do composto no óleo essencial.

Com relação ao monitoramento do armazenamento do óleo, verificou-se que com o passar dos dias, o percentual do constituinte majoritário (A) diminuiu progressivamente, 89,49% - 26,44% (Tabela 21), deixando de ser o composto majoritário a partir da quinta extração. Portanto, a extração do óleo deve ser feita logo após a coleta, ou seja, no primeiro dia. Os dados referentes aos rendimentos dos óleos estão dispostos na Tabela 22.

Tabela 21. Variação percentual dos principais constituintes do óleo essencial das folhas armazenadas de *C. restingae* Sobral referente às extrações feitas durante seis dias consecutivos.

Constituinte	1º	2º	3º	4º	5º	6º
β -elemeno	0,03	0,29	0,15	-	0,17	0,09
<i>E</i> -cariofileno	1,27	4,65	5,50	7,84	11,35	9,48
composto A	89,49	61,15	55,80	42,74	25,52	26,44
α -cariofileno	0,93	2,55	2,96	4,48	5,79	5,07
4,5-di-epi-aristolocheno	-	0,08	0,22	-	0,14	-
β -selineno	4,29	17,11	21,09	27,61	34,15	34,84
α -selineno	2,44	9,9	11,9	15,24	19,68	18,83
7-epi- α -selineno	0,05	0,44	0,32	-	0,33	0,16
óxido de cariofileno	0,02	0,60	0,27	0,26	0,12	0,09
Outros	1,48	3,23	1,77	1,83	2,75	5,00

IR lit. – Índice de retenção da literatura (Adams 2007); % - percentual relativo do composto no óleo essencial.

Tabela 22. Variação no rendimento do óleo essencial das folhas armazenadas de *C. restingae* Sobral referente às seis extrações feitas em dias consecutivos.

Extração/ dia	Média(%) $\pm$ DP
1º	0,42 $\pm$ 0,05
2º	0,43 $\pm$ 0,04
3º	0,45 $\pm$ 0,03
4º	0,46 $\pm$ 0,02
5º	0,47 $\pm$ 0,02
6º	0,54 $\pm$ 0,01

DP – Desvio padrão

4.3. Monitoramento Diário - Análises dos óleos essenciais obtidos a partir de folhas frescas coletadas em abril de 2008.

4.3.1. Horário de Coleta - 8:00 horas.

Esta análise corresponde àquela atribuída ao mês de abril/2008 no monitoramento anual. (Anexo A-T12, Figura 16, Tabela 13, Anexo B-T11).

4.3.2. Horário de Coleta - 12:00 horas.

O óleo essencial apresentou rendimento médio de 0,65% (Anexo A-T18), no qual foram identificados nove compostos, constituindo 98,87% do total do óleo (Figura 23, Tabela 23). O rendimento médio do composto majoritário (A) foi de 77,15%. Dados complementares estão disponíveis no Anexo B-T17.

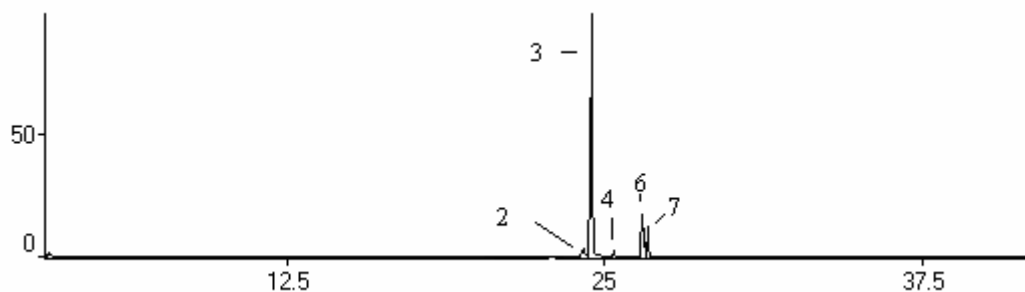


Figura 23. Cromatograma de íons totais (TIC) obtido por CG/EM do óleo essencial das folhas frescas de *C. restingae* Sobral coletadas em abril de 2008 às 12:00 horas.

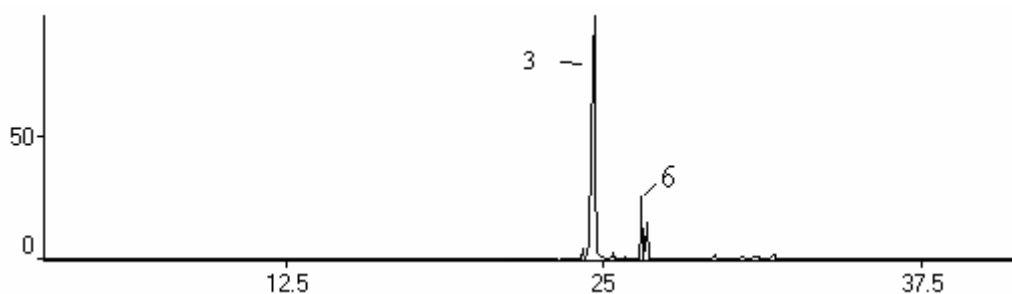
Tabela 23. Composição química do óleo essencial das folhas frescas *C. restingae* Sobral coletadas em abril de 2008 às 12:00 horas.

Pico	Composto	IR lit.	%
1	β -elemeno	1390	0,07
2	<i>E</i> -cariofileno	1419	2,02
3	composto A	-	77,15
4	α -cariofileno	1454	1,17
5	4,5-di-epi-aristolocheno	1473	0,12
6	β -selineno	1490	11,47
7	α -selineno	1498	6,56
8	7-epi- α -selineno	1522	0,15
9	óxido de cariofileno	1583	0,16

IR lit. – Índice de retenção da literatura (Adams 2007); % - percentual relativo do composto no óleo essencial.

4.3.3. Horário de Coleta - 17:00 horas.

Este óleo essencial apresentou rendimento médio de 0,66% (Anexo A-T19), no qual foram identificados nove compostos, constituindo 95,78% do total do óleo (Figura 24, Tabela 24). O rendimento médio do composto majoritário (A) foi de 71,75%. Dados complementares estão disponíveis no Anexo B-T18.

**Figura 24.** Cromatograma de íons totais (TIC) obtido por CG/EM do óleo essencial das folhas frescas de *C. restingae* Sobral coletadas em abril de 2008 às 17:00 horas.**Tabela 24.** Composição química do óleo essencial das folhas frescas *C. restingae* Sobral coletadas em abril de 2008 às 17:00 horas.

Pico	Composto	IR lit.	%
1	β -elemeno	1390	0,14
2	<i>E</i> -cariofileno	1419	2,04
3	composto A	-	71,75
4	α -cariofileno	1454	1,24
5	4,5-di-epi-aristolocheno	1473	0,28
6	β -selineno	1490	12,32
7	α -selineno	1498	7,06
8	7-epi- α -selineno	1522	0,32
9	óxido de cariofileno	1583	0,63

IR lit. – Índice de retenção da literatura (Adams 2007); % - percentual relativo do composto no óleo essencial.

A Tabela 25 faz uma síntese das análises do óleo essencial das folhas frescas nos três horários de coleta e mostra que houve uma diminuição significativa do constituinte majoritário (A) na coleta das 17:00 horas. Quanto ao rendimento do óleo essencial, não foi observada uma diferença significativa, pois na coleta das 8:00 horas o rendimento médio foi de 0,64 %, as 12:00 horas (0,65%) e as 17:00 horas (0,66%), com desvios padrão de 0,02, 0,03 e 0,03 respectivamente. A diferença relativamente alta no desvio padrão na coleta das 17 horas (Anexo B-T18) deve-se ao fato do óleo cristalizar-se em um dos clevengers.

Tabela 25. Variação percentual nos constituintes químicos do óleo essencial das folhas frescas de *C. restingae* Sobral nos três horários de coleta.

Constituinte	8:00h	12:00h	17:00h
β -elemeno	-	0,07	0,14
<i>E</i> -cariofileno	0,53	2,02	2,04
composto A	78,15	77,15	71,75
α -cariofileno	0,77	1,17	1,24
4,5-di- <i>epi</i> -aristolocheno	-	0,12	0,28
β -selineno	10,20	11,47	12,32
α -selineno	5,84	6,56	7,06
7- <i>epi</i> - α -selineno	0,15	0,15	0,32
óxido de cariofileno	0,30	0,16	0,63
Outros	4,01	1,13	4,22

IR lit. – índice de retenção da literatura (Adams 2007); % - percentual relativo do composto no óleo essencial.

4.4. Óleo essencial das folhas secas de *Calyptanthus restingae* Sobral coletadas em agosto de 2007.

O teor de umidade das folhas foi de 51,7%. Este óleo essencial apresentou rendimento médio de 0,60% (Anexo A-T20), mas, considerando o teor de umidade das folhas de 51,7%, o rendimento em relação às folhas frescas cai para 0,29% (Anexo A-T21); como o rendimento do óleo essencial das folhas frescas desta mesma coleta foi de 0,49%, pode-se inferir que o rendimento das folhas secas, quando comparado ao das folhas frescas, decresceu 40,81% com a secagem. Isto pode ser explicado pela volatilização do óleo essencial durante o processo de secagem das folhas. No óleo essencial das folhas secas foram identificados nove compostos, que correspondem a 98,26% do total do óleo (Figura 25, Tabela 26). Os compostos identificados foram os mesmos identificados no óleo essencial das folhas frescas, conforme mostra a Tabela 27. Dados complementares estão disponíveis na, Anexo B-T19.

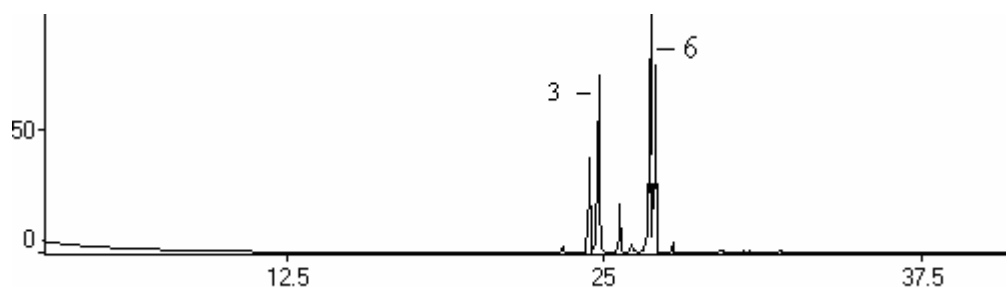


Figura 25. Cromatograma de íons totais (TIC) obtido por CG/EM do óleo essencial das folhas secas de *C. restingae* Sobral coletadas em agosto de 2007.

Tabela 26. Composição química do óleo essencial das folhas secas de *C. restingae* Sobral coletadas em agosto de 2007.

Pico	Composto	IR lit.	%
1	β -elemeno	1390	0,43
2	<i>E</i> -cariofileno	1419	9,22
3	composto A	-	26,27
4	α -cariofileno	1454	4,42
5	4,5-di- <i>epi</i> -aristolocheno	1473	0,70
6	β -selineno	1490	35,26
7	α -selineno	1498	21,04
8	7- <i>epi</i> - α -selineno	1522	0,88
9	óxido de cariofileno	1583	0,55

IR lit. – Índice de retenção da literatura (Adams 2007); % - percentual relativo do composto no óleo essencial.

Como pode ser observado na Tabela 26, o óleo essencial das folhas secas apresentou cinco constituintes principais: β -selineno, composto A, α -selineno, *E*-cariofileno e α -cariofileno. É interessante observar também que neste caso o componente majoritário é o β -selineno e não o Composto A como acontece no caso do óleo essencial das folhas frescas. A Tabela 27 mostra a variação na composição química dos óleos essenciais das folhas frescas e secas coletadas em agosto de 2007.

Tabela 27. Variação percentual dos constituintes dos óleos essenciais de folhas frescas e secas de *C. restingae* Sobral.

Constituinte	Folhas frescas (%)	Folhas secas (%)	Folhas secas (%) considerando o teor de umidade de 51,7%
β -elemeno	0,17	0,43	0,21
<i>E</i> -cariofileno	4,55	9,22	4,45
composto A	51,08	26,27	12,70
α -cariofileno	2,46	4,22	2,04
4,5-di- <i>epi</i> -aristolocheno	0,47	0,70	0,34
β -selineno	24,84	35,26	17,03
α -selineno	13,77	21,04	10,16
7- <i>epi</i> - α -selineno	0,54	0,88	0,43
óxido de cariofileno	0,38	0,55	0,27
Outros	1,74	1,53	0,74

IR lit. – Índice de retenção da literatura (Adams 2007); % - percentual relativo do composto no óleo essencial.

4.5. Óleo essencial das flores de *Calyptanthus restingae* Sobral coletadas em novembro de 2007.

Este óleo essencial extraído apresentou rendimento médio de 1,06% (Anexo A-T22) no qual foram identificados sete compostos, constituindo 98,23% do total do óleo (Figura 26, Tabela 28), sendo que o composto majoritário (A) apresentou rendimento médio de 82,17%. Dados complementares estão disponíveis no Anexo B-T20.

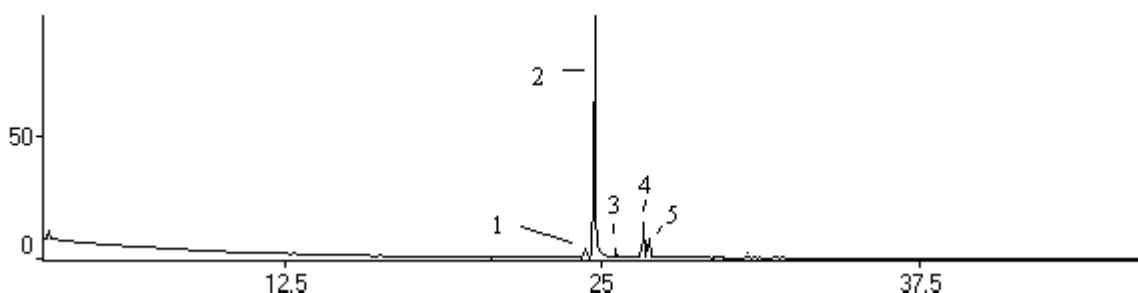


Figura 26. Cromatograma de íons totais (TIC) obtido por CG/EM do óleo essencial das flores de *C. restingae* Sobral coletadas em novembro de 2007.

Tabela 28. Composição química do óleo essencial das flores de *C. restingae* Sobral coletadas em novembro de 2007.

Pico	Composto	IR lit.	%
1	<i>E</i> -cariofileno	1419	2,03
2	composto A	-	82,17
3	α -cariofileno	1454	1,50
4	β -selineno	1490	7,69
5	α -selineno	1498	4,53
6	7-epi- α -selineno	1522	0,20
7	óxido de cariofileno	1583	0,11

IR lit. – Índice de retenção da literatura (Adams 2007); % - percentual relativo do composto no óleo essencial.

A Tabela 29 mostra a variação na composição química dos óleos essenciais de folhas frescas e flores. Estes dados evidenciam que os óleos essenciais das folhas frescas e flores têm praticamente a mesma constituição química, variando apenas no percentual dos constituintes.

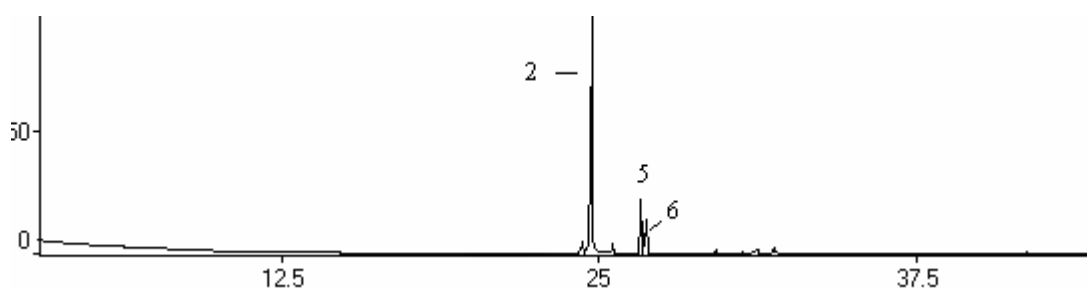
O óleo essencial obtido a partir das flores apresentou o maior rendimento quando comparado às demais análises e um alto teor do Composto A; é importante ressaltar que este óleo também apresentou o maior rendimento relativo (87,1%) do composto (A).

Tabela 29. Variação percentual nos constituintes dos óleos essenciais de folhas frescas e flores de *C. restingae* Sobral coletadas em novembro de 2007.

Constituinte	Folhas (%)	Flores(%)
β -elemeno	0,03	-
<i>E</i> -cariofileno	1,27	2,03
composto A	89,49	82,17
α -cariofileno	0,93	1,50
β -selineno	4,29	7,69
α -selineno	2,44	4,53
7-epi- α -selineno	0,05	0,2
óxido de cariofileno	0,02	0,11
Outros	1,48	1,77

4.6. Óleo essencial dos frutos verdes de *Calyptanthus restingae* Sobral coletados em janeiro de 2007.

Este óleo essencial apresentou rendimento médio de 0,73% (Anexo A-T23), no qual foram identificados sete compostos, constituindo 99,85% do total do óleo (Figura 27, Tabela 30), sendo que o composto majoritário (A) apresentou rendimento médio de 89,17%. Dados complementares estão disponíveis no Anexo B-T21.

**Figura 27.** Cromatograma de íons totais (TIC) obtido por CG/EM do óleo essencial dos frutos verdes de *C. restingae* Sobral coletados em janeiro de 2007.**Tabela 30.** Composição química do óleo essencial dos frutos verdes de *C. restingae* Sobral coletados em janeiro de 2007.

Pico	Composto	IR lit.	%
1	<i>E</i> -cariofileno	1419	1,20
2	composto A	-	89,17
3	α -cariofileno	1454	1,02
4	4,5-di-epi-aristolocheno	1473	0,03
5	β -selineno	1490	5,23
6	α -selineno	1498	3,13
7	7-epi- α -selineno	1522	0,07

IR lit. – Índice de retenção da literatura (Adams 2007); % - percentual relativo do composto no óleo essencial.

4.7. Óleo essencial dos frutos “de vez” de *Calyptanthus restingae* Sobral coletados em março de 2007.

Este óleo essencial apresentou rendimento médio de 0,14% (Anexo A-T24), no qual foram identificados nove compostos, constituindo 99,85% do total do óleo (Figura 28, Tabela 31), sendo que o composto majoritário (A) apresentou rendimento médio de 90,93%. Dados complementares estão disponíveis no Anexo B-T22.

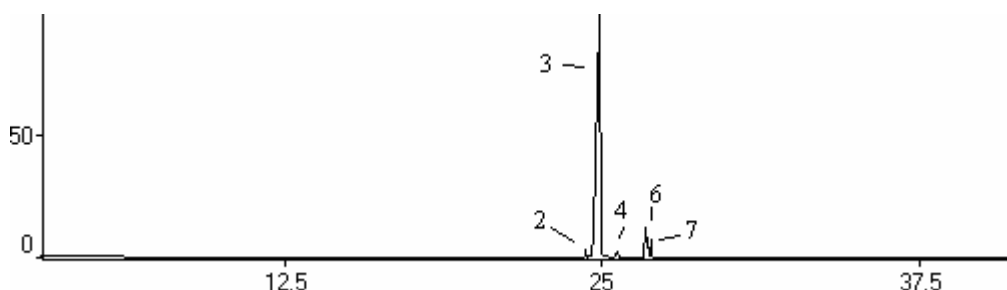


Figura 28. Cromatograma de íons totais (TIC) obtido por CG/EM do óleo essencial dos frutos “de vez” de *C. restingae* Sobral coletados em março de 2007.

Tabela 31. Composição química do óleo essencial dos frutos “de vez” de *C. restingae* Sobral coletados em março de 2007.

Pico	Composto	IR lit.	%
1	β -elemeno	1390	0,01
2	<i>E</i> -cariofileno	1419	0,99
3	composto A	-	90,93
4	α -cariofileno	1454	0,77
5	4,5-di-epi-aristolocheno	1473	0,03
6	β -selineno	1490	4,32
7	α -selineno	1498	2,58
8	7-epi- α -selineno	1522	0,03
9	óxido de cariofileno	1583	0,10

IR lit. – Índice de retenção da literatura (Adams 2007); % - percentual relativo do composto no óleo essencial.

Com relação ao óleo essencial obtido a partir dos frutos verdes e “de vez”, observou-se que estes possuem a mesma constituição daquele obtido a partir das folhas frescas, variando apenas quanto ao teor dos constituintes químicos. Nos frutos foram detectados os maiores teores do constituinte majoritário (A); 89,17% (frutos verdes – Tabela 30) e 90,93% (frutos “de vez”- Tabela 31). Entretanto, em se tratando do rendimento do óleo há uma diferença significativa entre as duas modalidades de fruto: verdes 0,73% (Anexo A-T23) e “de vez” 0,14% (Anexo A-T24).

Todos os óleos essenciais de *Calyptanthus restingae* Sobral, obtidos das partes aéreas da planta (folhas frescas, folhas secas, flores, frutos verdes e “de vez”), apresentaram cor amarela clara e os compostos 4-acetil-5-hidroxi-2,2,6,6-tetrametil-4-cicloexeno-1,3-diona, *E*-cariofileno, α -cariofileno, β -selineno e α -selineno são os responsáveis pelo seu perfil químico.

4.8. Determinação estrutural do Composto A.

Composto A: 4-acetil-5-hidroxi-2,2,6,6-tetrametil-4-cicloexeno-1,3-diona. A rotação específica do composto é + 6°. A figura 29 mostra a estrutura do Composto A, a sua fórmula e massa molecular, além do percentual de C, H e O na molécula.

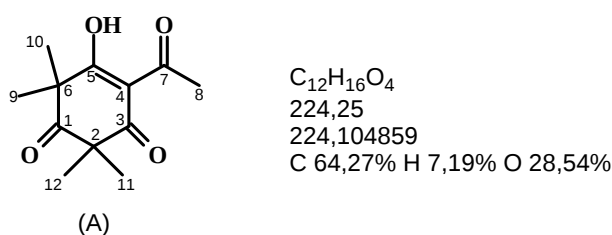


Figura 29. Estrutura do composto A

4.8.1. Infravermelho (filme de KBr), $\nu_{\max}$ cm^{-1} .

As principais bandas observadas foram: 3443, 3328, 3320, 3006, 2945, 2866, 1730, 1678, 1564, 1423, 1171, 1049, 961, 874, 839, 603, 516, 484. O espectro no IV (Anexo C-E1) apresentou bandas intensas características de carbonilas conjugadas⁶⁰ em 1730 e 1678 cm^{-1} , as quais correspondem ao estiramento das ligações C=O de cetonas.

4.8.2. Ultravioleta (MeOH) $\lambda_{\max}$ nm.

O espectro no UV (Anexo C-E2) mostrou a presença de duas bandas com máximos de absorção em 273 e 243 nm compatíveis com a estrutura de β -tricetonas^{42; 43}.

4.8.3. Espectrometria de Massas (EM).

O espectro de massas (Anexo C-E3) com o íon molecular ($M^{+\bullet}$) em m/z 224 correspondente a fórmula molecular $C_{12}H_{16}O_4$ e principais fragmentos a partir do íon molecular em m/z 43 (100%) referente a uma unidade acetil; e outros três em m/z 70(37%), 154(54%) e 224(49%); e os secundários em m/z 55(10%), 83(12%), 96(14%), 111(24%), 126(16%), 139(25%), 167(2%), 181(11%), 196(10%), 209(3%).

4.8.4. RMN ^1H (400,21 MHz, CDCl_3/TMS).

No espectro de RMN de ^1H (Anexo C-E4) foram observados quatro sinais singletos: um sinal em δ 18,26 indicou a presença de um hidrogênio quelado; um sinal em δ 2,61 (3H, s, H-8) indicou um grupo metílico em posição α a um grupo carbonílico; um sinal em δ 1,46 (6H, s, H-9 e H-10) atribuídos a duas metilas e um sinal δ 1,37 (6H, s, H-11 e H-12) também atribuídos a outras duas metilas.

4.8.5. RMN ^{13}C (100,6 MHz, CDCl_3/TMS).

O espectro de RMN de ^{13}C (Anexo C-E5) sugeriu a presença de quatro carbonilas, δ 201,7; 199,2; 196,8 e 210,0. Entretanto, correlações heteronucleares observadas nos espectros gHMBC foram importantes por mostrarem correlações do hidrogênio enólico (δ_{H} 18,26) com os carbonos C-4 (109,4) e C-5 (199,2). Estes dados demonstraram que se tratava de um equilíbrio ceto-enólico (Figura 30), o qual foi confirmado quando um estudo de RMN de ^1H foi feito adicionando-se gotas de água deuterada; este experimento mostrou claramente o aparecimento de um sinal em 4,8 ppm, (Anexo C-E6), que é característico de um hidrogênio residual na água deuterada, confirmando a troca do hidrogênio enólico por deutério.

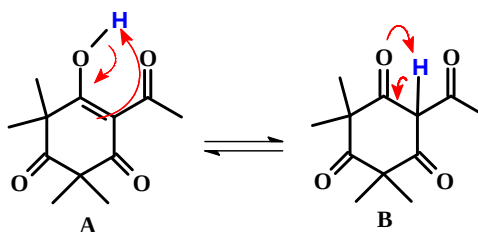


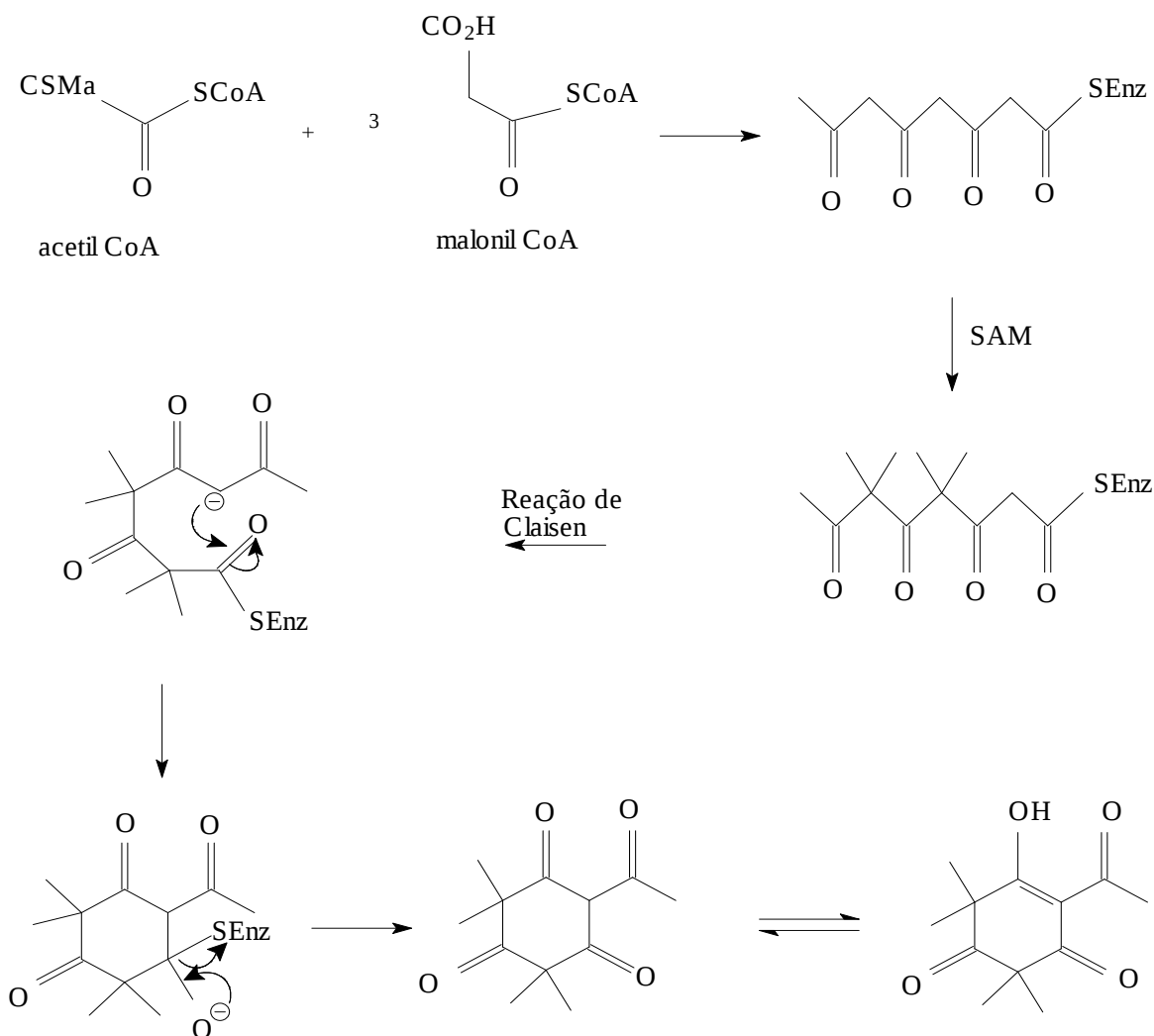
Figura 30. Equilíbrio ceto-enólico do principal componente do óleo essencial de *C. restingae* Sobral.

Um experimento HSQC (Anexo C-E7) permitiu atribuir todos os hidrogênios da molécula e experimentos gHMBC (Anexos C-E8, C-E9, C-E10 e C-E11) mostraram as correlações entre o hidrogênio enólico e os carbonos C-4, C-6, C-7 e C-8. A lista de todas as correlações obtidas para estes espectros é dada na tabela 32.

Tabela 32. Correlações de ligações heteronucleares ^{13}C - ^1H (gHMBC) e HSQC fundamentais para determinar as posições dos substituintes.

Análises	δ_{H}	Correlação δ_{C}
gHMBC	$\text{H}_{\text{enólico}}$ (18,26)	C-8 (27,4); C-6 (52,0); C-4 (109,4); C-5 (199,2); C-7 (201,7).
	H-8 (2,61)	C-7 (201,7); C-4 (109,4).
	H-9 e H-10 (1,46)	C-1 (210,0); C-5 (199,2); C-6 (52,0); C-9 e C-10 (24,4).
	H-11 e H-12 (1,37)	C-1 (210,0); C-3 (196,8); C-2 (56,8); C-11 e C-12 (23,9).
HSQC	H-9 e H-10 (1,46)	C-9 e C-10 (24,4).
	H-11 e H-12 (1,37)	C-11 e C-12 (23,9).
	H-8 (2,61)	C-8 (27,4).

As correlações heteronucleares observadas nos espectros de RMN de 2D HSQC e gHMBC também foram da maior importância para determinar as posições exatas dos substituintes no anel de seis membros. Duas rotas biosintéticas para a formação do composto A estão apresentadas nas Figuras 31 e 32.

**Figura 31:** 1ª proposta de rota biosintética para a formação do composto A.

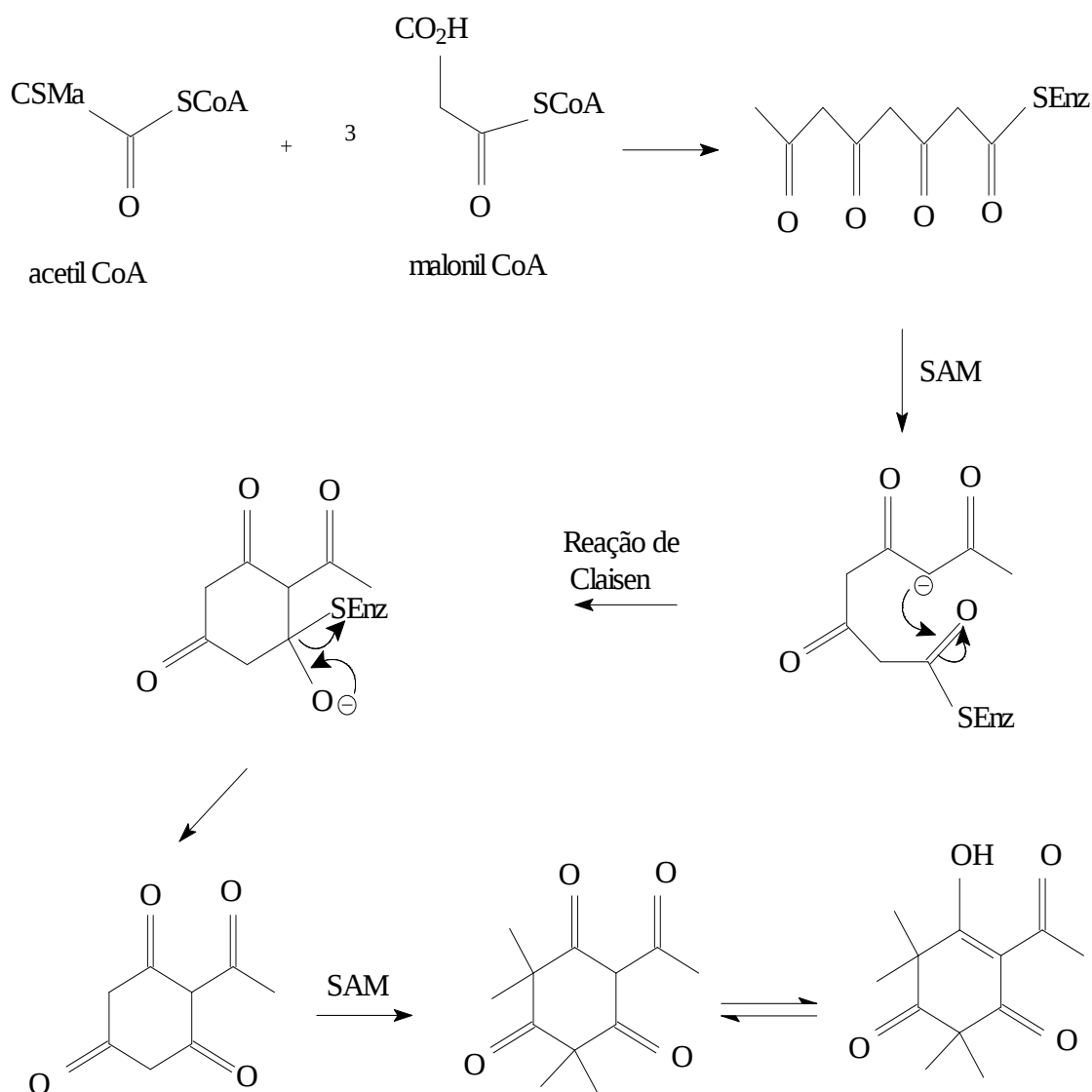


Figura 32: 2ª proposta de rota biosintética para a formação do composto A.

Finalmente, Estes dados foram corroborados com dados da literatura quando comparados com os valores dos deslocamentos químicos atribuídos para a leptospermona e alguns de seus derivados⁴².

4.9. Avaliação das atividades biológicas e farmacológicas.

4.9.1. Atividade larvícida.

Os constituintes voláteis das folhas induziram 100% de mortalidade das larvas do mosquito *Aedes aegypti* após 24 horas a 300ppm, Tabela 33. O controle positivo Temephos exibiu 100% mortalidade também após 24 h. Como pode ser visto na Tabela 33, há diferenças no percentual da composição química dos óleos essenciais obtidos das folhas secas e frescas, mesmo assim, ambos obtiveram boa atividade larvícida frente ao mosquito *Aedes aegypti*.

Tabela 33. Atividade larvicida (LC₅₀) do óleo essencial de folhas secas e úmidas.

Óleo essencial <i>C. restingae</i> Sobral	LC ₅₀ ± CL (ppm)
Folhas secas	208 ± 1,07
Folhas frescas	259 ± 1,04

4.9.2. Atividade antimicrobiana

Como pode ser observado na Tabela 34 o óleo essencial de *C. restingae* Sobral apresentou atividades significativas para os microorganismos *Enterococcus faecalis*, *Staphylococcus aureus*, *Escherichia coli*, *Serratia marcescens*.

Tabela 34. Resultados dos testes com microorganismos.

Microorganismos	Diâmetro do halo de inibição em mm(MIC Micro-grama/mL) ± Erro padrão da média	
	Óleo essencial de <i>C. restingae</i> Sobral	Sulfato de Estreptomicina (10mg /L)
Gram-positivos		
<i>Enterococcus faecalis</i>	25,0 ± 1,41	33,5 ± 0,70
<i>Staphylococcus aureus</i>	23,5 ± 0,70	23,0 ± 1,41
Gram-negativos		
<i>Escherichia coli</i>	19,5 ± 2,12	33,5 ± 0,70
<i>Serratia marcescens</i>	24,0 ± 1,41	17,0 ± 1,41

4.9.3. Avaliação pré-clínica da atividade antinociceptiva e antiinflamatória do óleo essencial de *Calypttranthes restingae* Sobral.

No teste das contorções abdominais induzidas por ácido acético (Tabela 35), o óleo essencial de *Calypttranthes restingae* Sobral reduziu significativamente o número de contorções, nas doses de 50 e 100 mg/Kg, quando comparado com o grupo controle, que foi tratado apenas com o veículo (salina + Tween – agente tensoativo).

Tabela 35. Efeito do óleo essencial de *Calyptanthus restingae* Sobral na contorção induzida por ácido acético.

Tratamento	Dose (mg/kg)	Número de contorções ^a	% Inibição
Salina + Tween	-	12,3 ± 2,4	-
OECR	25	6,5 ± 2,4	47,2 ^c
OECR	50	2,1 ± 1,1 ^b	82,9 ^d
OECR	100	0,8 ± 0,4 ^b	93,5 ^d
Controle positivo	200	3,8 ± 1,3 ^b	69,1 ^c

$n = 10$; ^a Valores representados pela média ± D.P.M. (desvio padrão da média); ^b $P < 0,001$ (ANOVA de uma via e teste de Dunnett), significativamente diferente do controle; ^c $P < 0,01$ (Teste de Fisher), significativamente diferente do controle; ^d $P < 0,001$ (Teste de Fisher), significativamente diferente do controle; OECR – óleo essencial de *Calyptanthus restingae*.

No entanto, como o teste das contorções é inespecífico, uma vez que a resposta nociceptiva é produzida tanto pela via central como pela ação de mediadores periféricos, fez-se necessária a realização do teste da formalina (Tabela 36). Este se trata de um modelo bifásico de dor persistente, onde, na primeira fase (mediada por ação central) o óleo essencial apresentou resultado significativo apenas na dose de 100 mg/Kg. No entanto, na segunda fase (resultante da ação de mediadores periféricos), o óleo essencial foi capaz de reduzir o tempo de lambida da pata de maneira significativa nas doses de 50 e 100 mg/Kg, com percentuais de inibição de 69,2 e 88,4%; respectivamente.

Tabela 36. Efeito do óleo essencial de *Calyptanthus restingae* Sobral na nocicepção induzida pela formalina.

Tratamento	Dose (mg/kg)	Tempo de lambida (s)			
		0-5 min		15-30 min	
		Resposta nociceptiva ^a	% Inibição	Resposta nociceptiva ^a	% Inibição
Salina + Tween	-	56,3 ± 6,2	-	31,8 ± 5,7	-
OECR	25	51,8 ± 5,4	7,9	25,3 ± 6,0	20,4
OECR	50	37,1 ± 8,9	34,1	9,8 ± 6,7 ^b	69,2 ^d
OECR	100	22,0 ± 6,5 ^c	60,9 ^d	3,7 ± 3,2 ^c	88,4 ^e
Controle positivo	200	63,5 ± 8,6	-	2,0 ± 1,3 ^c	93,7 ^e

$n = 10$; ^a Valores representados pela média ± D.P.M. (desvio padrão da média); ^b $P < 0,05$ (ANOVA de uma via e teste de Dunnett), significativamente diferente do controle; ^c $P < 0,001$ (ANOVA de uma via e teste de Dunnett), significativamente diferente do controle; ^d $P < 0,05$ (Teste de Fisher), significativamente diferente do controle; ^e $P < 0,001$ (Teste de Fisher), significativamente diferente do controle; OECR – óleo essencial de *Calyptanthus restingae*.

Como o resultado obtido na primeira fase do teste da formalina sugere uma ação antinociceptiva central, foi realizado o teste da placa quente (Tabela 37). Os resultados da Tabela 36 mostram que a atividade antinociceptiva do óleo não está relacionada a uma inibição central da transmissão dos sinais da dor até o encéfalo, uma vez que o óleo essencial não foi capaz de aumentar o tempo de latência dos animais na placa.

Tabela 37. Efeito antinociceptivo do óleo essencial de *Calypttranthes restingae* Sobral no teste da placa quente em camundongos.

Tratamento	Dose (mg/kg)	Tempo de latência (s) ^a				
		Basal	0,5h	1h	1,5h	2h
Salina + Tween	-	7,2 ± 0,7	7,7 ± 1,1	8,5 ± 1,9	8,3 ± 0,9	6,9 ± 0,7
OECR	25	7,7 ± 0,6	6,6 ± 0,5	7,3 ± 0,8	7,9 ± 1,0	8,1 ± 1,0
OECR	50	7,4 ± 0,4	5,6 ± 0,5	5,8 ± 1,0	5,6 ± 0,6	6,9 ± 1,2
OECR	100	6,7 ± 0,4	6,4 ± 1,1	6,5 ± 0,7	7,6 ± 0,9	6,3 ± 0,9
Controle positivo	5	8,3 ± 0,7	30,0 ± 0,0 ^b	30,0 ± 0,0 ^b	27,5 ± 2,0 ^b	28,1 ± 1,0 ^b

n = 10; ^a Valores representados pela média ± D.P.M. (desvio padrão da média); ^b *P* < 0.01 (ANOVA de uma via e teste de Dunnett), significativamente diferente do controle; OECR – óleo essencial de *Calypttranthes restingae*

Por último, foi realizado o teste da peritonite induzida por carragenina (Figura 31) onde o óleo essencial apresentou um efeito inibitório significativo em todas as doses (42,8; 45,7 e 31,4% nas doses de 25, 50 e 100 mg/Kg, respectivamente, *P* < 0.01) na resposta induzida pela carragenina.

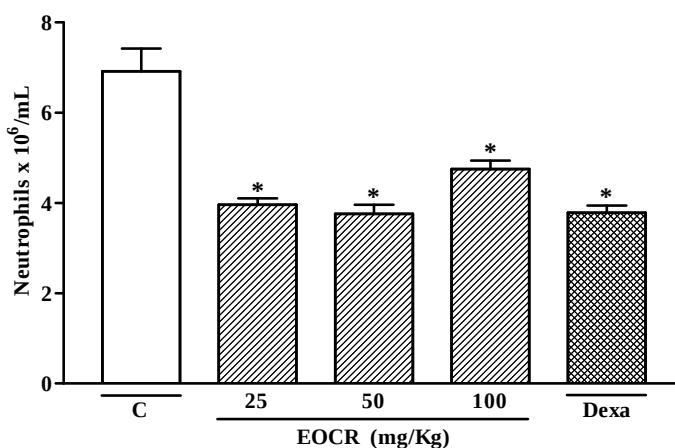


Figura 33. Efeito do óleo essencial de *Calypttranthes restingae* Sobral na migração de leucócitos induzida por carragenina.

Desta forma, pode-se inferir que o óleo essencial de *Calypttranthes restingae* Sobral apresenta atividade antinociceptiva e antiinflamatória por inibir a ação de mediadores periféricos.

5. Conclusões

A espécie *Calypttranthes restingae* Sobral é uma fonte em potencial para a obtenção do composto 4-acetil-5-hidroxi-2,2,6,6-tetrametil-4-cicloexeno-1,3-diona, uma β -tricetona inédita como produto natural, esta estrutura foi elucidada por análise dos espectros de UV, IV, EM e RMN de ^1H e de ^{13}C , uni e bidimensionais.

O composto 4-acetil-5-hidroxi-2,2,6,6-tetrametil-4-cicloexeno-1,3-diona se mantém majoritário ao longo do ano em todas as análises de folhas, flores, e frutos frescos do óleo, sendo os meses de dezembro, janeiro e fevereiro o melhor período de coleta para folhas frescas.

O percentual do constituinte majoritário diminuiu progressivamente (89,49%- 26,44%) no período de armazenamento de seis dias consecutivos, sugerindo que a extração deva ser feita no mesmo dia da coleta.

As análises com as folhas secas em estufa mostraram que o constituinte majoritário passou a ser o β -selineno, evidenciando que a melhor metodologia para a obtenção da β -tricetona é trabalhar com as folhas frescas.

O óleo essencial obtido a partir das flores apresentou o maior rendimento (1,06%) comparado às demais análises e um alto teor da β - tricetona, sugerindo que tal composto possa estar envolvido em relações ecológicas.

O óleo essencial obtido dos frutos verdes e “de vez” possui constituição semelhante a do óleo obtido das folhas frescas. Nos frutos foram detectados os maiores teores da β -tricetona, 89,17% (frutos verdes) e 90,93% (“de vez”); Porém, em se tratando do rendimento do óleo há uma diferença significativa entre as duas modalidades de fruto: verdes 0,73% e “de vez” 0,14%.

O perfil químico do óleo essencial das partes aéreas são os compostos 4-acetil-5-hidroxi-2,2,6,6-tetrametil-4-cicloexeno-1,3-diona, *E*-cariofileno, α -cariofileno, β -selineno e α -selineno.

O óleo essencial mostrou atividade bactericida significativas frente aos microorganismos *E. faecalis*, *S. aureus*, *E. coli* e *S. marcescens*.

No teste larvicida os constituintes voláteis das folhas induziram 100% de mortalidade das larvas do mosquito *Aedes aegypti* após 24 horas a 300ppm.

A avaliação pré-clínica do óleo essencial de *Calypttranthes restingae* Sobral inferiu que este apresenta atividade antinociceptiva e antiinflamatória.

6. BIBLIOGRAFIA

- 1- NOLDIN, V.F.; ISAIAS, D.F.; FILHO, V.D. Gênero *Calophyllum*, importância química e farmacológica. **Química Nova**, v. 29, nº 3, p. 549-554, 2006.
- 2- YUNES, R.A.; PEDROSA, R.C.; FILHO, V.C. Fármacos e fitoterápicos: A necessidade do desenvolvimento da indústria de fitoterápicos e fitofármacos no Brasil. **Química Nova**, v. 24, nº 1, p. 147-152, 2001.
- 3- BANDONI, A.L.; CZEPAK, M.P. Os recursos vegetais aromáticos no Brasil. Editora Edufes, Vitória, 2008, 624p.
- 4- SANTOS, A.C.A.; SERAFINI, L.A.; CASSEL, E. **Frutas cítricas – Estudo de processos de extração de óleos essenciais e bioflavonóides de frutas cítricas**. EDUCS, 2003. 112 p.
- 5- SERAFINI, L.A.; SANTOS, A.C.A.; TOUGUINHA, L.A.; AGOSTINI, G.; DALFOVO, V. **Óleos essenciais – Extrações e aplicações de óleos essenciais de plantas aromáticas e medicinais**. EDUCS, 2002. 54p.
- 6- LEE, M.H.; NISHIMOTO, S.; YANG, L.; YEN, K.; HATANO, T.; YOSHIDA, T.; OKUDA, T.T. Macrocyclic Hydrolysable Tannin Dimers From *Eugenia uniflora*. **Phytochemistry**, v. 44, nº 7, p. 1343-1349, 1997.
- 7- DONATO, A.M.; MORRETES, B.L. Anatomia foliar de *Eugenia brasiliensis* Lam. (Myrtaceae) proveniente de áreas de restinga e de floresta. **Revista brasileira de farmacognosia**, v. 17 nº 3, 2007.
- 8- LI, Y.; XU, C.; ZHANG, Q.; LIU, J.Y.; TAN, R.X. In vitro anti-*Helicobacter pylori* action of 30 Chinese herbal medicines used to treat ulcer diseases. **Journal of Ethnopharmacology**, v. 98, p. 329-333, 2005.
- 9- YOO, C.B.; HAN, K.; CHO, K.; HA, J.; PARK, H.; NAM, J. Eugenol isolated from the essential oil of *Eugenia caryophyllata* induces a reactive oxygen species-mediated apoptosis in HL-60 human promyelocytic leukemia cells. **Cancer Letters**, v. 225, p. 41-52, 2005.

- 10- AURICCHIO, M.I.; BACCHI, E.M. Folhas de *Eugenia uniflora* L. (pitanga): propriedades farmacobotânicas, químicas e farmacológicas. **Revista do Instituto Adolfo Lutz**, v. 62(1), p. 55 - 61, 2003.
- 11- MORAIS, S.M.; JÚNIOR, F.E.A.C.; SILVA, A.R.A.; NETO, J.S.M. Atividade antioxidante de óleos essenciais de espécies de cróton do Nordeste do Brasil. **Química Nova**, v. 29, nº 5, p. 907-910, 2006.
- 12- SOUZA, M.F.L; SIQUEIRA, E.R. Caracterização florística e ecológica da Mata Atlântica de Sergipe. **Embrapa – Tabuleiros Costeiros**, Julho, 2001. 132 p.
- 13- GOBBO-NETO, L.; LOPES, N.P. Plantas medicinais: fatores de influência no conteúdo de metabólitos secundários. **Química Nova**, v. 30, nº 2, p. 374-381, 2007.
- 14- LANDRUM, L. R.; KAWASAKI, M. L. The genera of Myrtaceae in Brazil, an illustrated synoptic treatment and identification keys. **Brittonia**. v. 49, p. 508-536, 1997.
- 15- GRESSLER, E.; PIZO, M.A; MORELLATO, L.P.C. Polinização e dispersão de sementes em Myrtaceae do Brasil. **Revista Brasileira de Botânica**, v. 29, nº A, p. 509-530, 2006.
- 16- CRONQUIST, A. **Integrated System of Classification of Flowering Plants**, Ed. Columbia University Press, New York, 1981. 924 p.
17. JOLY, A.B. **Botânica: Introdução à Taxonomia Vegetal**. 4ª ed., São Paulo, Companhia Editora Nacional. 1977. 624 p.
- 18- CORRÊA, P. **Dicionário das plantas úteis do Brasil e das exóticas cultivadas**, Imprensa Nacional, Ministério da Agricultura: Rio de Janeiro, v. 2, 1984. 571 p.
- 19- YOSHIKAWA, M.; SHIMADA, H.; NISHIDA, N.; LI, Y.; TOGUCHIDA, I.; YAMAHARA, J.; MATSUDA, I. **Chem. Pharm. Bull**, v. 46, 113, 1998.

- 20- LIMBERGER, R.P.; SOBRAL, M.; HENRIQUES, A.T.; MENUT, C.; BESSIERE, J.M. Óleos voláteis de espécies de *Myrcia* nativas do Rio Grande do Sul, **Química Nova**, v. 27, nº 6, p. 916-919, 2004.
- 21- GUILHERME, F.A.G., MORELLATO, L.P.C.; ASSIS, M.A . Horizontal and vertical tree community structure in a lowland Atlantic rain forest, Southeastern Brazil. **Revista Brasileira de Botânica**. V. 27, p. 725-737, 2004.
- 22- MARCHIORI, J.N.C.; SOBRAL, M. **Dendrologia das angiospermas – Myrtales**, Ed. Da UFSM, Santa Maria, 1997. 327p.
- 23- CRAVEIRO, A.A.; FERNANDES, A.G.; ANDRADE, C.H.S.; MATOS, F.J.A.; ALENCAR, J.W.; MACHADO, M.I.L.; **Óleos essenciais de plantas do nordeste**, Editora UFC, 1981, 235 p.
- 24- BRAGA, R. **Plantas do Nordeste, Especialmente do Ceará**, 2nd. Ed. UFC, Fortaleza, 1960, 242 p.
- 25- GUENTHER, E. **The Essential Oils**, v. IV, Ed. Van Nostrand Reinhold Co. p. 508, 1952.
- 26- MATOS, F.J.A. **Farmácias Vivas**, 3ª. Edição, EUFC, Fortaleza, p. 112, 1988. 564p.
- 27- CRAVEIRO, A.A.; MATOS, F.J.A.; ALENCAR, J.W.; MACHADO, M.I.L.; TEIXEIRA, L.L. Óleos Essenciais na Produção Industrial. **Química Industrial**, v. 2(19), p. 60-64, 1989.
- 28- BRUNETON, J. **Pharmacognosy, Phytochemistry, Medicinal Plants**, Lavoisier Publ., Paris, 1993, 450 p.
- 29- FRANCHOMME, P.; JOLLOIS, R.; PÉNOEL, D.; MARS, J. **L'aromatherapie Exactly, Encyclopédie de L'Utilisation Thérapeutique des Huiles Essentielles**, Limoges, France, 1995, 353 p.

- 30- WEYERSTAHL, P.; MARSCHALL-WEYERSTAHL, H.; CHRISTIANSEN, C.; OGUNTIMEIN, B.O.; ADEOYE, A.O. Volatile Constituents of *Eugenia uniflora* Leaf Oil. **Planta Medica**, v. 54, p. 546-549, 1988.
- 31- HENRIQUE, A.T. ; SOBRAL, M.E.; CAUDURO, A.D.; SCHAPOVAL, E.E.S. ; BASSINI, V.L.; LAMATY, G.; MENUT, C. ; BESSIÉRI, J.M. Aromatic Plants From Brazil. II. The Chemical Composition of Some *Eugenia* Essential Oils. **Journal Essential Oil Research**, v. 5(5), p. 501-505, 1993.
- 32- LAWRENCE, B.M. **Essential Oils: 1976-1978**, Ed. Allured Publishing Co, Carol Stream IL, USA, p. 92, 1979.
- 33- MORAIS, S.M.; CRAVEIRO, A.A.; MATOS, F.J.A.; MACHADO, M.I.L. Volatile Constituents of *Eugenia uniflora* Leaf Oil From Northeastern Brazil, **Journal Essential Oil Research**, v. 8, p. 49-51, 1996.
- 34- ROULIER, G. **Les Huiles Essentielles Pour Votre Santé**. Éditions Dangles, St-Jean-de-Braye (France) 1990, 265 p.
- 35- DORAN, J. C.; CARUHAPATTANA, B.; NAMSAVAT, S. Effect of Harvest Time on the Leaf and Essential Oil Yield of *Eucalyptus camadulensis*, **Journal Essential Oil Research**. v. 7(6), p. 627-632, 1995.
- 36- TOLEDO, C.R.; MORS, W.B. **Botânica Econômica Brasileira**, EPU, Ed. da Universidade de S. Paulo, p. 51, 1976.
- 37- LAWRENCE, B.M. **Essential Oils: 1979-1980**, Ed. Allured Publishing Co, Carol Stream IL, USA, p.2, 1981.
- 38- LAWRENCE B.M. **Essential Oils: 1981-1987**, Ed. Allured Publishing Co, Carol Stream IL, USA, p.187, 1989.
- 39- LAWRENCE B.M. **Essential Oils: 1988-1991**, Ed. Allured Publishing Co, Carol Stream IL, USA, p.2, 1992.

- 40- LEMOS, T.L.G.; MATOS, F.J.A.; ALENCAR, J. W.; CRAVEIRO, A.A. Antimicrobial Activity of Essential Oils of Brazilian Plants, **Phytotherapy Research**, v. 4 (2), p. 82-84, 1990.
- 41- LIMBERGER, P.R.; SOBRAL, M.; HENRIQUES, A.T.; MENUT, C.; BESSIÈRE, J.M. Essential oil from *Myrcia* species to Rio Grande do Sul. **Química Nova**, v. 27, nº 6, 2004.
- 42- KLINK, J.W.; BROPHY, J.J.; PERRY, N.B.; WEAVERS, R.T. β -Tricetones from Myrtaceae: Isoleptospermone from *Leptospermum scoparium* and Papuanone from *Corymbia dallachiana*. **Journal Natural Products**, v. 62, p. 487-489, 1999.
- 43- DAYAN, F.E.; DUKE, S.O.; SAULDUBOIS, A.; SINGH, N.; McCURDY, C.; CANTRELL, C. p-Hydroxyphenylpyruvate dioxygenase is a herbicidal target site for β -Tricetones from *Leptospermum scoparium*. **Phytochemistry**, v. 68, p. 2004-2014, 2007.
- 44- MARCHIORI, J.N.C.; BRUM, E.T. Anatomia da madeira do guamirim-facho, *calyptanthes concinna* DC. **Ciência Rural**, Santa Maria, v.27, p. 217-222, 1997.
- 45- MENUT, C.; BESSIERE, J. M.; NTALANI, H.; VERIN, P.; HENRIQUES, A.T.; LIMBERGER, R. Two chromenes derivaties from *Calyptanthes tricona*. **Phytochemistry**, v. 53, p. 975-979, 2000.
- 46- SOUZA, M.F.L; SIQUEIRA, E.R. Caracterização florística e ecológica da Mata Atlântica de Sergipe. ISBN 85-85809-02-7, Julho, 2001. 132 p.
- 47- ADAMS, R. P. **Identification of Essential Oil Components by Gas Chromatography/Mass Spectroscopy**. 4th Edition. Allured Publishing corporation, Carol Stream, 2007, 804 p.
- 48- DOOL, H.V.D.; KRATZ, P.D.J. **Journal of Cromatography**, v. 11, p. 463, 1963.
- 49- REED, L.J.; MUENCH, H. A simple method of estimating fifty per cent endpoints. **Am. J. Hyg**, v. 27, nº 3, p. 493-497, 1938.

- 50- PIZZI, M. Sampling variation of the fifty percent end-point, determined by the Reed-Muench (Behrens) method. **Hum. Biol.**, v. 22, p. 151–190, 1950.
- 51- MATTEI, R.; FRANCA, C.L.F. Testes gerais para confirmar a ação central. In Almeida, R. N. **Psicofarmacologia: Fundamentos teóricos**. Rio de Janeiro: Guanabara Koogan, cap. 12, p. 179-187, 2006.
- 52- KOSTER, R; ANDERSON, M.; DEBEER, E.J. Acetic acid for analgesic screening. **Fed. Proc**, v. 18, p. 412-414, 1959.
- 53- ALMEIDA F.R.C.; OLIVEIRA, F.S. Avaliação de Drogas Analgésicas de Ação Central. In ALMEIDA, RN. **Psicofarmacologia: Fundamentos teóricos**. Rio de Janeiro: Guanabara Koogan, cap 17, p. 179-188, 2006.
- 54- DUBUISSON, D.; DENNIS, S.G. The formalin test: a quantitative study of the analgesic effects of morphine, meperidine and brainstem stimulation in rats and cats. **Pain**, v. A, p.161-174, 1977.
- 55- WHEELER-ACETO, H.; PORRECA, F.; COW AN, A. The rat paw formalin test: comparison of noxious agents. **Pain**, v. 40, p. 229-238, 1990.
- 56- FRANZOTTI, E.M.; SANTOS C.V.F.; RODRIGUES H.M.S.L.; MOURÃO, R.H.V.; ANDRADE, M.R; ANTONIOLLI, A.R. Anti-inflammatory, analgesic activity and acute toxicity of *Sida cordifolia* L. (Malva-branca). **Journal of Ethnopharmacology**, v.72, p. 273-/278, 2000.
- 57- MORTEZA-SEMNANI, K.; SAEEDI, M.; HAMIDIAN, M.; VAFAMEHR, H.; DEHPOUR, A.R. Anti- inflammatory, analgesic activity and acute toxicity of *Glaucium grandiflorum* extract. **Journal of Ethnopharmacology**. v.80, p.181-186, 2002.
- 58- WINTER, C.; RISLEY, E.; NUSS, O. Carrageenin - induced inflammation in the hind limb of the rat. **Federation Proceedings**, v.46, p. 118-126, 1962.

⁵⁹- DI MARTINO, M.J.; CAMPBELL, G.K.; WOLFF, C.E.; HANNA, N. The pharmacology of arachidonic acid-induced rat paw edema. **Agents and Actions**, v. 21, p. 303-305, 1987.

60- SILVA, R.B.; TORRES, C.T.; GARDEN, S.J.; VIOLANTE, F.A.; REZENDE, M.J.C.; SILVA, V.S.; PINTO, A.C. Do isolamento à síntese da convolutamidina. **Química Nova**, v. 31, nº 4, p. 924-929, 2008.

Anexo A. Tabelas de Rendimento

A-T1. Tabela de rendimento do óleo essencial das folhas frescas de *C. restingae* Sobral coletadas em maio de 2007.

	A1	A2	A3
Massa das folhas (g)	150	100	50
Massa do óleo (g)	0,832	0,530	0,241
Rendimento (%)	0,55	0,53	0,48
Média ± DP	0,52 ± 0,04		
Rendimento (g/Kg)	5,2		

DP = desvio padrão; g/Kg = gramas de óleo essencial por quilograma de folhas.

A-T2. Tabela de rendimento do óleo essencial das folhas frescas de *C. restingae* Sobral coletadas em junho de 2007.

	A1	A2	A3
Massa das folhas (g)	150	100	50
Massa do óleo (g)	0,591	0,361	0,182
Rendimento (%)	0,39	0,36	0,36
Média ± DP	0,37 ± 0,01		
Rendimento (g/Kg)	3,7		

DP = desvio padrão; g/Kg = gramas de óleo essencial por quilograma de folhas.

A-T3. Tabela de rendimento do óleo essencial das folhas frescas de *C. restingae* Sobral coletadas em julho de 2007.

	A1	A2	A3
Massa das folhas (g)	150	100	50
Massa do óleo (g)	0,674	0,468	0,239
Rendimento (%)	0,45	0,47	0,48
Média ± DP	0,47 ± 0,01		
Rendimento (g/Kg)	4,7		

DP = desvio padrão; g/Kg = gramas de óleo essencial por quilograma de folhas.

A-T4. Tabela de rendimento do óleo essencial das folhas frescas de *C. restingae* Sobral coletadas em agosto de 2007.

	A1	A2	A3
Massa das folhas (g)	150	100	50
Massa do óleo (g)	0,738	0,498	0,246
Rendimento (%)	0,49	0,50	0,49
Média ± DP	0,49 ± 0,00		
Rendimento (g/Kg)	4,9		

DP = desvio padrão; g/Kg = gramas de óleo essencial por quilograma de folhas.

A-T5. Tabela de rendimento do óleo essencial das folhas frescas de *C. restingae* Sobral coletadas em setembro de 2007.

	A1	A2	A3
Massa das folhas (g)	150	100	50
Massa do óleo (g)	0,896	0,588	0,299
Rendimento (%)	0,60	0,59	0,60
Média ± DP	0,59 ± 0,01		
Rendimento (g/Kg)	5,9		

DP = desvio padrão; g/Kg = gramas de óleo essencial por quilograma de folhas.

A-T6. Tabela de rendimento do óleo essencial das folhas frescas de *C. restingae* Sobral coletadas em outubro de 2007.

	A1	A2	A3
Massa das folhas (g)	150	100	50
Massa do óleo (g)	0,992	0,656	0,306
Rendimento (%)	0,66	0,66	0,61
Média ± DP	0,64 ± 0,03		
Rendimento (g/Kg)	6,4		

DP = desvio padrão; g/Kg = gramas de óleo essencial por quilograma de folhas.

A-T7. Tabela de rendimento do óleo essencial das folhas frescas de *C. restingae* Sobral coletadas em novembro de 2007.

	A1	A2	A3
Massa das folhas (g)	150	100	50
Massa do óleo (g)	0,696	0,436	0,186
Rendimento (%)	0,46	0,44	0,37
Média ± DP	0,42 ± 0,05		
Rendimento (g/Kg)	4,2		

DP = desvio padrão; g/Kg = gramas de óleo essencial por quilograma de folhas.

A-T8. Tabela de rendimento do óleo essencial das folhas frescas de *C. restingae* Sobral coletadas em dezembro de 2007.

	A1	A2	A3
Massa das folhas (g)	150	100	50
Massa do óleo (g)	1,222	0,796	0,392
Rendimento (%)	0,81	0,80	0,78
Média ± DP	0,80 ± 0,02		
Rendimento (g/Kg)	8,0		

DP = desvio padrão; g/Kg = gramas de óleo essencial por quilograma de folhas.

A-T9. Tabela de rendimento do óleo essencial das folhas frescas de *C. restingae* Sobral coletadas em janeiro de 2008.

	A1	A2	A3
Massa das folhas (g)	150	100	50
Massa do óleo (g)	1,260	0,822	0,421
Rendimento (%)	0,84	0,82	0,84
Média ± DP	0,83 ± 0,01		
Rendimento (g/Kg)	8,3		

DP = desvio padrão; g/Kg = gramas de óleo essencial por quilograma de folhas.

A-T10. Tabela de rendimento do óleo essencial das folhas frescas de *C. restingae* Sobral coletadas em fevereiro de 2008.

	A1	A2	A3
Massa das folhas (g)	150	100	50
Massa do óleo (g)	1,071	0,706	0,348
Rendimento (%)	0,71	0,71	0,70
Média ± DP	0,71 ± 0,01		
Rendimento (g/Kg)	7,1		

DP = desvio padrão; g/Kg = gramas de óleo essencial por quilograma de folhas.

A-T11. Tabela de rendimento do óleo essencial das folhas frescas de *C. restingae* Sobral coletadas em março de 2008.

	A1	A2	A3
Massa das folhas (g)	150	100	50
Massa do óleo (g)	0,963	0,631	0,319
Rendimento (%)	0,64	0,63	0,64
Média ± DP	0,64 ± 0,01		
Rendimento (g/Kg)	6,4		

DP = desvio padrão; g/Kg = gramas de óleo essencial por quilograma de folhas.

A-T12. Tabela de rendimento do óleo essencial das folhas frescas de *C. restingae* Sobral coletadas às 8 horas, em abril de 2008.

	A1	A2	A3
Massa das folhas (g)	150	100	50
Massa do óleo (g)	0,936	0,627	0,332
Rendimento (%)	0,62	0,63	0,66
Média ± DP	0,64 ± 0,02		
Rendimento (g/Kg)	6,4		

DP = desvio padrão; g/Kg = gramas de óleo essencial por quilograma de folhas.

A-T13. Tabela de rendimento do óleo essencial das folhas de *C. restingae* Sobral armazenadas por dois dias coletadas em novembro de 2007.

	A1	A2	A3
Massa das folhas (g)	0,150	0,100	0,50
Massa do óleo (g)	712	441	193
Rendimento (%)	0,47	0,44	0,39
Média ± DP	0,43 ± 0,04		
Rendimento (g/Kg)	4,3		

DP = desvio padrão; g/Kg = gramas de óleo essencial por quilograma de folhas.

A-T14. Tabela de rendimento do óleo essencial das folhas a de *C. restingae* Sobral armazenadas por três dias coletadas em novembro de 2007.

	A1	A2	A3
Massa das folhas (g)	150	100	50
Massa do óleo (g)	0,718	0,450	0,207
Rendimento (%)	0,48	0,45	0,41
Média ± DP	0,45 ± 0,03		
Rendimento (g/Kg)	4,5		

DP = desvio padrão; g/Kg = gramas de óleo essencial por quilograma de folhas.

A-T15. Tabela de rendimento do óleo essencial das folhas de *C. restingae* Sobral armazenadas por quatro dias coletadas em novembro de 2007.

	A1	A2	A3
Massa das folhas (g)	150	100	50
Massa do óleo (g)	0,731	0,456	0,221
Rendimento (%)	0,49	0,46	0,44
Média ± DP	0,46 ± ,02		
Rendimento (g/Kg)	4,6		

DP = desvio padrão; g/Kg = gramas de óleo essencial por quilograma de folhas.

A-T16. Tabela de rendimento do óleo essencial das folhas de *C. restingae* Sobral armazenadas por cinco dias coletadas em novembro de 2007.

	A1	A2	A3
Massa das folhas (g)	150	100	50
Massa do óleo (g)	0,740	0,464	0,229
Rendimento (%)	0,49	0,46	0,46
Média ± DP	0,47 ± 0,02		
Rendimento (g/Kg)	4,7		

DP = desvio padrão; g/Kg = gramas de óleo essencial por quilograma de folhas.

A-T17. Tabela de rendimento do óleo essencial das folhas de *C. restingae* Sobral armazenadas por seis dias coletadas em novembro de 2007.

	A1	A2	A3
Massa das folhas (g)	150	100	50
Massa do óleo (g)	0,756	0,472	0,236
Rendimento (%)	0,53	0,55	0,55
Média ± DP	0,54 ± 0,01		
Rendimento (g/Kg)	5,4		

DP = desvio padrão; g/Kg = gramas de óleo essencial por quilograma de folhas.

A-T18. Tabela de rendimento do óleo essencial das folhas frescas de *C. restingae* Sobral coletadas às 12 horas, em abril de 2008.

	A1	A2	A3
Massa das folhas (g)	150	100	50
Massa do óleo (g)	0,947	0,638	0,339
Rendimento (%)	0,63	0,64	0,68
Média ± DP	0,65 ± 0,03		
Rendimento (g/Kg)	6,5		

DP = desvio padrão; g/Kg = gramas de óleo essencial por quilograma de folhas.

A-T19. Tabela de rendimento do óleo essencial das folhas frescas de *C. restingae* Sobral coletadas às 17 horas, em abril de 2008.

	A1	A2	A3
Massa das folhas (g)	150	100	50
Massa do óleo (g)	0,941	0,661	0,345
Rendimento (%)	0,63	0,66	0,69
Média ± DP	0,66 ± 0,03		
Rendimento (g/Kg)	6,6		

DP = desvio padrão; g/Kg = gramas de óleo essencial por quilograma de folhas.

A-T20. Tabela de rendimento do óleo essencial das folhas secas de *C. restingae* Sobral coletadas em agosto de 2007.

	A1	A2	A3
Massa das folhas (g)	600	400	200
Massa do óleo (g)	3,715	2,489	1,201
Rendimento (%)	0,62	0,62	0,60
Média ± DP	0,61 ± 0,01		
Rendimento (g/Kg)	6,1		

DP = desvio padrão; g/Kg = gramas de óleo essencial por quilograma de folhas.

A-T21. Tabela de rendimento do óleo essencial das folhas secas de *C. restingae* Sobral considerando o teor de umidade.

	A1	A2	A3
Massa das folhas (g)	1242	828	414
Massa do óleo (g)	3,715	2,489	1,201
Rendimento (%)	0,30	0,30	0,29
Média ± DP	0,30 ± 0,01		
Rendimento (g/Kg)	3,0		

DP = desvio padrão; g/Kg = gramas de óleo essencial por quilograma de folhas.

A-T22. Tabela de rendimento do óleo essencial das flores coletadas de *C. restingae* Sobral em novembro de 2007.

	A1	A2	A3
Massa das folhas (g)	300	200	100
Massa do óleo (g)	3,231	2,174	1,009
Rendimento (%)	1,08	1,09	1,01
Média ± DP	1,06 ± 0,04		
Rendimento (g/Kg)	10,6		

DP = desvio padrão; g/Kg = gramas de óleo essencial por quilograma de folhas.

A-T23. Tabela de rendimento do óleo essencial dos frutos verdes de *C. restingae* Sobral coletados em janeiro de 2007.

	A1	A2	A3
Massa dos frutos(g)	150	150	150
Massa do óleo(g)	1,124	1,076	1,096
Rendimento (%)	0,75	0,72	0,73
Média ± DP	0,73 ± 0,02		
Rendimento (g/Kg)	7,3		

DP = desvio padrão; g/Kg = gramas de óleo essencial por quilograma de frutos.

A-T24. Tabela de rendimento do óleo essencial dos frutos “de vez” de *C. restingae* Sobral coletados em março de 2007.

	A1	A2	A3
Massa dos frutos(g)	150	150	150
Massa do óleo(g)	0,217	0,234	0,197
Rendimento (%)	0,14	0,15	0,13
Média ± DP	0,14 ± 0,01		
Rendimento (g/Kg)	1,4		

DP = desvio padrão; g/Kg = gramas de óleo essencial por quilograma de frutos.

Anexo B. Tabelas de identificação da composição química do óleo essencial.

B-T1. Tabela da composição química do óleo essencial das folhas frescas de *C. restingae* Sobral coletadas em junho de 2007.

IRc	IR _L	Constituinte	A1	A2	A3	Média ± DP
1005	-	NI	0	0,04	0	0,01 ± 0,02
1388	1390	β-elemeno	0	0,08	0	0,03 ± 0,05
1419	1419	<i>E</i> -cariofileno	1,92	2,19	1,65	1,92 ± 0,27
1432	-	composto A	76,19	71,37	81,22	76,26 ± 4,93
1456	1454	α-cariofileno	1,44	1,57	1,05	1,35 ± 0,27
1470	1473	4,5-di-epi-aristolocheno	0	0,25	0	0,08 ± 0,14
1483	-	NI	0,00	0,05	0	0,02 ± 0,03
1490	1490	β-selineno	12,5	12,04	7,06	10,53 ± 3,02
1496	1498	α-selineno	5,65	6,49	3,76	5,30 ± 1,40
1503	-	NI	0	0,13	0	0,04 ± 0,08
1519	1522	7-epi-α-selineno	0	0,58	0,30	0,29 ± 0,29
1471	-	NI	0	0,27	0,34	0,20 ± 0,18
1481	1583	óxido de cariofileno	1,23	0,93	1,00	1,05 ± 0,16
1510	-	NI	0	0,25	0,28	0,18 ± 0,15
1517	-	NI	0	0,39	0,38	0,26 ± 0,22
1526	-	NI	0	0,17	0	0,06 ± 0,10
1533	-	NI	0	0,58	0,61	0,40 ± 0,34
1537	-	NI	0	0,65	0,67	0,44 ± 0,38
1507	-	NI	0	0,46	0,44	0,30 ± 0,26
1558	-	NI	0	0,72	0,65	0,46 ± 0,40
1565	-	NI	0	0,07	0	0,02 ± 0,04
1569	-	NI	0	0,18	0,22	0,13 ± 0,12
1582	-	NI	0	0,15	0	0,05 ± 0,09
-	-	NI	0	0,37	0,37	0,25 ± 0,21

IRc – Índice de retenção calculado(de acordo com Van Den Dool & Kratz, 1963); IR_L – Índice de retenção da literatura (Adams 2007); Composto A: 4-acetil-5-hidroxi-2,2,6,6-tetrametil-4-cicloexeno-1,3-diona: A - Amostra; DP - Desvio padrão; NI – não identificado.

B-T2. Tabela da composição química do óleo essencial das folhas frescas de *C. restingae* Sobral coletadas em julho de 2007.

IR _c	IR _L	Constituinte	A1	A2	A3	Média ± DP
1004	-	NI	0,11	0	0	0,04 ± 0,06
1386	1390	β-elemeno	0,29	0	0,07	0,12 ± 0,15
1417	1419	<i>E</i> -cariofileno	5,03	1,46	1,97	2,82 ± 1,93
1429	-	composto A	61,21	84,52	79,63	75,12 ± 12,29
1453	1454	α-cariofileno	2,59	0,92	1,24	1,58 ± 0,89
1467	1473	4,5-di-epi-aristolocheno	0,36	0	0,13	0,16 ± 0,18
1481	-	NI	0,07	0	0	0,02 ± 0,04
1487	1490	β-selineno	17,96	6,14	8,09	10,73 ± 6,34
1494	1498	α-selineno	9,58	3,16	4,29	5,68 ± 3,43
1516	1522	7-epi-α-selineno	0,37	0	0,14	0,17 ± 0,19
1579	1583	óxido de cariofileno	0,71	1,15	1,14	1,00 ± 0,25
1506	-	NI	0,16	0,24	0,27	0,22 ± 0,06
1514	-	NI	0,24	0,3	0,38	0,31 ± 0,07
1523	-	NI	0,08	0	0,14	0,07 ± 0,07
1530	-	NI	0,27	0,47	0,48	0,41 ± 0,12
1534	-	NI	0,32	0,55	0,61	0,49 ± 0,15
1552	-	NI	0,19	0,27	0,38	0,28 ± 0,10
1555	-	NI	0,45	0,81	0,79	0,68 ± 0,20
1507	-	NI	0	0	0,13	0,04 ± 0,08

IR_c – Índice de retenção calculado(de acordo com Van Den Dool & Kratz, 1963); IR_L – Índice de retenção da literatura (Adams 2007); Composto A: 4-acetil-5-hidroxi-2,2,6,6-tetrametil-4-cicloexeno-1,3-diona: A - Amostra; DP - Desvio padrão; NI – não identificado.

B-T3. Tabela da composição química do óleo essencial das folhas frescas de *C. restingae* Sobral coletadas em agosto de 2007.

IRc	IR _L	Constituinte	A1	A2	A3	Média ± DP
1004	-	NI	0	0,05	0,05	0,03 ± 0,03
1192	-	NI	0	0,06	0,1	0,05 ± 0,05
1386	1390	β-elemeno	0,23	0,13	0,16	0,17 ± 0,05
1417	1419	<i>E</i> -cariofileno	6,85	3,26	3,55	4,55 ± 1,99
1430	-	composto A	26,84	64,71	61,7	51,08 ± 21,05
1454	1454	α-cariofileno	3,47	1,91	2	2,46 ± 0,88
1468	1473	4,5-di-epi-aristolocheno	0,68	0,37	0,35	0,47 ± 0,19
1471	-	NI	0	0	0,06	0,02 ± 0,03
1482	-	NI	0	0,07	0,08	0,05 ± 0,04
1489	1490	β-selineno	38,88	17,02	18,61	24,84 ± 12,19
1499	1498	α-selineno	21,94	9,2	10,18	13,77 ± 7,09
1501	-	NI	0	0,09	0,1	0,06 ± 0,06
1517	1522	7-epi-α-selineno	0,81	0,38	0,42	0,54 ± 0,24
1570	-	NI	0	0,27	0,25	0,17 ± 0,15
1579	1583	óxido de cariofileno	0	0,61	0,52	0,38 ± 0,33
1607	-	NI	0	0,16	0,13	0,10 ± 0,09
1614	-	NI	0	0,25	0,24	0,16 ± 0,14
1623	-	NI	0,3	0,09	0,09	0,16 ± 0,12
1604	-	NI	0	0,3	0,3	0,20 ± 0,17
1634	-	NI	0	0,33	0,33	0,22 ± 0,19
1652	-	NI	0	0,21	0,23	0,15 ± 0,13
1655	-	NI	0	0,43	0,43	0,29 ± 0,25
1666	-	NI	0	0,05	0,05	0,03 ± 0,03
1679	-	NI	0	0,05	0,06	0,04 ± 0,03

IRc – Índice de retenção calculado(de acordo com Van Den Dool & Kratz, 1963); IR_L – Índice de retenção da literatura (Adams 2007); Composto A: 4-acetil-5-hidroxi-2,2,6,6-tetrametil-4-cicloexeno-1,3-diona: A - Amostra; DP - Desvio padrão; NI – não identificado.

B-T4. Tabela da composição química do óleo essencial das folhas frescas de *C. restingae* Sobral coletadas em setembro de 2007.

IRc	IRl	Constituinte	A1	A2	A3	Média ± DP
1390	1390	β-elemeneno	0,21	0,20	0	0,14 ± 0,12
1421	1419	<i>E</i> -cariofileno	3,37	3,44	5,98	4,26 ± 1,49
1438	-	composto A	67	67,01	52,78	62,26 ± 8,21
1459	1454	α-cariofileno	2,15	2,23	3,37	2,58 ± 0,68
1473	1473	4,5-di-epi-aristolocheno	0,32	0,45	0	0,26 ± 0,23
1494	1490	β-selineno	15,07	15,02	23,29	17,79 ± 4,76
1501	1498	α-selineno	8,38	8,37	13,28	10,01 ± 2,83
1522	1522	7-epi-α-selineno	0,33	0,34	0	0,22 ± 0,19
1584	1583	óxido de cariofileno	0,79	0,76	0,39	0,65 ± 0,22
1612	-	NI	0,25	0,24	0	0,16 ± 0,14
1620	-	NI	0,31	0,3	0	0,20 ± 0,18
1629	-	NI	0,15	0	0	0,05 ± 0,09
1603	-	NI	0,38	0,37	0	0,25 ± 0,22
1609	-	NI	0,38	0,38	0	0,25 ± 0,22
1658	-	NI	0,28	0,28	0,34	0,30 ± 0,03
1661	-	NI	0,46	0,45	0	0,30 ± 0,26
S/P	-	NI	0,15	0,16	0	0,10 ± 0,09

IRc – Índice de retenção calculado(de acordo com Van Den Dool & Kratz, 1963); IR_L – Índice de retenção da literatura (Adams 2007); Composto A: 4-acetil-5-hidroxi-2,2,6,6-tetrametil-4-cicloexeno-1,3-diona: A - Amostra; DP - Desvio padrão; NI – não identificado.

B-T5. Tabela da composição química do óleo essencial das folhas frescas de *C. restingae* Sobral coletadas em outubro de 2007.

IR _c	IR _L	Constituinte	A1	A2	A3	Média ± DP
-	-	NI	0,25	0,29	0,27	0,27 ± 0
1308	-	NI	0,10	0	0	0,03 ± 0,06
1389	1390	β-elemeno	0,39	0,49	0,4	0,43 ± 0,06
1419	1419	<i>E</i> -cariofileno	6,49	7,11	5,91	6,50 ± 0,60
1461	-	composto A	37,39	37,4	45,58	40,12 ± 4,73
1456	1454	α-cariofileno	4,44	3,85	3,25	3,85 ± 0,60
1470	1473	4,5-di-epi-aristolocheno	0,73	0,62	0,09	0,48 ± 0,34
1473	-	NI	0,23	0,09	0,59	0,30 ± 0,26
1477	-	NI	0,10	0	0	0,03 ± 0,06
1481	-	NI	0,11	0	0	0,04 ± 0,06
1484	-	NI	0,26	0,18	0,18	0,21 ± 0,05
1491	1490	β-selineno	28,37	29,86	25,25	27,83 ± 2,35
1495	1498	α-selineno	16,08	17,12	14,46	15,89 ± 1,34
1504	--	NI	0,14	0	0	0,05 ± 0,08
1519	1522	7-epi-α-selineno	0,70	0,72	0,62	0,68 ± 0,05
1573	-	NI	0,29	0,1	0,21	0,20 ± 0,10
1583	1583	óxido de cariofileno	0,97	0,37	0,87	0,74 ± 0,32
1611	-	NI	0,31	0,14	0,26	0,24 ± 0,09
1618	-	NI	0,44	0,26	0,87	0,52 ± 0,31
1627	-	NI	0,16	0,14	0,26	0,19 ± 0,06
1635	-	NI	0,39	0,29	0,33	0,34 ± 0,05
1638	-	NI	0,42	0,27	0,35	0,35 ± 0,08
1649	-	NI	0,10	0	0	0,03 ± 0,06
1601	-	NI	0,29	0,23	0,26	0,26 ± 0,03
1660	-	NI	0,76	0,47	0,58	0,60 ± 0,15
1725	-	NI	0,11	0	0	0,04 ± 0,06

IR_c – Índice de retenção calculado(de acordo com Van Den Dool & Kratz, 1963); IR_L – Índice de retenção da literatura (Adams 2007); Composto A: 4-acetil-5-hidroxi-2,2,6,6-tetrametil-4-cicloexeno-1,3-diona: A - Amostra; DP - Desvio padrão; NI – não identificado.

B-T6. Tabela da composição química do óleo essencial das folhas frescas de *C. restingae* Sobral coletadas em novembro de 2007.

IRc	IR _L	Constituinte	A1	A2	A3	Média ± DP
-	-	NI	0,13	0,12	0,27	0,17 ± 0,08
-	-	NI	0	0,10	0	0,03 ± 0,06
1100	-	NI	0,11	0,37	0	0,16 ± 0,19
1191	-	NI	0,32	1,7	0	0,67 ± 0,90
1400	1390	β-elemeneno	0	0,08	0	0,03 ± 0,05
1418	1419	<i>E</i> -cariofileno	1,36	1,14	1,31	1,27 ± 0,12
1432	-	composto A	88,92	89,39	90,17	89,49 ± 0,63
1455	1454	α-cariofileno	1,01	0,85	0,93	0,93 ± 0,08
1488	1490	β-selineno	4,77	3,50	4,61	4,29 ± 0,69
1495	1498	α-selineno	2,73	1,97	2,62	2,44 ± 0,41
1518	1522	7-epi-α-selineno	0,08	0,06	0	0,05 ± 0,04
1582	1583	óxido de cariofileno	0	0,05	0	0,02 ± 0,03
1617	-	NI	0,20	0,23	0,09	0,17 ± 0,07
1626	-	NI	0,12	0,13	0	0,08 ± 0,07
1654	-	NI	0,09	0,13	0	0,07 ± 0,07
1658	-	NI	0,16	0,19	0	0,10 ± 0,10

IRc – Índice de retenção calculado(de acordo com Van Den Dool & Kratz, 1963); IR_L – Índice de retenção da literatura (Adams 2007); Composto A: 4-acetil-5-hidroxi-2,2,6,6-tetrametil-4-cicloexeno-1,3-diona: A - Amostra; DP - Desvio padrão; NI – não identificado.

B-T7. Tabela da composição química do óleo essencial das folhas frescas de *C. restingae* Sobral coletadas em dezembro 2007.

IRc	IR _L	Constituinte	A1	A2	A3	Média ± DP
-	-	NI	0,20	1,09	0,53	0,61 ± 0,45
1381	1390	β-elemeno	0,30	0	0,32	0,21 ± 0,18
1411	1419	<i>E</i> -cariofileno	4,75	2,93	6,97	4,88 ± 2,02
1422	-	composto A	56,49	72,32	41,1	56,64 ± 15,61
1447	1454	α-cariofileno	2,88	2,05	4,04	2,99 ± 1,00
1461	-	NI	0,34	0	0,36	0,23 ± 0,20
1464	-	NI	0,11	0	0	0,04 ± 0,06
1475	-	NI	0,10	0	0	0,03 ± 0,06
1481	1490	β-selineno	20,04	13,18	28,64	20,62 ± 7,75
1488	1498	α-selineno	11,83	7,57	16,96	12,12 ± 4,70
1510	-	NI	0,45	0	0,53	0,33 ± 0,29
1574	-	NI	0,19	0	0	0,06 ± 0,11
1609	-	NI	0,48	0	0	0,16 ± 0,28
1618	-	NI	0,21	0	0	0,07 ± 0,12
1625	-	NI	0,20	0	0	0,07 ± 0,12
1629	-	NI	0,11	0	0	0,04 ± 0,06
1646	-	NI	0,36	0	0	0,12 ± 0,21
1650	-	NI	0,96	0	0,54	0,50 ± 0,48

IRc – Índice de retenção calculado(de acordo com Van Den Dool & Kratz, 1963); IR_L – Índice de retenção da literatura (Adams 2007); Composto A: 4-acetil-5-hidroxi-2,2,6,6-tetrametil-4-cicloexeno-1,3-diona: A - Amostra; DP - Desvio padrão; NI – não identificado.

B-T8. Tabela da composição química do óleo essencial das folhas frescas de *C. restingae* Sobral coletadas em janeiro de 2008.

IRc	IR _L	Constituinte	A1	A2	A3	Média ± DP
-	-	NI	0,24	0,42	0,23	0,30 ± 0,11
1410	1419	<i>E</i> -cariofileno	2,08	2,20	2,93	2,40 ± 0,46
1423	-	composto A	82,83	83,42	76,85	81,03 ± 3,63
1447	1454	α-cariofileno	1,38	1,32	1,86	1,52 ± 0,30
1480	1490	β-selineno	7,38	7,77	10,46	8,54 ± 1,68
1487	1498	α-selineno	4,31	4,52	6,2	5,01 ± 1,04
1510	-	NI	0,19	0	0,23	0,14 ± 0,12
1573	-	NI	0,12	0	0,10	0,07 ± 0,06
1609	-	NI	0,28	0	0,22	0,17 ± 0,15
1617	-	NI	0,13	0	0	0,04 ± 0,08
1624	-	NI	0,14	0	0	0,05 ± 0,08
1628	-	NI	0,11	0	0	0,04 ± 0,06
1647	-	NI	0,19	0	0,12	0,10 ± 0,10
1650	-	NI	0,63	0,35	0,57	0,52 ± 0,15

IRc – Índice de retenção calculado(de acordo com Van Den Dool & Kratz, 1963); IR_L – Índice de retenção da literatura (Adams 2007); Composto A: 4-acetil-5-hidroxi-2,2,6,6-tetrametil-4-cicloexeno-1,3-diona: A - Amostra; DP - Desvio padrão; NI – não identificado.

B-T9. Tabela da composição química do óleo essencial das folhas frescas de *C. restingae* Sobral coletadas em fevereiro de 2008.

IRc	IR _L	Constituinte	A1	A2	A3	Média ± DP
-	-	NI	0,97	0,94	0,58	0,83 ± 0,22
1411	1419	<i>E</i> -cariofileno	0,64	1,87	0,67	1,06 ± 0,70
1421	-	composto A	91,59	81,92	88,79	87,43 ± 4,98
1447	1454	α -cariofileno	0,43	1,12	0,68	0,74 ± 0,35
1480	1490	β -selineno	4,19	9,14	5,75	6,36 ± 2,53
1487	1498	α -selineno	2,18	5,00	3,27	3,48 ± 1,42
1551	-	NI	0	0	0,25	0,08 ± 0,14

IRc – Índice de retenção calculado(de acordo com Van Den Dool & Kratz, 1963); IR_L – Índice de retenção da literatura (Adams 2007); Composto A: 4-acetil-5-hidroxi-2,2,6,6-tetrametil-4-cicloexeno-1,3-diona: A - Amostra; DP - Desvio padrão; NI – não identificado.

B-T10. Tabela da composição química do óleo essencial das folhas frescas de *C. restingae* Sobral coletadas em março de 2008.

IRc	IR _L	Constituinte	A1	A2	A3	Média ± DP
-	-	NI	0,45	0,39	0,16	0,33 ± 0,15
1389	1390	β -elemeno	0	0	0,13	0,04 ± 0,08
1419	1419	<i>E</i> -cariofileno	1,94	1,74	2,84	2,17 ± 0,59
1435	-	composto A	82,26	83,69	75,75	80,57 ± 4,23
1460	1454	α -cariofileno	1,41	1,37	1,8	1,53 ± 0,24
1475	1473	4,5-di-epi-aristolocheno	0	0	0,19	0,06 ± 0,11
1496	1490	β -selineno	8,14	7,48	10,89	8,84 ± 1,81
1503	1498	α -selineno	4,67	4,34	6,33	5,11 ± 1,07
1524	1522	7-epi- α -selineno	0	0	0,25	0,08 ± 0,14
1583	1583	óxido de cariofileno	0,25	0,21	0,4	0,29 ± 0,10
1610	-	NI	0	0	0,11	0,04 ± 0,06
1617	-	NI	0	0	0,23	0,08 ± 0,13
1626	-	NI	0	0	0,11	0,04 ± 0,06
1633	-	NI	0	0	0,16	0,05 ± 0,09
1637	-	NI	0	0	0,15	0,05 ± 0,09
1654	-	NI	0	0	0,17	0,06 ± 0,10
1658	-	NI	0,63	0,56	0,33	0,51 ± 0,16
-	-	NI	0,24	0,21	0	0,15 ± 0,13

IRc – Índice de retenção calculado(de acordo com Van Den Dool & Kratz, 1963); IR_L – Índice de retenção da literatura (Adams 2007); Composto A: 4-acetil-5-hidroxi-2,2,6,6-tetrametil-4-cicloexeno-1,3-diona: A - Amostra; DP - Desvio padrão; NI – não identificado.

B-T11. Tabela da composição química do óleo essencial das folhas frescas de *C. restingae* Sobral coletadas às 8 horas em abril de 2008.

IRc	IR _L	Constituinte	A1	A2	A3	Média ± DP
-	-	NI	0,09	0,14	1,54	0,59 ± 0,82
1373	-	NI	0,13	0	0	0,04 ± 0,08
1404	-	NI	2,11	2,12	0	1,41 ± 1,22
1409	1419	<i>E</i> -cariofileno	0,2	0	1,38	0,53 ± 0,75
1423	-	composto A	76,77	78,26	79,42	78,15 ± 1,33
1444	1454	α -cariofileno	1,12	1,2	0	0,77 ± 0,67
1447	-	NI	0,12	0	0,66	0,26 ± 0,35
1460	-	NI	0,2	0	0	0,07 ± 0,12
1463	-	NI	0,07	0,19	0	0,09 ± 0,10
1473	-	NI	0,07	0	0	0,02 ± 0,04
1479	1490	β -selineno	9,78	9,85	10,97	10,2 ± 0,67
1487	1498	α -selineno	5,78	5,71	6,02	5,84 ± 0,16
1510	1522	7-epi- α -selineno	0,25	0,21	0	0,15 ± 0,13
1576	1583	óxido de cariofileno	0,51	0,40	0	0,30 ± 0,27
1604	-	NI	0,18	0,13	0	0,10 ± 0,09
1611	-	NI	0,38	0,27	0	0,22 ± 0,20
1618	-	NI	0,17	0,11	0	0,09 ± 0,09
1624	-	NI	0,26	0,14	0	0,13 ± 0,13
1627	-	NI	0,27	0,16	0	0,14 ± 0,14
1642	-	NI	0,27	0	0	0,09 ± 0,16
1645	-	NI	0,68	0,54	0	0,41 ± 0,36
1650	-	NI	0,10	0,10	0	0,07 ± 0,06
1665	-	NI	0,04	0	0	0,01 ± 0,02
-	-	NI	0,45	0,29	0	0,25 ± 0,23

IRc – Índice de retenção calculado(de acordo com Van Den Dool & Kratz, 1963); IR_L – Índice de retenção da literatura (Adams 2007); Composto A: 4-acetil-5-hidroxi-2,2,6,6-tetrametil-4-cicloexeno-1,3-diona: A - Amostra; DP - Desvio padrão; NI – não identificado.

B-T12. Tabela da composição química do óleo essencial das folhas armazenadas por dois dias de *C. restingae* Sobral coletadas em novembro de 2007.

IR _c	IR _L	Constituinte	A1	A2	A3	Média ± RSD
-	-	NI	0,17	0,07	0,09	0,11 ± 0,05
1006	-	NI	0	0,05	0,04	0,03 ± 0,03
1100	-	NI	0	0,04	0	0,01 ± 0,02
1388	1390	β-elemeneno	0,34	0,26	0,27	0,29 ± 0,04
1419	1419	<i>E</i> -cariofileno	5,37	4,19	4,40	4,65 ± 0,63
1433	-	composto A	56,7	63,56	63,2	61,15 ± 3,96
1456	1454	α-cariofileno	2,79	2,33	2,52	2,55 ± 0,23
1470	-	NI	0,4	0,4	0,4	0,4 ± 0
		4,5-di-epi-				
1472	1473	aristolocheno	0,06	0,09	0,08	0,08 ± 0,02
1483	-	NI	0,14	0,12	0,13	0,13 ± 0,01
1490	1490	β-selineno	19,80	15,07	16,45	17,11 ± 2,43
1496	1498	α-selineno	11,51	8,69	9,49	9,9 ± 1,45
1503	-	NI	0	0,08	0,05	0,04 ± 0,04
1518	1522	7-epi-α-selineno	0,5	0,40	0,43	0,44 ± 0,05
1573	-	NI	0	0,05	0	0,02 ± 0,03
		óxido de				
1582	1583	cariofileno	0,48	0,72	0,60	0,60 ± 0,12
1594	-	NI	0	0,03	0	0,01 ± 0,02
1609	-	NI	0,14	0,22	0,19	0,18 ± 0,04
1617	-	NI	0,27	0,32	0,29	0,29 ± 0,03
1626	-	NI	0,12	0,16	0,14	0,14 ± 0,02
1632	-	NI	0,25	0,26	0,25	0,25 ± 0,01
1637	-	NI	0,23	0,27	0,26	0,25 ± 0,02
1654	-	NI	0,22	0,23	0,22	0,22 ± 0,01
1658	-	NI	0,44	0,40	0,40	0,41 ± 0,02
1664	-	NI	0	0,05	0,04	0,03 ± 0,03
1669	-	NI	0	0,03	0	0,01 ± 0,02
1736	-	NI	0	0,03	0	0,01 ± 0,02
-	-	NI	0,06	0,08	0,07	0,07 ± 0,01

IR_c – Índice de retenção calculado(de acordo com Van Den Dool & Kratz, 1963); IR_L – Índice de retenção da literatura (Adams 2007); Composto A: 4-acetil-5-hidroxi-2,2,6,6-tetrametil-4-cicloexeno-1,3-diona: A - Amostra; DP - Desvio padrão; NI – não identificado.

B-T13. Tabela da composição química do óleo essencial das folhas armazenadas por três dias de *C. restingae* Sobral coletadas em novembro de 2007.

IRc	IR _L	Constituinte	A1	A2	A3	Média ± DP
-	-	NI	0,14	0,25	0,87	0,42 ± 0,39
1389	1390	β-elemeno	0,24	0,30	0	0,18 ± 0,16
1419	1419	<i>E</i> -cariofileno	4,97	6,8	4,19	5,32 ± 1,34
1429	-	composto A	58,85	44,07	67,57	56,83 ± 11,88
1455	1454	α-cariofileno	2,60	3,52	2,39	2,84 ± 0,60
1469	1473	4,5-di-epi-aristolocheno	0,37	0,43	0	0,27 ± 0,23
1483	-	NI	0,13	0,11	0	0,08 ± 0,07
1489	1490	β-selineno	18,02	26,16	16,02	20,07 ± 5,37
1495	1498	α-selineno	10,46	14,83	8,96	11,42 ± 3,05
1518	1522	7-epi-α-selineno	0,51	0,63	0	0,38 ± 0,33
1573	-	NI	0,29	0,2	0	0,16 ± 0,15
1581	1583	óxido de cariofileno	0,53	0,54	0	0,36 ± 0,31
1610	-	NI	0,14	0,13	0	0,09 ± 0,08
1617	-	NI	0,26	0,24	0	0,17 ± 0,14
1633	-	NI	0,27	0,2	0	0,16 ± 0,14
1637	-	NI	0,25	0,18	0	0,14 ± 0,13
1654	-	NI	0,20	0,13	0	0,11 ± 0,10
1658	-	NI	0,54	0,48	0	0,34 ± 0,30
-	-	NI	0,85	0,78	0	0,54 ± 0,47

IRc – Índice de retenção calculado(de acordo com Van Den Dool & Kratz, 1963); IR_L – Índice de retenção da literatura (Adams 2007); Composto A: 4-acetil-5-hidroxi-2,2,6,6-tetrametil-4-cicloexeno-1,3-diona: A - Amostra; DP - Desvio padrão; NI – não identificado.

B-T14. Tabela da composição química do óleo essencial das folhas armazenadas por quatro dias de *C. restingae* Sobral coletadas em novembro de 2007.

IRc	IR _L	Constituinte	A1	A2	A3	Média ± DP
-	-	NI	1,93	2,70	1,16	1,93 ± 0,77
1419	1419	<i>E</i> -cariofileno	6,00	9,47	8,05	7,84 ± 1,74
1428	-	composto A	54,16	29,51	44,54	42,74 ± 12,42
1455	1454	α-cariofileno	3,55	5,38	4,50	4,48 ± 0,92
1488	1490	β-selineno	22,47	33,87	26,49	27,61 ± 5,78
1495	1498	α-selineno	11,89	19,07	14,75	15,24 ± 3,61
1582	1583	óxido de cariofileno	-	0	0,51	0,26 ± 0,36

IRc – Índice de retenção calculado(de acordo com Van Den Dool & Kratz, 1963); IR_L – Índice de retenção da literatura (Adams 2007); Composto A: 4-acetil-5-hidroxi-2,2,6,6-tetrametil-4-cicloexeno-1,3-diona: A - Amostra; DP - Desvio padrão; NI – não identificado.

B-T15. Tabela da composição química do óleo essencial das folhas armazenadas por cinco dias de *C. restingae* Sobral coletadas em novembro de 2007.

IRc	IR _L	Constituinte	A1	A2	A3	Média ± DP
-		NI	0,51	1,23	6,97	2,90 ± 3,54
1388	1390	β-elemeno	0,51	0	0	0,17 ± 0,29
1419	1419	<i>E</i> -cariofileno	11,62	10,57	11,87	11,35 ± 0,69
1428	-	composto A	27,04	33,47	16,05	25,52 ± 8,81
1455	1454	α-cariofileno	5,83	5,61	5,92	5,79 ± 0,16
1469	1473	4,5-di-epi-aristolocheno	0,42	0	0	0,14 ± 0,24
1489	1490	β-selineno	33,18	31,09	38,19	34,15 ± 3,65
1495	1498	α-selineno	20,00	18,04	21,00	19,68 ± 1,51
1518	1522	7-epi-α-selineno	0,65	-	0	0,33 ± 0,46
1582	1583	óxido de cariofileno	0,23	-	0	0,12 ± 0,16

IRc – Índice de retenção calculado(de acordo com Van Den Dool & Kratz, 1963); IR_L – Índice de retenção da literatura (Adams 2007); Composto A: 4-acetil-5-hidroxi-2,2,6,6-tetrametil-4-cicloexeno-1,3-diona: A - Amostra; DP - Desvio padrão; NI – não identificado.

B-T16. Tabela da composição química do óleo essencial das folhas armazenadas por seis dias coletadas em novembro de 2007.

IRc	IR _L	Constituinte	A1	A2	A3	Média ± DP
-		NI	8,53	5,93	0,56	5,01 ± 4,06
1388	1390	β-elemeno	0	0	0,26	0,09 ± 0,15
1419	1419	<i>E</i> -cariofileno	6,96	12,24	9,24	9,48 ± 2,65
1428	-	composto A	25,59	12,50	41,23	26,44 ± 14,38
1455	1454	α-cariofileno	3,70	6,44	5,07	5,07 ± 1,37
1489	1490	β-selineno	36,84	40,60	27,07	34,84 ± 6,98
1495	1498	α-selineno	18,38	22,29	15,81	18,83 ± 3,26
1518	1522	7-epi-α-selineno	0	0	0,47	0,16 ± 0,27
1582	1583	óxido de cariofileno	0	0	0,28	0,09 ± 0,16

IRc – Índice de retenção calculado(de acordo com Van Den Dool & Kratz, 1963); IR_L – Índice de retenção da literatura (Adams 2007); Composto A: 4-acetil-5-hidroxi-2,2,6,6-tetrametil-4-cicloexeno-1,3-diona: A - Amostra; DP - Desvio padrão; NI – não identificado.

B-T17. Tabela da composição química do óleo essencial das folhas frescas de *C. restingae* Sobral coletadas às 12 horas em abril de 2008.

IRc	IR _L	Constituinte	A1	A2	A3	Média ± DP
-	-	NI	0,24	0,51	0,17	0,31 ± 0,18
1387	1390	β-elemeneno	0,09	0	0,11	0,07 ± 0,06
1417	1419	<i>E</i> -cariofileno	1,94	1,92	2,20	2,02 ± 0,16
1429	-	composto A	78,57	76,6	76,29	77,15 ± 1,24
1453	1454	α-cariofileno	1,05	1,21	1,26	1,17 ± 0,11
1468	1473	4,5-di-epi-aristolocheno	0,18	0	0,19	0,12 ± 0,11
1487	1490	β-selineno	10,36	12,45	11,59	11,47 ± 1,05
1493	1498	α-selineno	5,83	7,09	6,77	6,56 ± 0,65
1516	1522	7-epi-α-selineno	0,19	0	0,25	0,15 ± 0,13
1580	1583	óxido de cariofileno	0,29	0	0,20	0,16 ± 0,15
1615	-	NI	0,20	0	0,20	0,13 ± 0,12
1630	-	NI	0,15	0	0,08	0,08 ± 0,08
1635	-	NI	0,14	0	0,07	0,07 ± 0,07
1653	-	NI	0,15	0	0,09	0,08 ± 0,08
1656	-	NI	0,47	0,22	0,36	0,35 ± 0,13
-	-	NI	0,17	0	0,16	0,11 ± 0,10

IRc – Índice de retenção calculado(de acordo com Van Den Dool & Kratz, 1963); IR_L – Índice de retenção da literatura (Adams 2007); Composto A: 4-acetil-5-hidroxi-2,2,6,6-tetrametil-4-cicloexeno-1,3-diona: A - Amostra; DP - Desvio padrão; NI – não identificado.

B-T18. Tabela da composição química do óleo essencial das folhas frescas de *C. restingae* Sobral coletadas às 17 horas em abril de 2008.

IRc	IR _L	Constituinte	A1	A2	A3	Média ± DP
-	-	NI	0,16	0,05	0,16	0,12 ± 0,06
-	-	NI	0	0,04	0	0,01 ± 0,02
-	-	NI	0	0,1	0	0,03 ± 0,06
-	-	NI	0	0,07	0	0,02 ± 0,04
867	-	NI	0	0,05	0	0,02 ± 0,03
900	-	NI	0	0,05	0	0,02 ± 0,03
1006	-	NI	0	0,06	0	0,02 ± 0,03
1101	-	NI	0	0,05	0,14	0,06 ± 0,07
1195	-	NI	0	0,06	0	0,02 ± 0,03
1388	1390	β-elemeneno	0,07	0,07	0,27	0,14 ± 0,12
1418	1419	<i>E</i> -cariofileno	1,09	1,13	3,9	2,04 ± 1,61
1432	-	composto A	79,37	81,96	53,92	71,75 ± 15,50
1455	1454	α-cariofileno	0,82	0,75	2,16	1,24 ± 0,79
1469	1473	4,5-di-epi-aristolocheno	0,18	0,18	0,49	0,28 ± 0,18
1482	-	NI	0,05	0,04	0,09	0,06 ± 0,03
1488	1490	β-selineno	8,64	7,29	21,03	12,32 ± 7,57
1495	1498	α-selineno	5	4,1	12,09	7,06 ± 4,38
1500	-	NI	0,07	0,08	0	0,05 ± 0,04
1505	-	NI	0	0,04	0	0,01 ± 0,02
1518	1522	7-epi-α-selineno	0,25	0,2	0,51	0,32 ± 0,17
1572	-	NI	0,05	0,05	0	0,03 ± 0,03
1581	1583	óxido de cariofileno	0,51	0,55	0,83	0,63 ± 0,17
1593	-	NI	0,06	0,04	0	0,03 ± 0,03
1609	-	NI	0,21	0,17	0,25	0,21 ± 0,04
1616	-	NI	0,39	0,4	0,59	0,46 ± 0,11
1625	-	NI	0,18	0,18	0,27	0,21 ± 0,05
1632	-	NI	0,26	0,32	0,42	0,33 ± 0,08
1636	-	NI	0,37	0,37	0,46	0,4 ± 0,05
1654	-	NI	0,31	0,33	0,51	0,38 ± 0,11
1657	-	NI	0,7	0,68	1,02	0,8 ± 0,19
1663	-	NI	0,09	0,09	0,14	0,11 ± 0,03
1669	-	NI	0,05	0,08	0	0,04 ± 0,04
1680	-	NI	0,06	0,08	0,08	0,07 ± 0,01
-	-	NI	0,48	0,28	0,5	0,42 ± 0,12

IRc – Índice de retenção calculado(de acordo com Van Den Dool & Kratz, 1963); IR_L – Índice de retenção da literatura (Adams 2007); Composto A: 4-acetil-5-hidroxi-2,2,6,6-tetrametil-4-cicloexeno-1,3-diona: A - Amostra; DP - Desvio padrão; NI – não identificado.

B-T19. Tabela da composição química do óleo essencial das folhas secas de *C. restingae* Sobral coletadas em agosto de 2007.

IR _c	IR _L	Constituinte	A1	A2	A3	Média ± DP
1389	1390	β-elemeno	0,40	0,47	0,43	0,43 ± 0,04
1422	1419	<i>E</i> -cariofileno	8,13	10,33	9,19	9,22 ± 1,10
1433	-	composto A	31,12	21,51	26,19	26,27 ± 4,81
1458	1454	α-cariofileno	4,03	4,78	4,46	4,42 ± 0,38
1472	1473	4,5-di-epi-aristolocheno	0,65	0,75	0,70	0,70 ± 0,05
1474	-	NI	0,13	0,10	0,13	0,12 ± 0,02
1486	-	NI	0,21	0,20	0,22	0,21 ± 0,01
1495	1490	β-selineno	33,09	37,42	35,26	35,26 ± 2,17
1501	1498	α-selineno	19,72	22,3	21,1	21,04 ± 1,29
1521	1522	7-epi-α-selineno	0,85	0,91	0,89	0,88 ± 0,03
1574	-	NI	0,05	0	0	0,02 ± 0,03
1583	1583	óxido de cariofileno	0,55	0,54	0,57	0,55 ± 0,02
1611	-	NI	0,15	0,13	0,15	0,14 ± 0,01
1619	-	NI	0,17	0,1	0,14	0,14 ± 0,04
1628	-	NI	0,06	0	-	0,03 ± 0,04
1635	-	NI	0,16	0,09	0,12	0,12 ± 0,04
1639	-	NI	0,15	0,09	0,13	0,12 ± 0,03
1657	-	NI	0,11	0	0,09	0,07 ± 0,06
1660	-	NI	0,26	0,18	0,23	0,22 ± 0,04

IR_c – Índice de retenção calculado(de acordo com Van Den Dool & Kratz, 1963); IR_L – Índice de retenção da literatura (Adams 2007); Composto A: 4-acetil-5-hidroxi-2,2,6,6-tetrametil-4-cicloexeno-1,3-diona: A - Amostra; DP - Desvio padrão; NI – não identificado.

B-T20. Tabela da composição química do óleo essencial das flores de *C. restingae* Sobral coletadas em novembro de 2007.

IR _c	IR _L	Constituinte	A1	A2	A3	Média ± DP
-	-	NI	0,4	0,4	0,83	0,54 ± 0,25
1419	1419	<i>E</i> -cariofileno	2,03	2,03	2,04	2,03 ± 0,01
1431	-	composto A	82,35	82,35	81,81	82,17 ± 0,31
1456	1454	α -cariofileno	1,49	1,49	1,53	1,50 ± 0,02
1489	1490	β -selineno	7,41	7,41	8,26	7,69 ± 0,49
1496	1498	α -selineno	4,20	4,20	5,19	4,53 ± 0,57
1501	-	NI	0,15	0,15	0	0,10 ± 0,09
1504	-	NI	0,14	0,14	0	0,09 ± 0,08
1519	1522	7-epi- α -selineno	0,3	0,3	0	0,20 ± 0,17
1536	-	NI	0,17	0,17	0	0,11 ± 0,10
1552	-	NI	0,20	0,20	0	0,13 ± 0,12
		óxido de				
1583	1583	cariofileno	0,16	0,16	0	0,11 ± 0,09
1597	-	NI	0,14	0,14	0	0,09 ± 0,08
1618	-	NI	0,28	0,28	0,34	0,30 ± 0,03
1627	-	NI	0,18	0,18	0	0,12 ± 0,10
1655	-	NI	0,15	0,15	0	0,10 ± 0,09
1659	-	NI	0,25	0,25	0	0,17 ± 0,14

IR_c – Índice de retenção calculado(de acordo com Van Den Dool & Kratz, 1963); IR_L – Índice de retenção da literatura (Adams 2007); Composto A: 4-acetil-5-hidroxi-2,2,6,6-tetrametil-4-cicloexeno-1,3-diona: A - Amostra; DP - Desvio padrão; NI – não identificado.

B-T21. Tabela da composição química do óleo essencial dos frutos verdes de *C. restingae* Sobral coletados em janeiro de 2007.

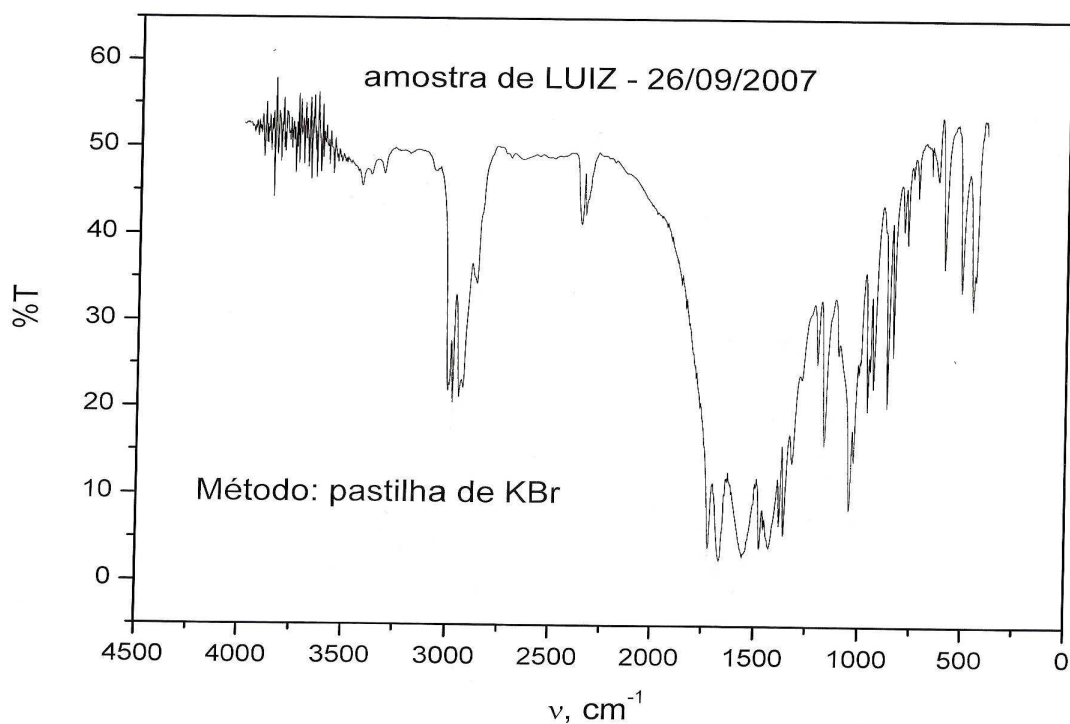
IR _c	IR _L	Constituinte	A1	A2	A3	Média ± DP
1419	1419	<i>E</i> -cariofileno	1,22	1,18	1,20	1,20 ± 0,02
1432	-	composto A	88,84	89,58	89,1	89,17 ± 0,38
1456	1454	α -cariofileno	1,08	0,99	0,99	1,02 ± 0,05
1470	1473	4,5-di-epi-aristolocheno	0	-	0,06	0,03 ± 0,04
1489	1490	β -selineno	5,42	5,18	5,10	5,23 ± 0,17
1496	1498	α -selineno	3,24	3,07	3,09	3,13 ± 0,09
1504	-	NI	0	0	0,07	0,02 ± 0,04
1519	1522	7-epi- α -selineno	0,09	0	0,13	0,07 ± 0,07
1617	-	NI	0	0	0,10	0,03 ± 0,06
1658	-	NI	0,11	0	0,16	0,09 ± 0,08

IR_c – Índice de retenção calculado(de acordo com Van Den Dool & Kratz, 1963); IR_L – Índice de retenção da literatura (Adams 2007); Composto A: 4-acetil-5-hidroxi-2,2,6,6-tetrametil-4-cicloexeno-1,3-diona: A - Amostra; DP - Desvio padrão; NI – não identificado.

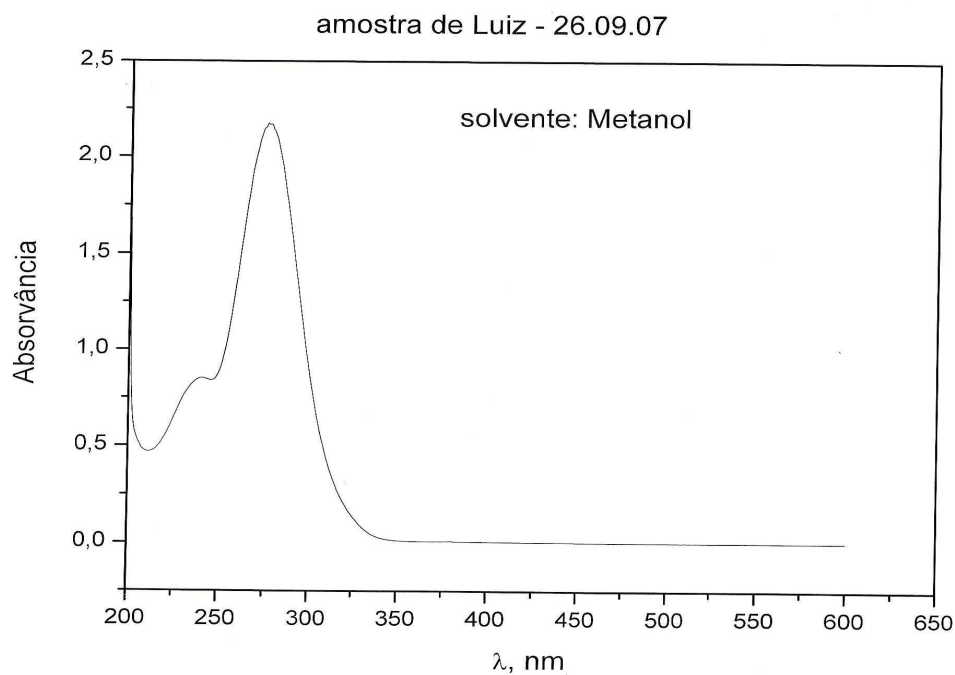
B-T22. Tabela da composição química do óleo essencial dos frutos “de vez” de *C. restingae* Sobral coletados em março de 2007.

IRc	IR _L	Constituinte	A1	A2	A3	Média ± DP
1306	-	NI	0,05	0	0	0,02 ± 0,03
1388	1390	β-elemeneno	0,04	0	0	0,01 ± 0,02
1418	1419	<i>E</i> -cariofileno	0,93	1,08	0,95	0,99 ± 0,08
1433	-	composto A	90,50	90,52	91,76	90,93 ± 0,72
1456	1454	α-cariofileno	0,71	0,85	0,75	0,77 ± 0,07
1470	1473	4,5-di-epi-aristolocheno	0,08	0	0	0,03 ± 0,05
1489	1490	β-selineno	4,10	4,69	4,16	4,32 ± 0,32
1496	1498	α-selineno	2,72	2,65	2,38	2,58 ± 0,18
1519	1522	7-epi- α-selineno	0,09	0	0	0,03 ± 0,05
1582	1583	óxido de cariofileno	0,19	0,12	0	0,10 ± 0,10
1617	-	NI	0,13	0	0	0,04 ± 0,08
1626	-	NI	0,06	0	0	0,02 ± 0,03
1633	-	NI	0,05	0	0	0,02 ± 0,03
1637	1641	NI	0,06	0	0	0,02 ± 0,03
1655	-	NI	0,10	0	0	0,03 ± 0,06
1658	-	NI	0,19	0	0	0,06 ± 0,11

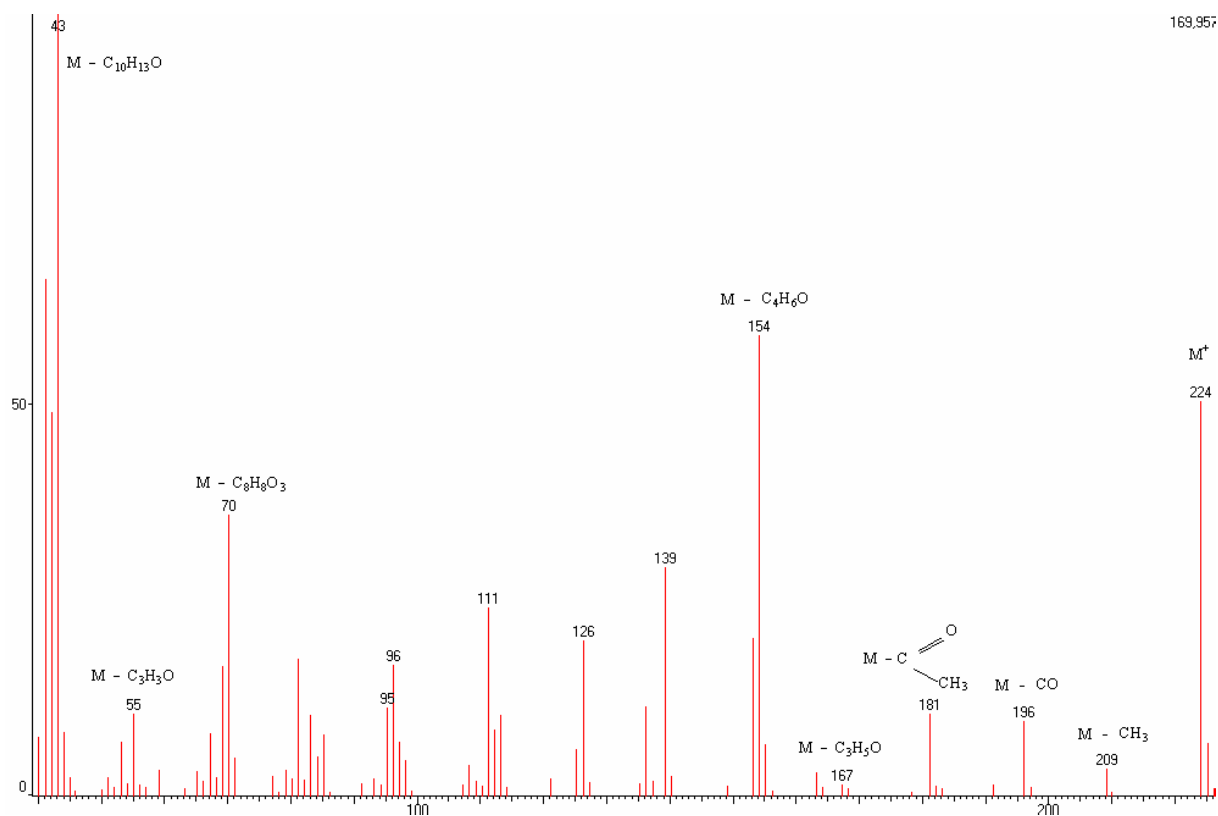
IRc – Índice de retenção calculado(de acordo com Van Den Dool & Kratz, 1963); IR_L – Índice de retenção da literatura (Adams 2007); Composto A: 4-acetil-5-hidroxi-2,2,6,6-tetrametil-4-cicloexeno-1,3-diona: A - Amostra; DP - Desvio padrão; NI – não identificado.

Anexo C. Espectros.

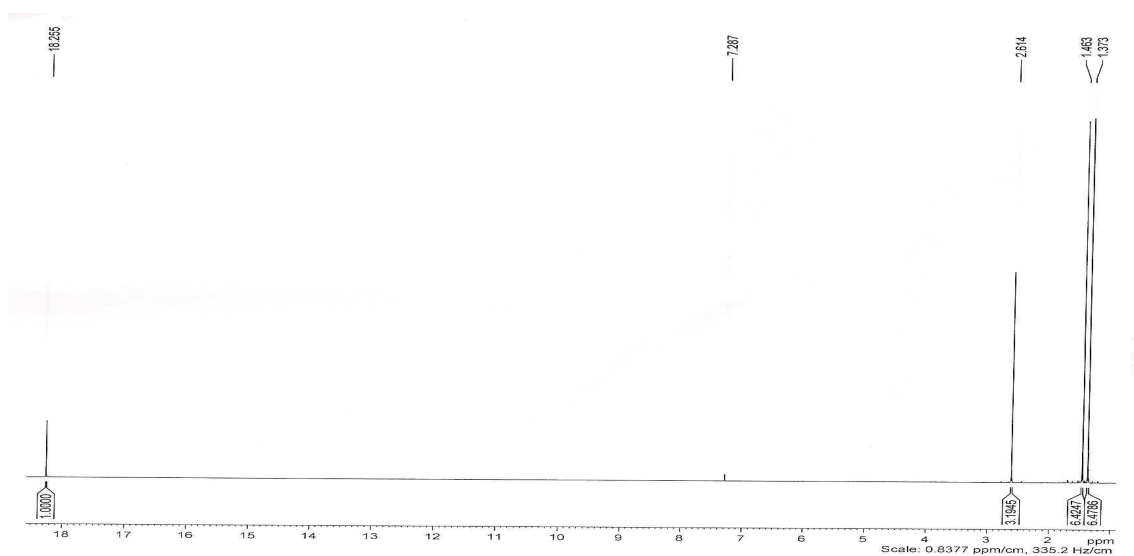
C-E1. Espectro de absorção na região do infravermelho (IV) (pastilha de KBr) dos cristais formados no hidrolato.

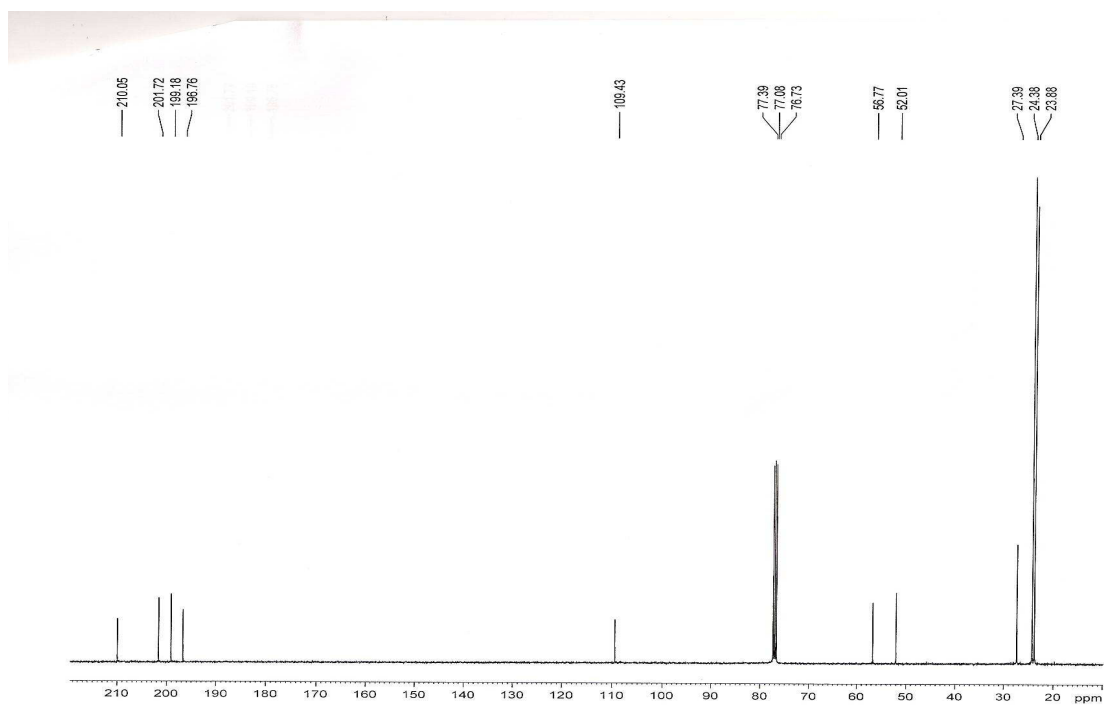


C-E2. Espectro de ultravioleta dos cristais formados no hidrolato.

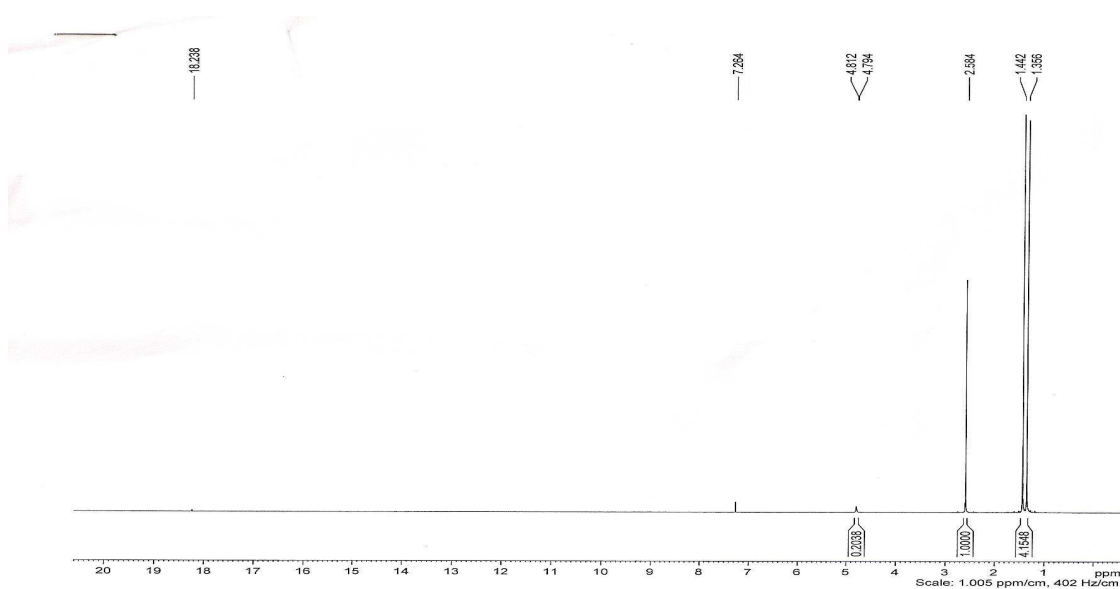


C-E3. Espectro de massas do Composto A

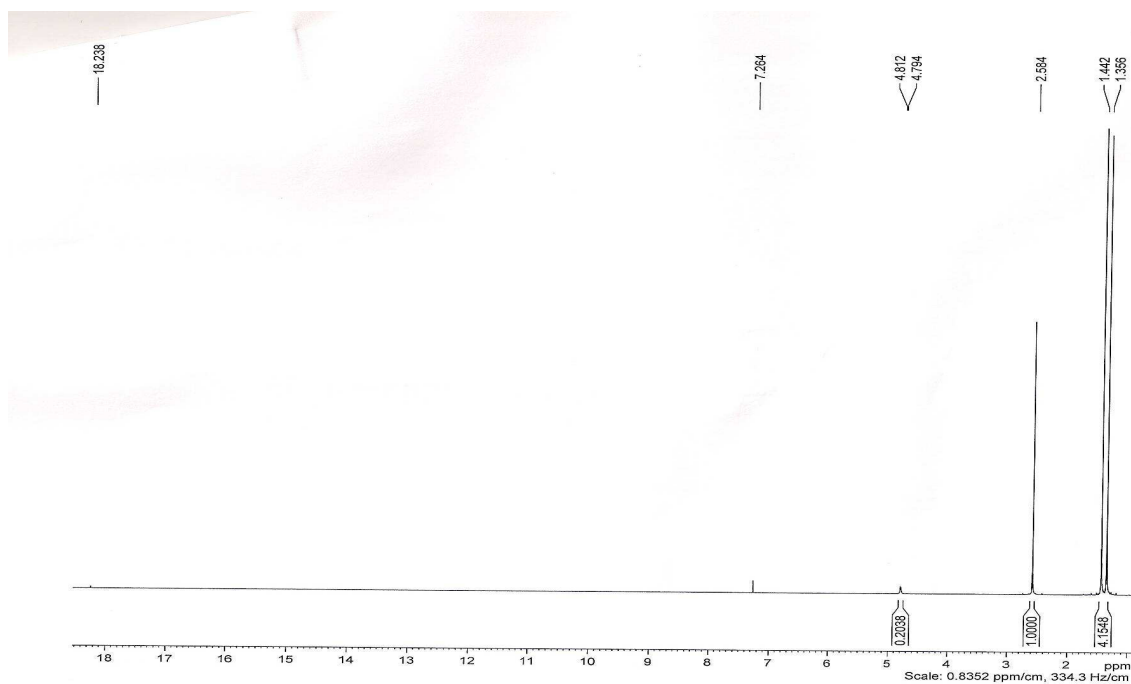
C-E4. Espectro de RMN de 1H dos cristais formados no hidrolato.



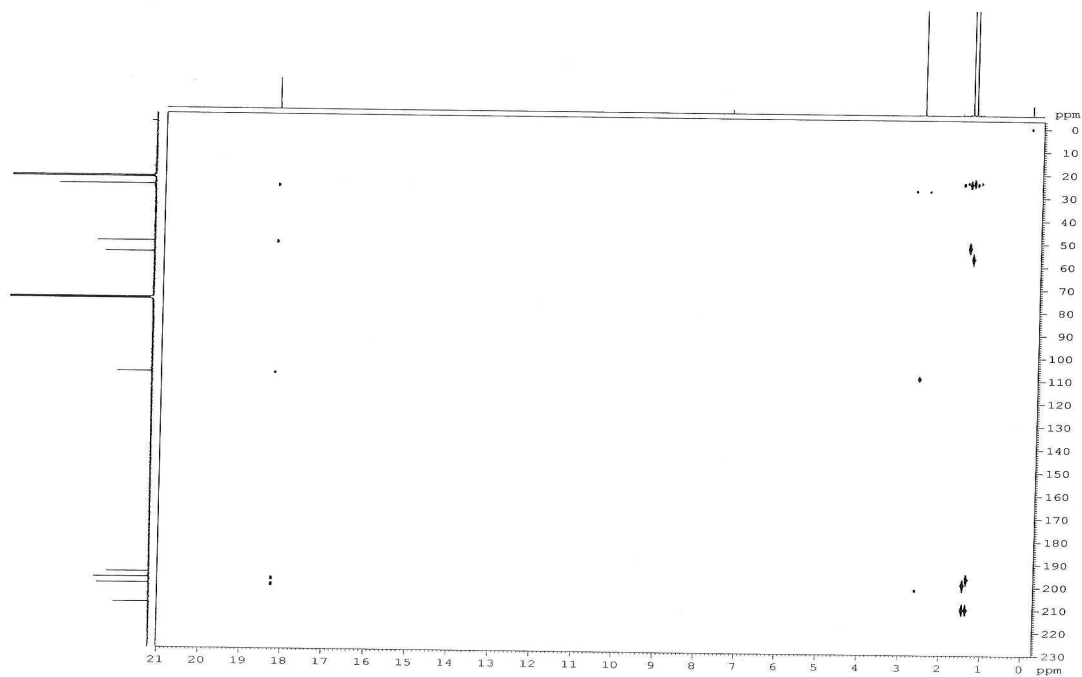
C-E5. Espectro de RMN de ^{13}C dos cristais formados no hidrolato.



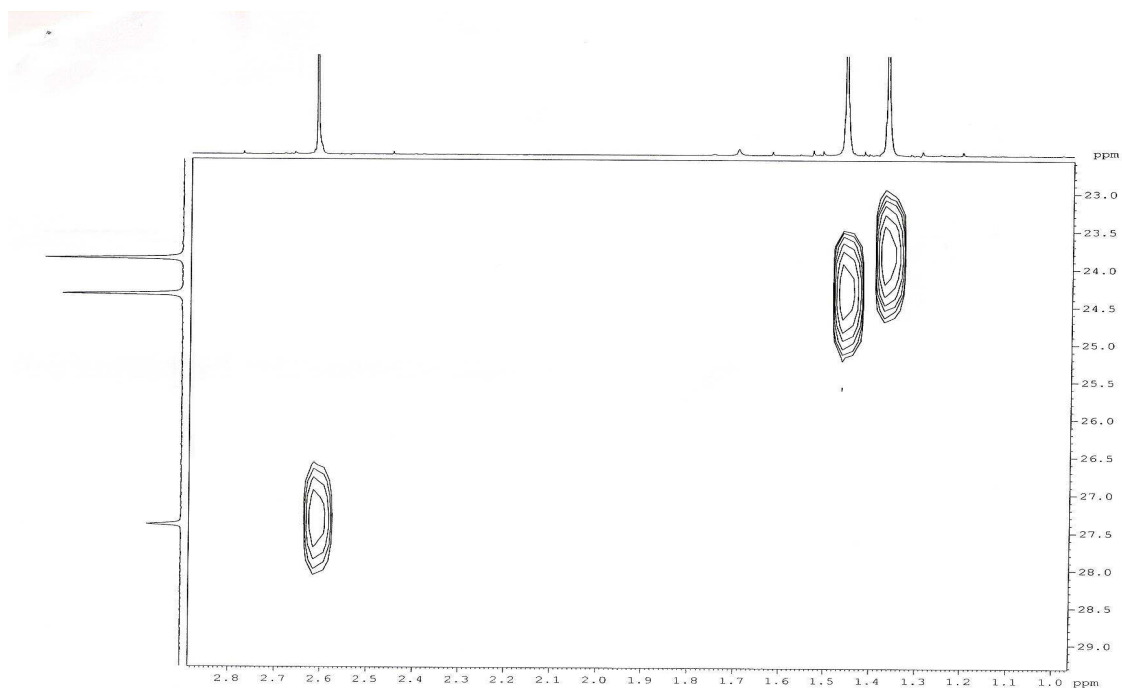
C-E6. Espectro de RMN ^1H + gotas de D_2O dos cristais formados no hidrolato.



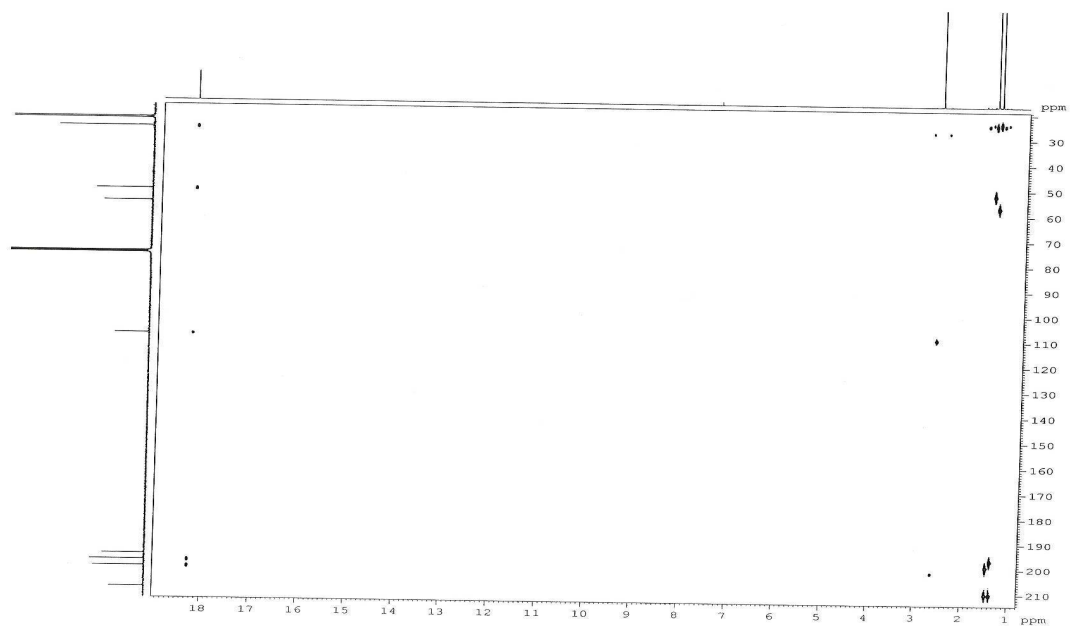
Ampliação do espectro de RMN ^1H + gotas de D_2O dos cristais formados no hidrolato.



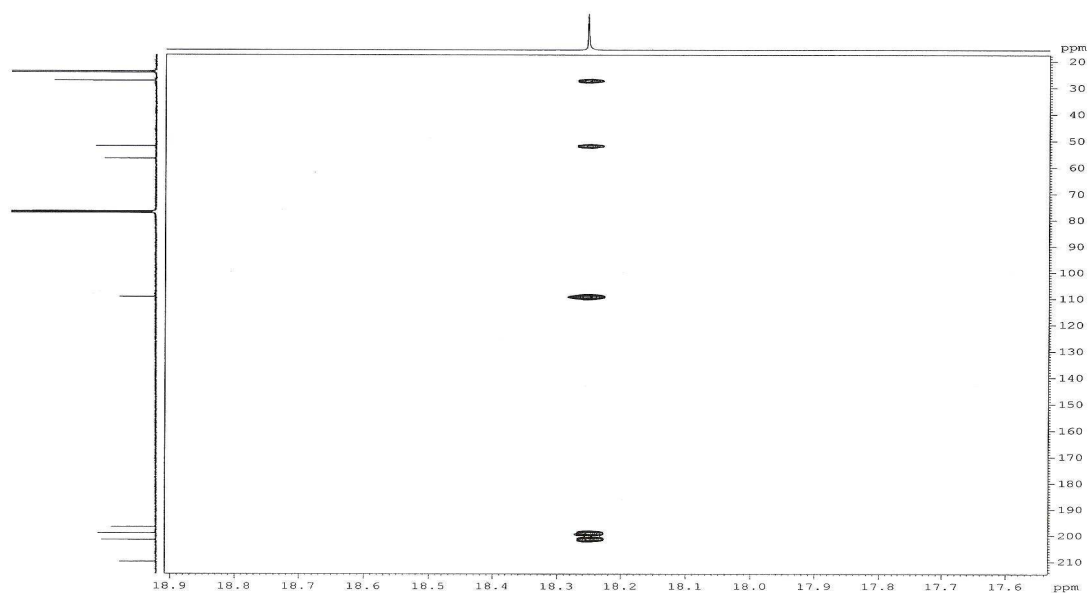
C-E7. Mapa de correlação HSQC dos cristais formados no hidrolato.



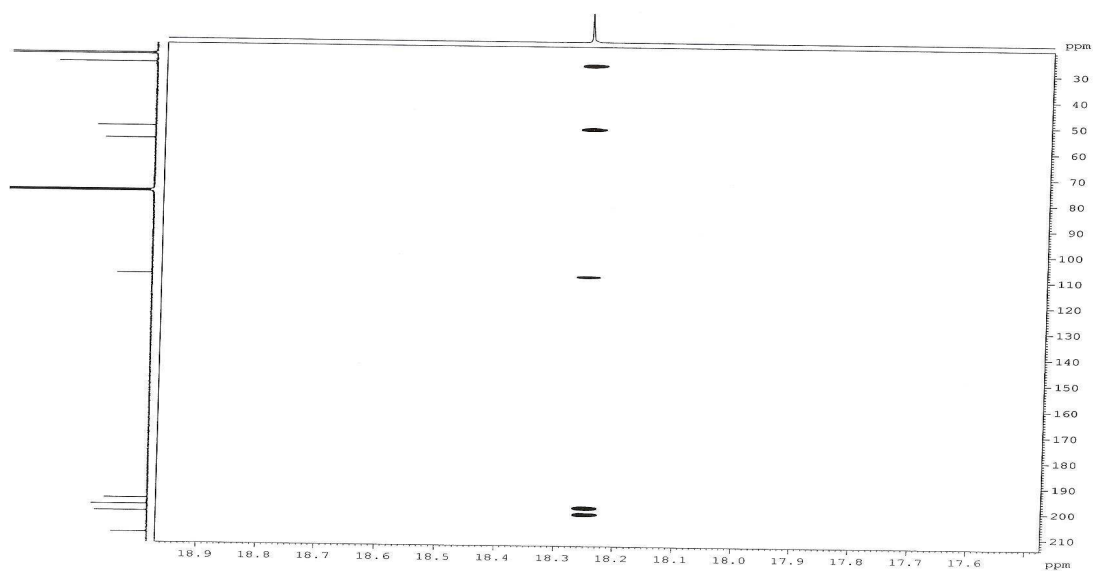
Ampliação do mapa de correlação HSQC dos cristais formados no hidrolato.



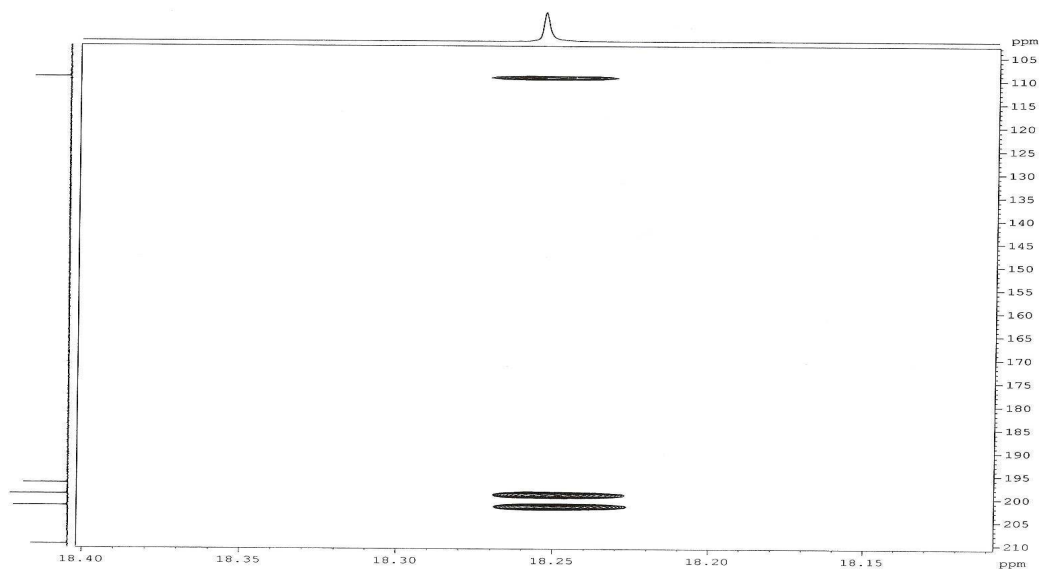
C-E8. Mapa de correlação HMBC ($J = 3,0 \text{ Hz}$) dos cristais formados no hidrolato.



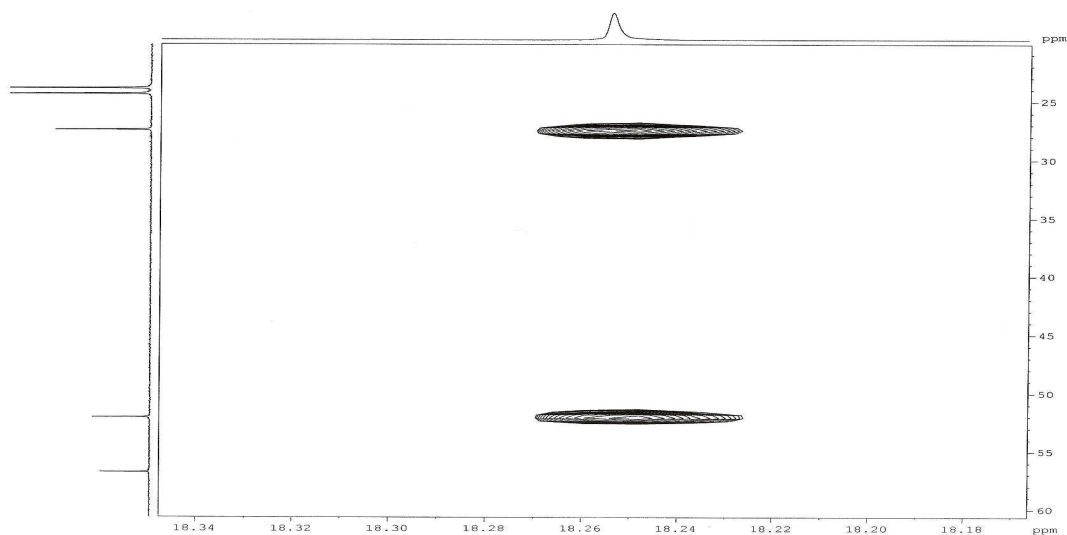
Ampliação do mapa de correlação HMBC ($J = 12,0$ Hz) dos cristais formados no hidrolato.



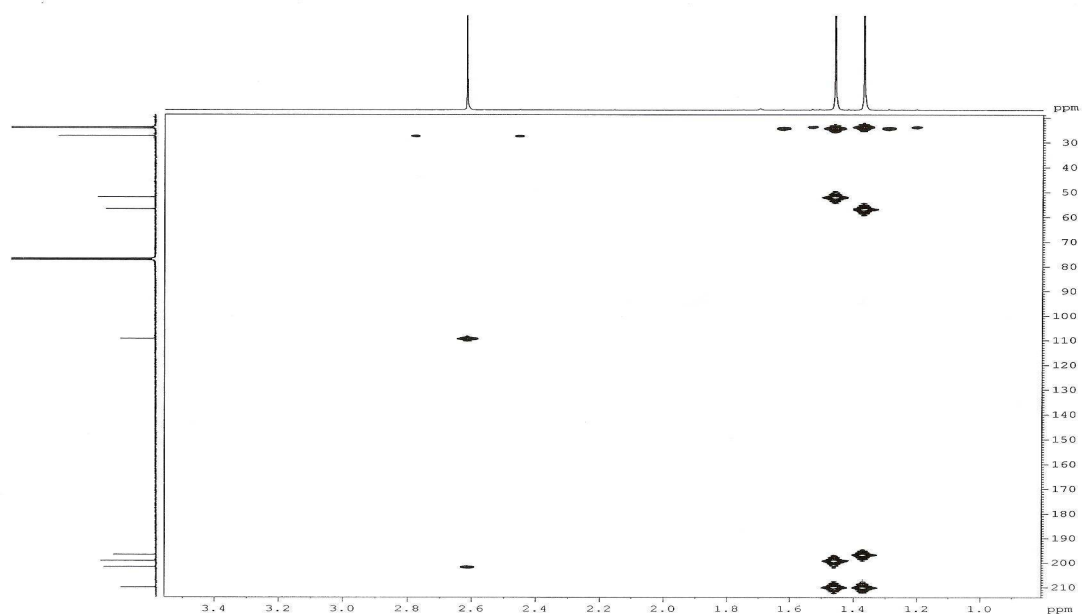
Ampliação do mapa de correlação HMBC ($J = 3,0$ Hz) dos cristais formados no hidrolato.



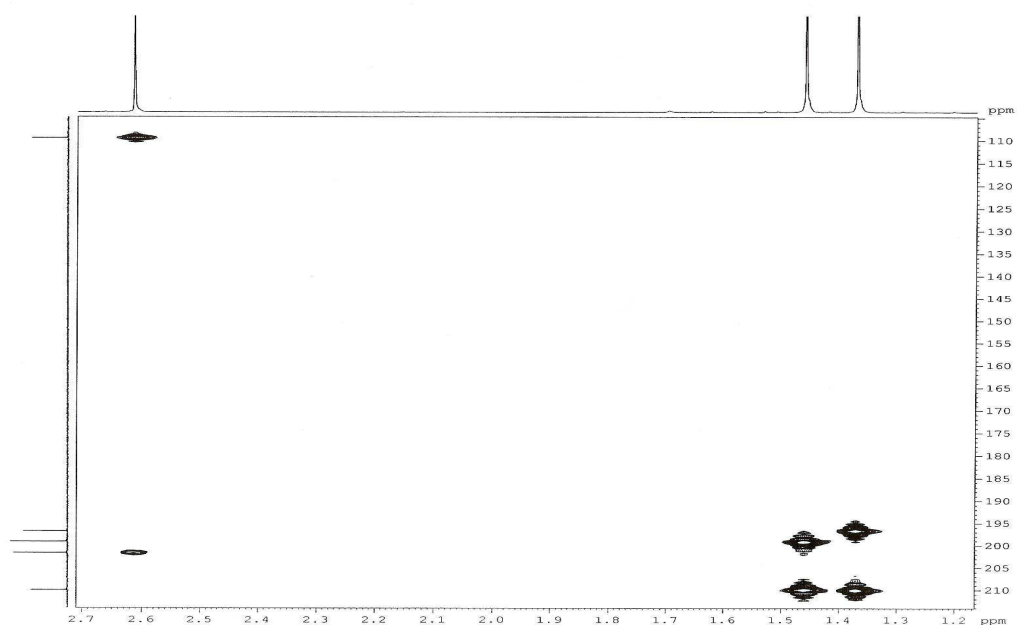
Ampliação do mapa de correlação HMBC ($J = 3,0$ Hz) dos cristais formados no hidrolato.



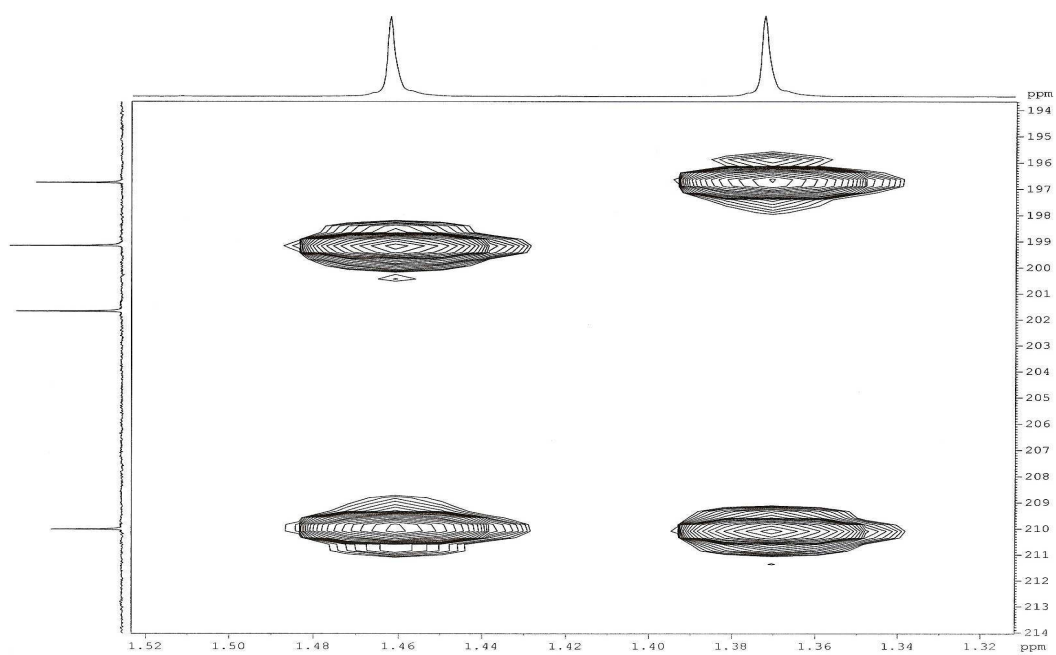
Ampliação do mapa de correlação HMBC ($J = 3,0$ Hz) dos cristais formados no hidrolato.



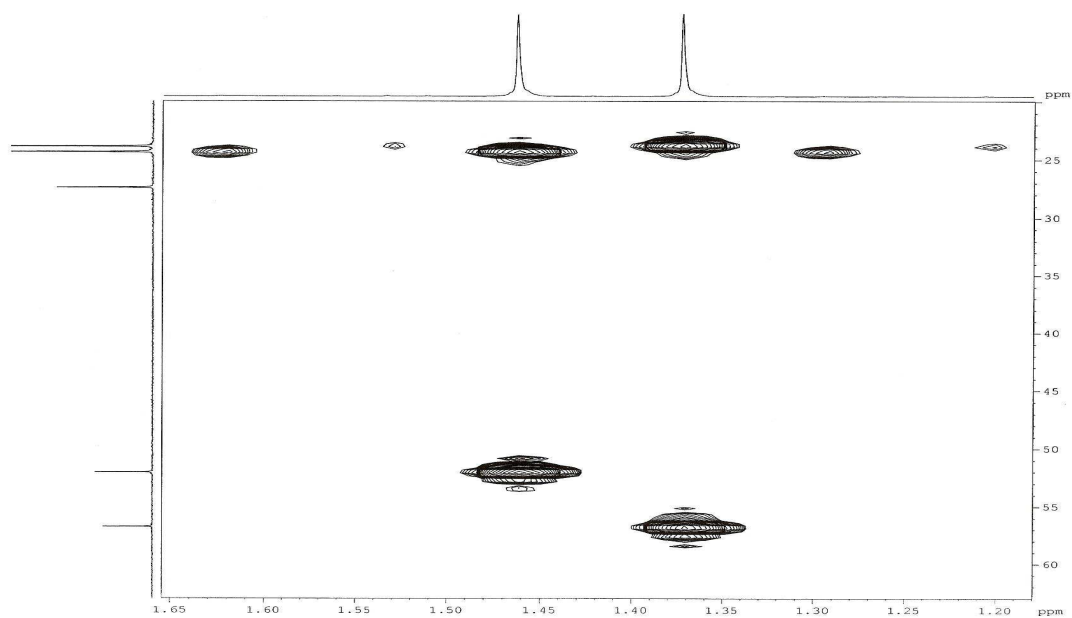
Ampliação do mapa de correlação HMBC ($J = 3,0$ Hz) dos cristais formados no hidrolato.



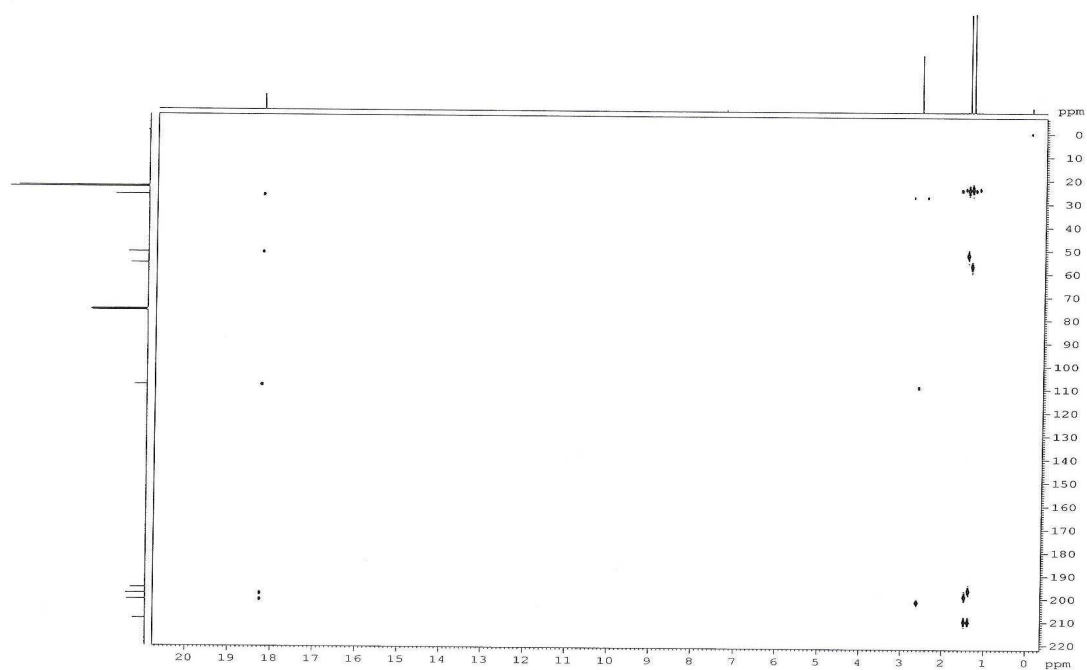
Ampliação do mapa de correlação HMBC ($J = 3,0$ Hz) dos cristais formados no hidrolato.



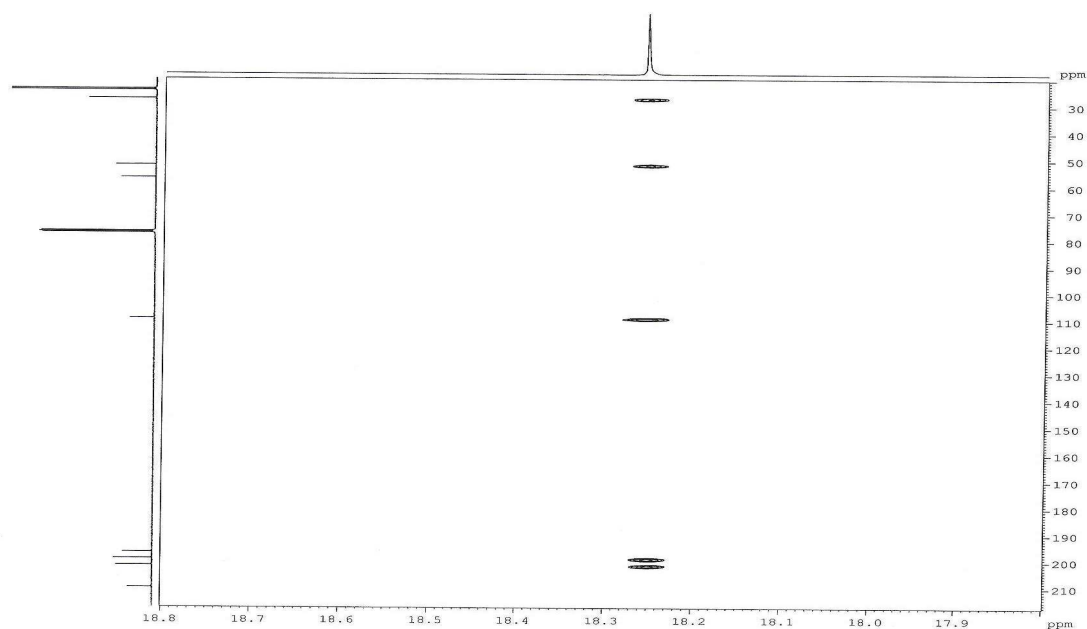
Ampliação do mapa de correlação HMBC ($J = 3,0$ Hz) dos cristais formados no hidrolato.



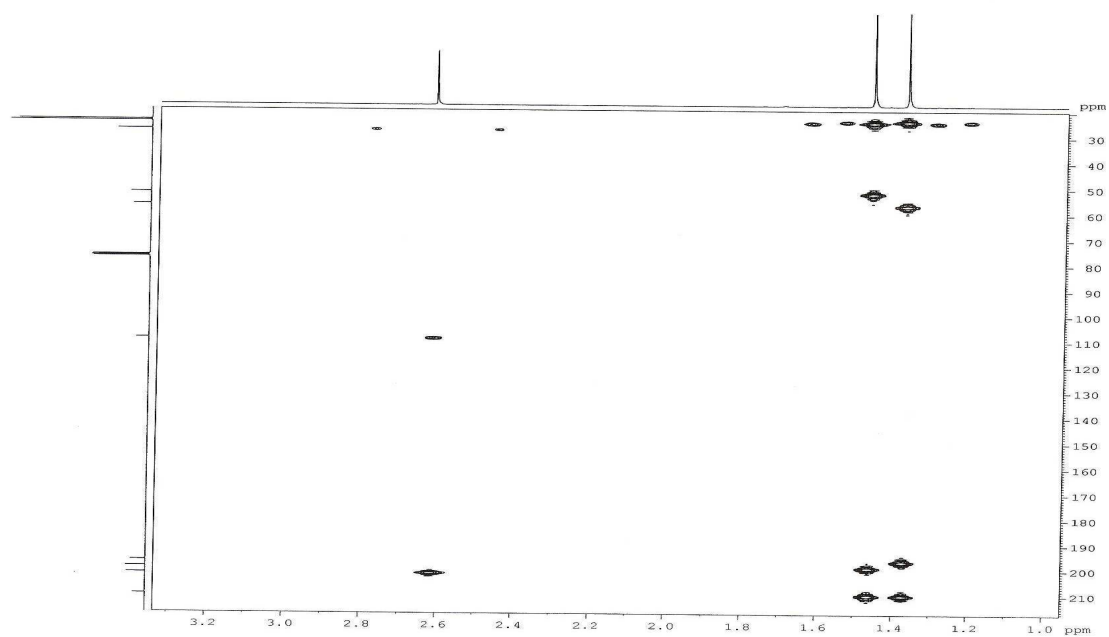
Ampliação do mapa de correlação HMBC ($J = 3,0$ Hz) dos cristais formados no hidrolato.



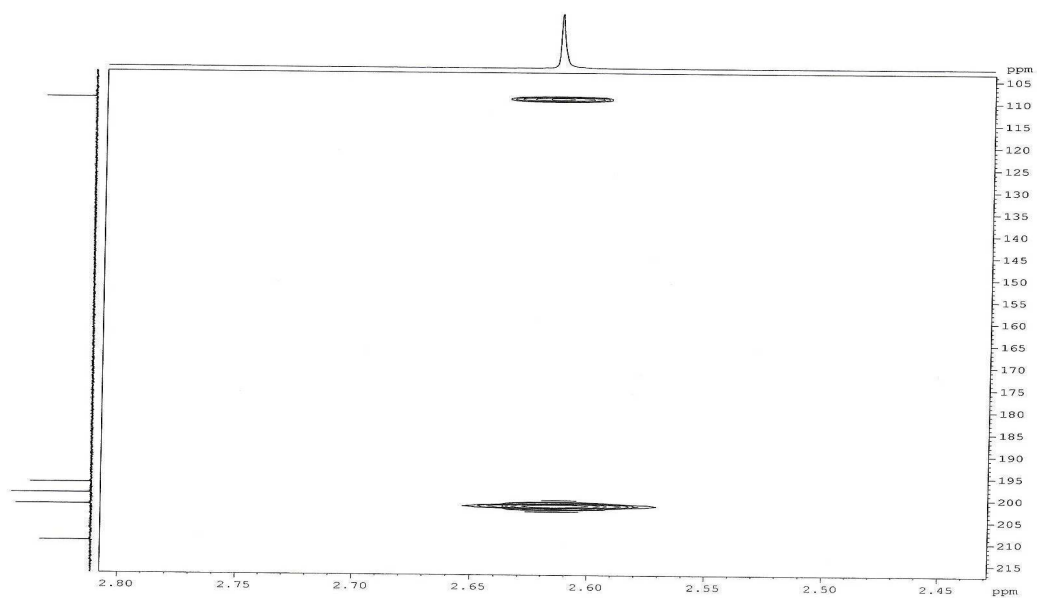
C-E9. Mapa de correlação HMBC ($J = 6,0$ Hz) dos cristais formados no hidrolato.



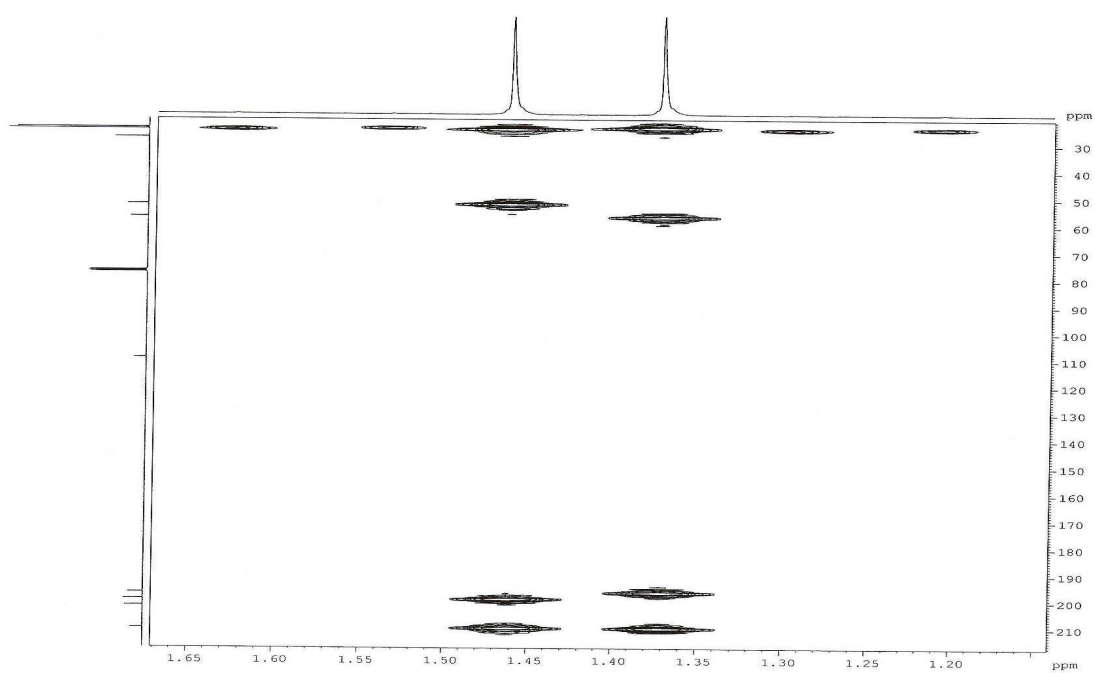
Ampliação do mapa de correlação HMBC ($J = 6,0$ Hz) dos cristais formados no hidrolato.



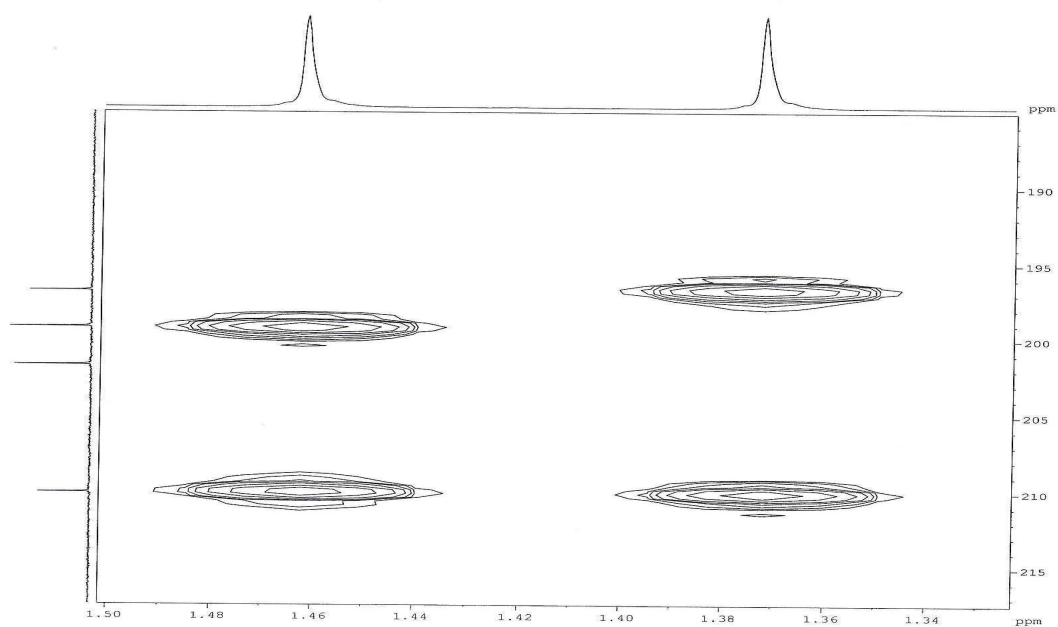
Ampliação do mapa de correlação HMBC ($J = 6,0$ Hz) dos cristais formados no hidrolato.



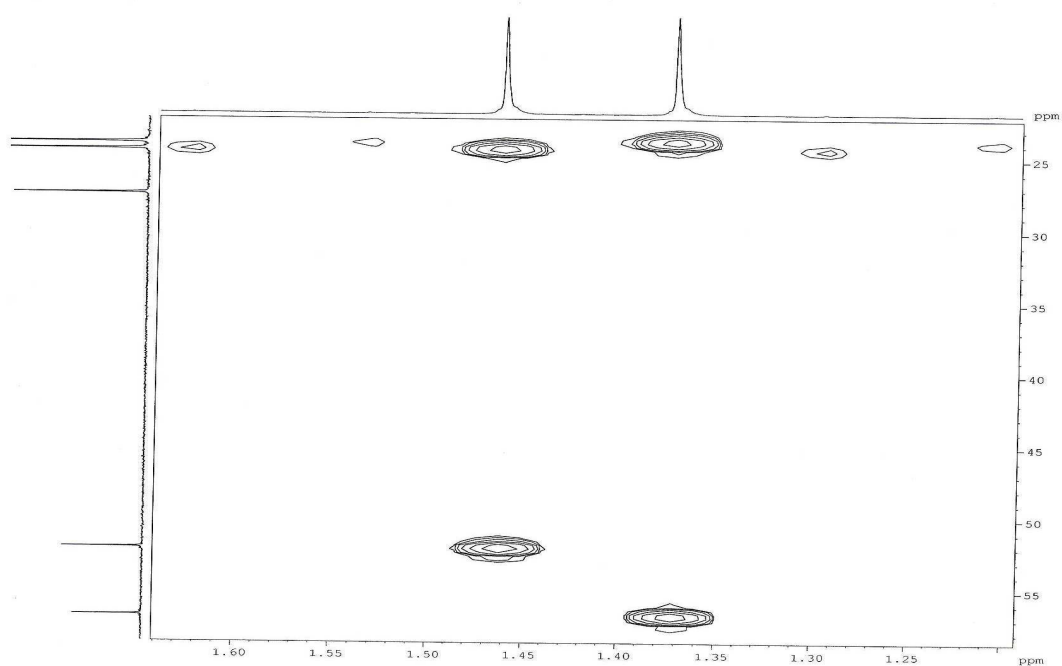
Ampliação do mapa de correlação HMBC ($J = 6,0$ Hz) dos cristais formados no hidrolato.



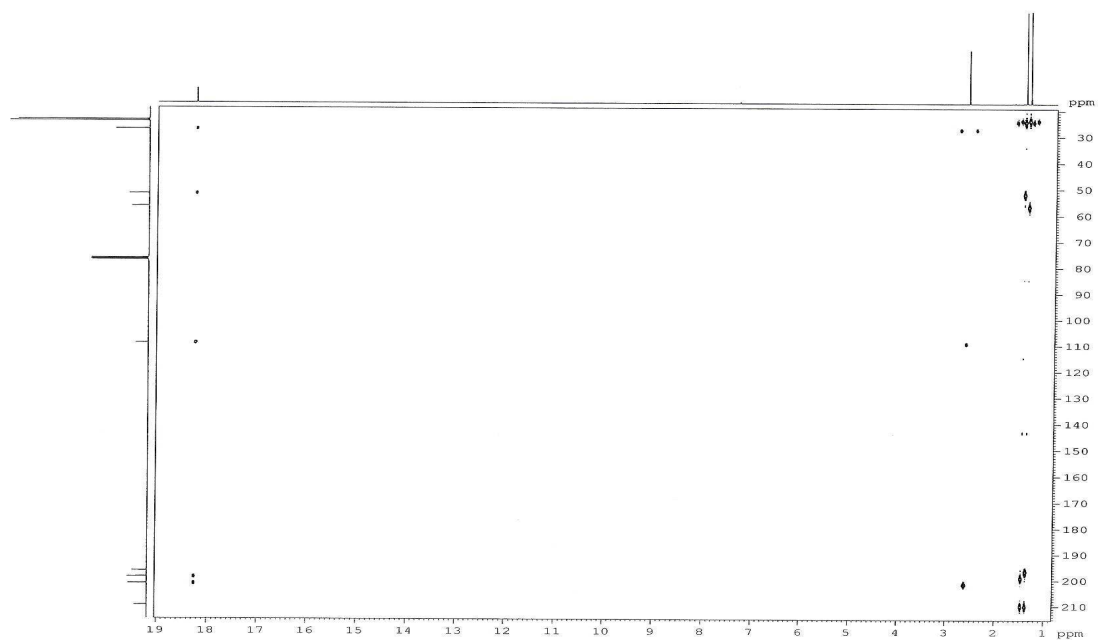
Ampliação do mapa de correlação HMBC ($J = 6,0$ Hz) dos cristais formados no hidrolato.



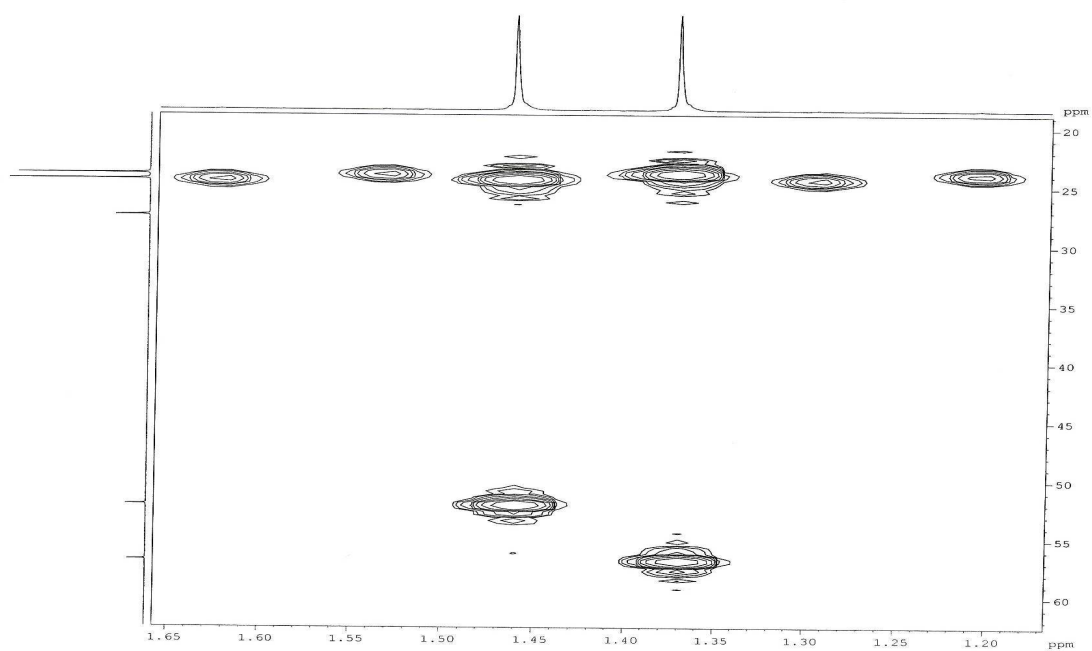
Ampliação do mapa de correlação HMBC ($J = 6,0$ Hz) dos cristais formados no hidrolato.



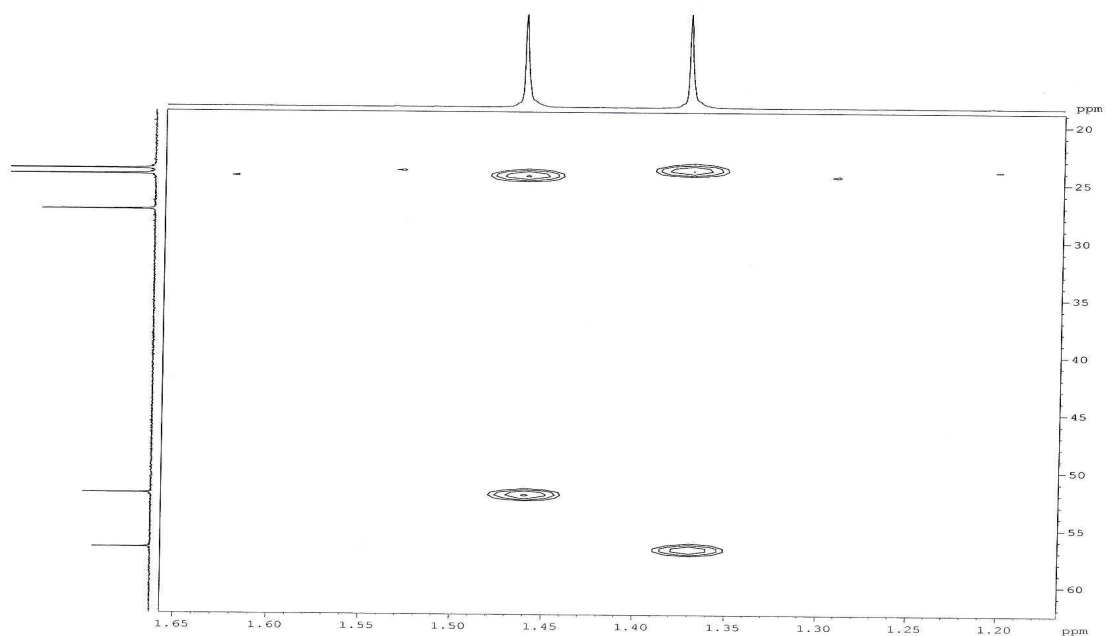
Ampliação do mapa de correlação HMBC ($J = 6,0$ Hz) dos cristais formados no hidrolato.



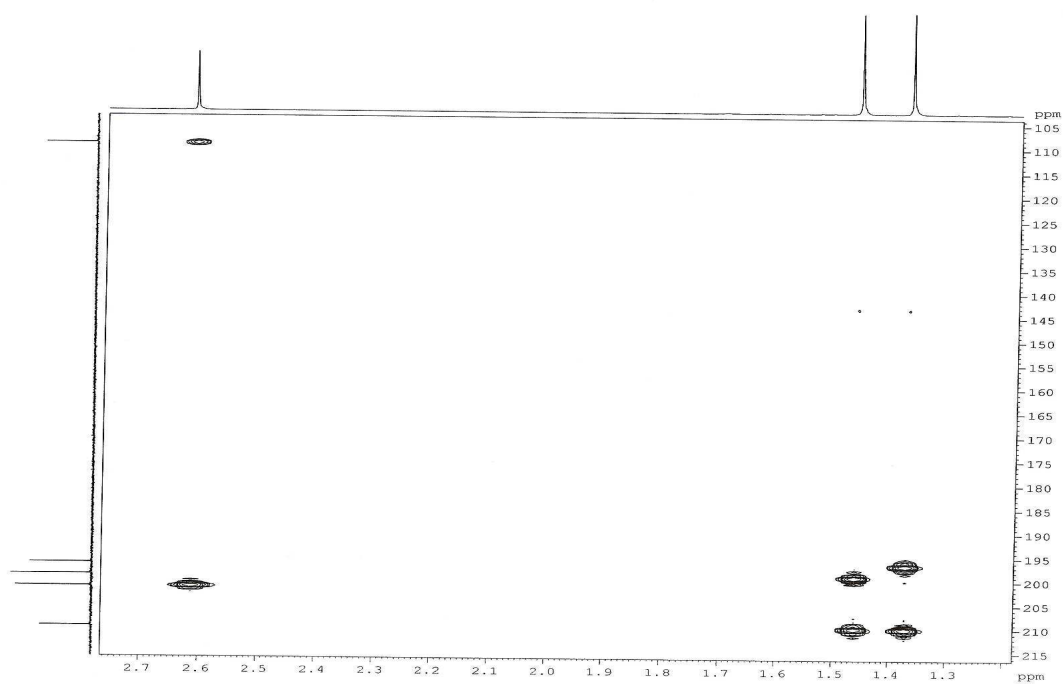
C-E10. Mapa de correlação HMBC ($J = 9,0$ Hz) dos cristais formados no hidrolato.



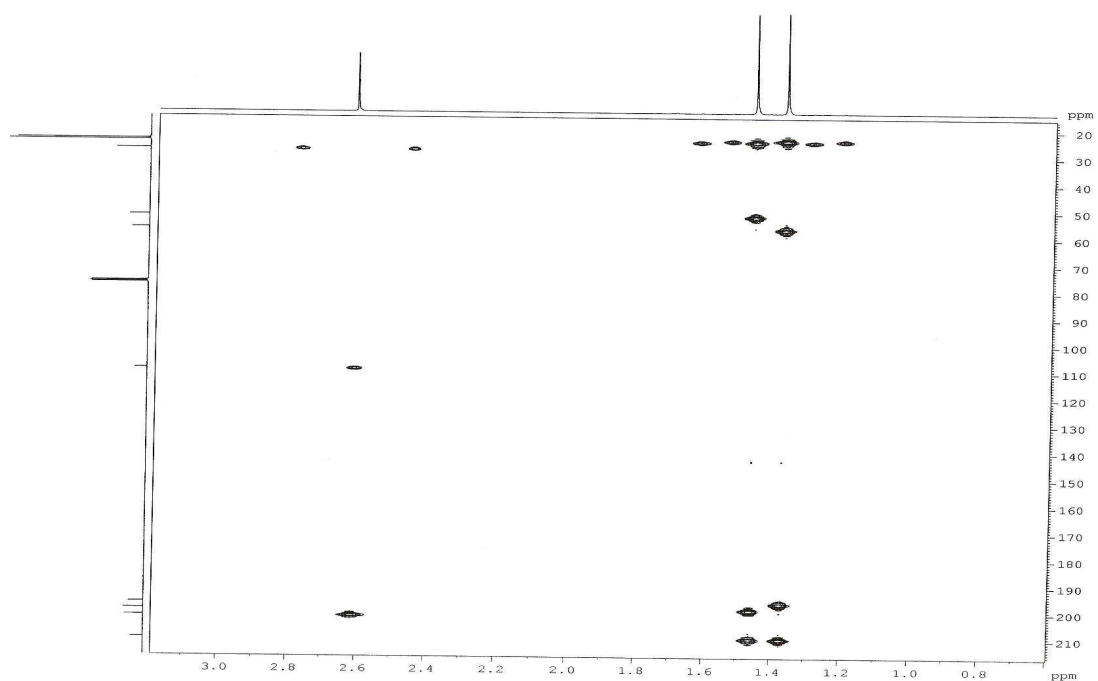
Ampliação do mapa de correlação HMBC ($J = 9,0$ Hz) dos cristais formados no hidrolato.



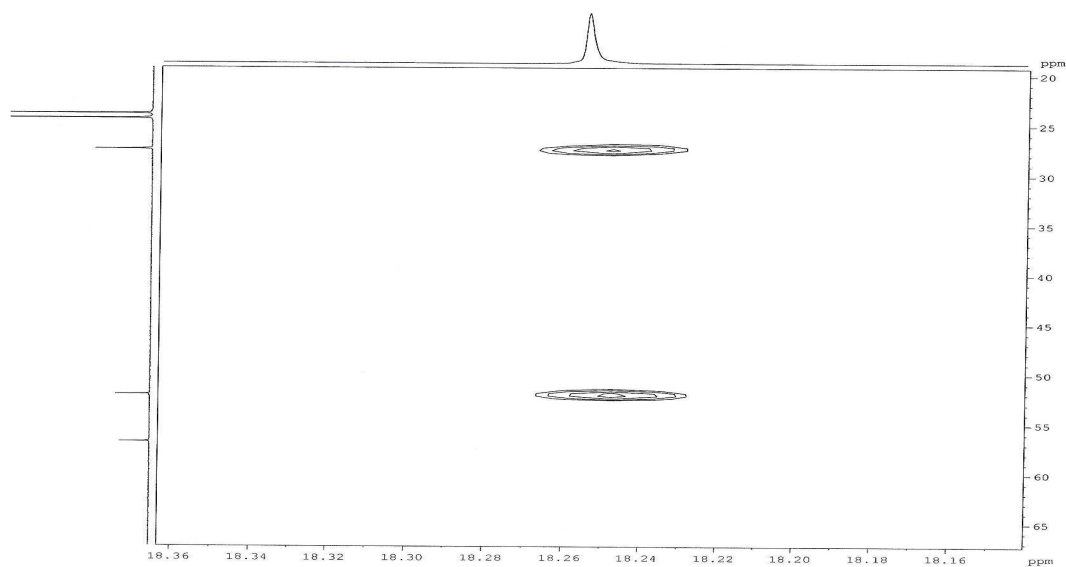
Ampliação do mapa de correlação HMBC ($J = 9,0$ Hz) dos cristais formados no hidrolato.



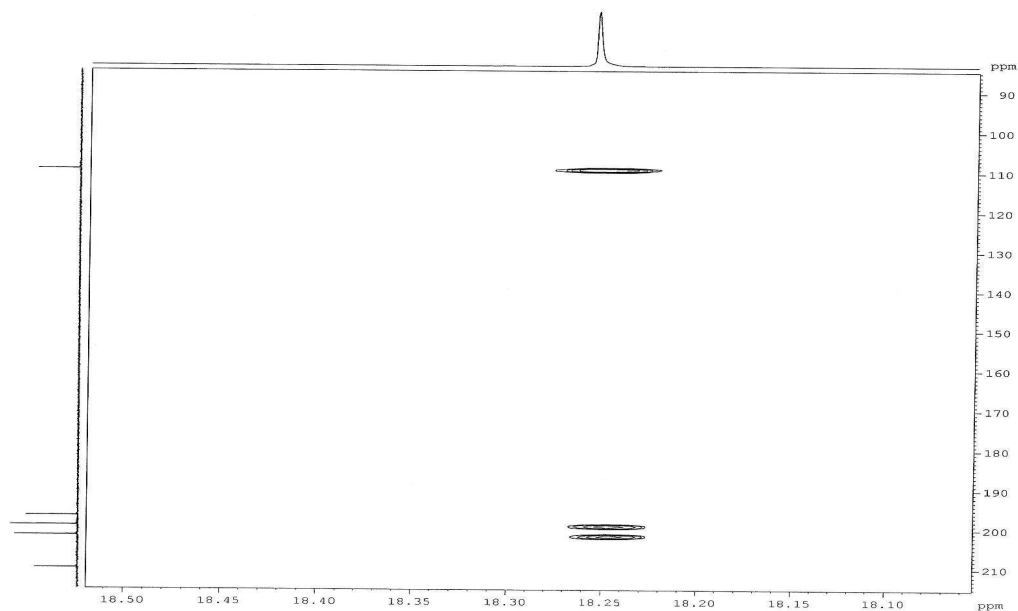
Ampliação do mapa de correlação HMBC ($J = 9,0$ Hz) dos cristais formados no hidrolato.



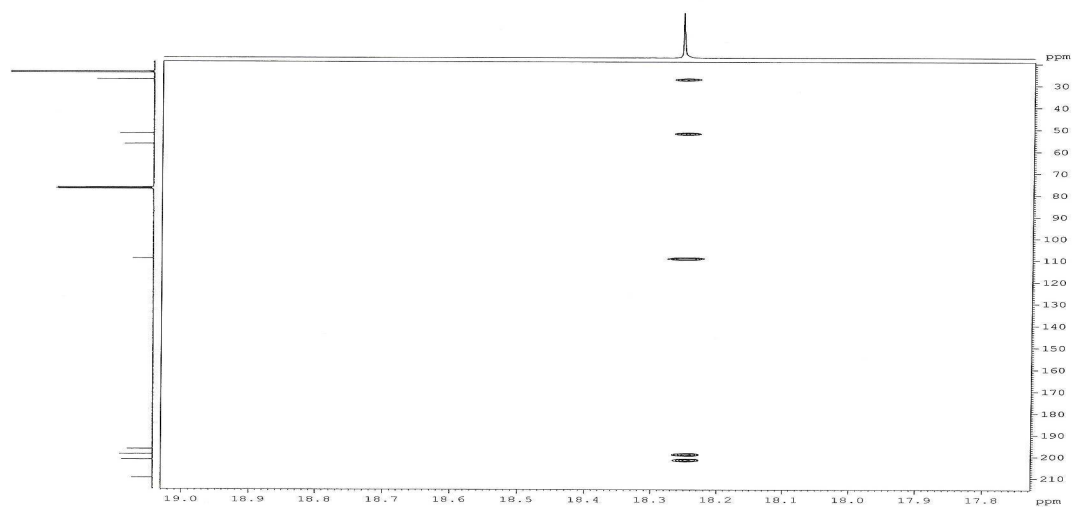
Ampliação do mapa de correlação HMBC ($J = 9,0$ Hz) dos cristais formados no hidrolato.



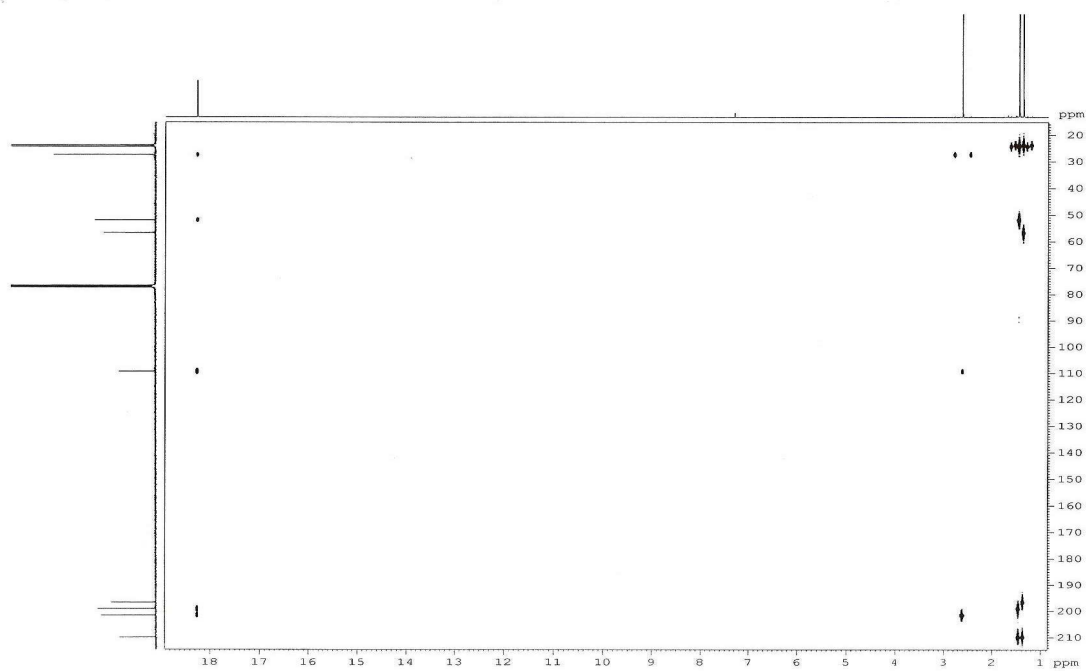
Ampliação do mapa de correlação HMBC ($J = 9,0$ Hz) dos cristais formados no hidrolato.



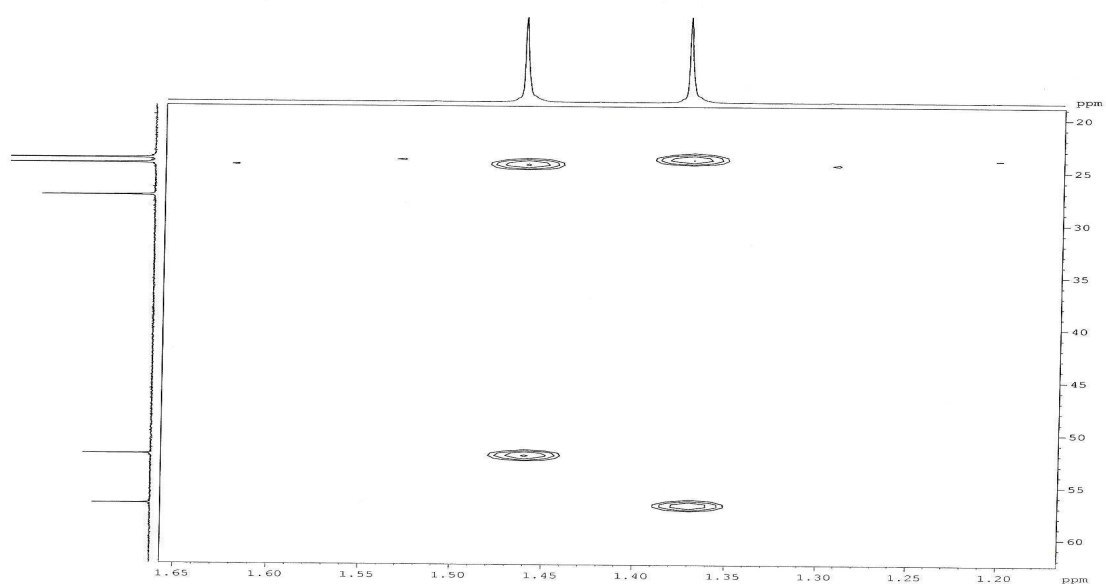
Ampliação do mapa de correlação HMBC ($J = 9,0$ Hz) dos cristais formados no hidrolato.



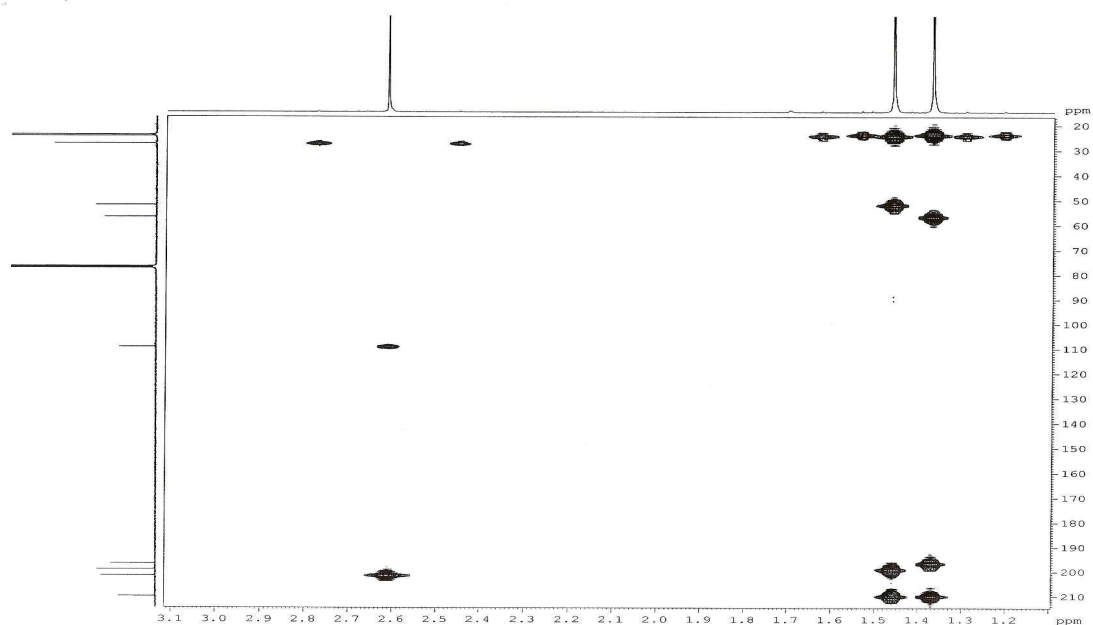
Ampliação do mapa de correlação HMBC ($J = 9,0$ Hz) dos cristais formados no hidrolato.



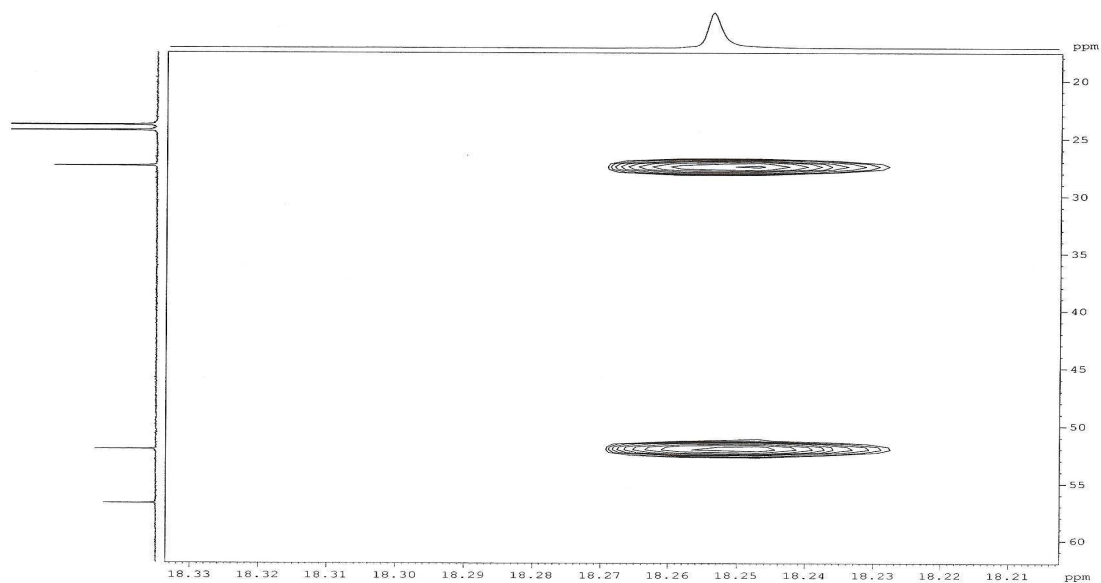
C-E11. Mapa de correlação HMBC ($J = 12,0$ Hz) dos cristais formados no hidrolato.



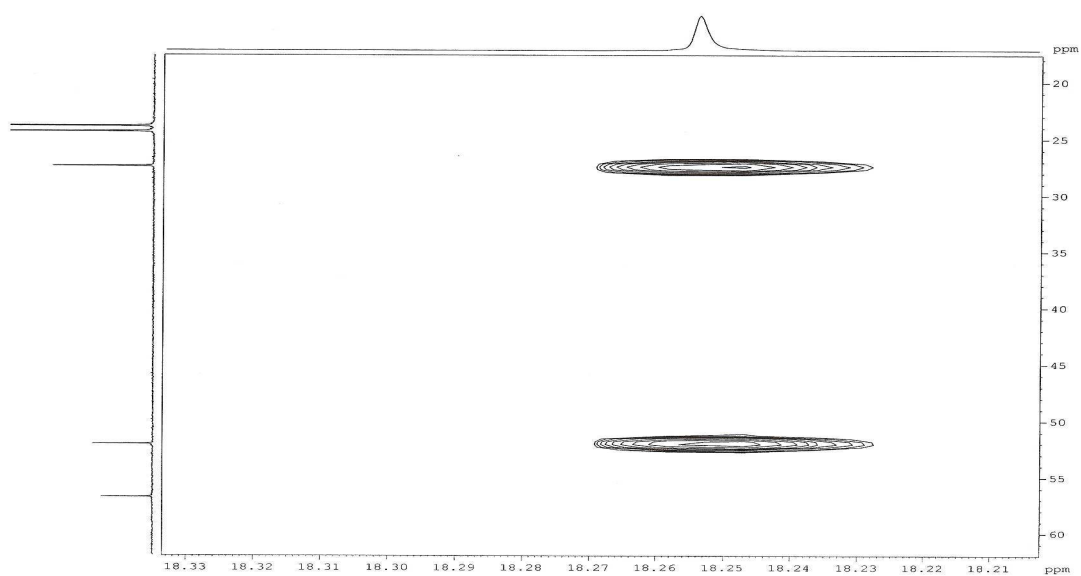
Ampliação do mapa de correlação HMBC ($J = 9,0$ Hz) dos cristais formados no hidrolato.



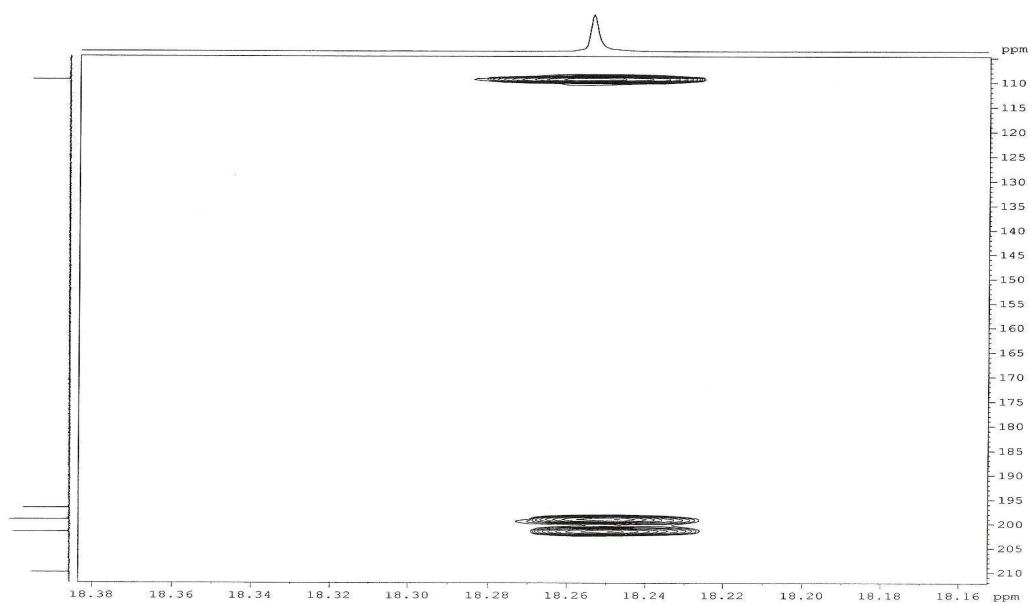
Ampliação do mapa de correlação HMBC ($J = 12,0$ Hz) dos cristais formados no hidrolato.



Ampliação do mapa de correlação HMBC ($J = 12,0$ Hz) dos cristais formados no hidrolato.



Ampliação do mapa de correlação HMBC ($J = 12,0$ Hz) dos cristais formados no hidrolato.



Ampliação do mapa de correlação HMBC ($J = 12,0$ Hz) dos cristais formados no hidrolato.

Livros Grátis

(<http://www.livrosgratis.com.br>)

Milhares de Livros para Download:

[Baixar livros de Administração](#)

[Baixar livros de Agronomia](#)

[Baixar livros de Arquitetura](#)

[Baixar livros de Artes](#)

[Baixar livros de Astronomia](#)

[Baixar livros de Biologia Geral](#)

[Baixar livros de Ciência da Computação](#)

[Baixar livros de Ciência da Informação](#)

[Baixar livros de Ciência Política](#)

[Baixar livros de Ciências da Saúde](#)

[Baixar livros de Comunicação](#)

[Baixar livros do Conselho Nacional de Educação - CNE](#)

[Baixar livros de Defesa civil](#)

[Baixar livros de Direito](#)

[Baixar livros de Direitos humanos](#)

[Baixar livros de Economia](#)

[Baixar livros de Economia Doméstica](#)

[Baixar livros de Educação](#)

[Baixar livros de Educação - Trânsito](#)

[Baixar livros de Educação Física](#)

[Baixar livros de Engenharia Aeroespacial](#)

[Baixar livros de Farmácia](#)

[Baixar livros de Filosofia](#)

[Baixar livros de Física](#)

[Baixar livros de Geociências](#)

[Baixar livros de Geografia](#)

[Baixar livros de História](#)

[Baixar livros de Línguas](#)

[Baixar livros de Literatura](#)
[Baixar livros de Literatura de Cordel](#)
[Baixar livros de Literatura Infantil](#)
[Baixar livros de Matemática](#)
[Baixar livros de Medicina](#)
[Baixar livros de Medicina Veterinária](#)
[Baixar livros de Meio Ambiente](#)
[Baixar livros de Meteorologia](#)
[Baixar Monografias e TCC](#)
[Baixar livros Multidisciplinar](#)
[Baixar livros de Música](#)
[Baixar livros de Psicologia](#)
[Baixar livros de Química](#)
[Baixar livros de Saúde Coletiva](#)
[Baixar livros de Serviço Social](#)
[Baixar livros de Sociologia](#)
[Baixar livros de Teologia](#)
[Baixar livros de Trabalho](#)
[Baixar livros de Turismo](#)