



**UNIVERSIDADE ESTADUAL DA PARAÍBA
CENTRO DE CIÊNCIAS BIOLÓGICAS E DA SAÚDE
PROGRAMA DE PÓS GRADUAÇÃO EM CIÊNCIAS FARMACÊUTICAS**

LAYLA MARIA NEVES SOARES

**CARACTERIZAÇÃO FÍSICO-QUÍMICA E FITOQUÍMICA DAS RAÍZES,
COMPOSIÇÃO QUÍMICA E NUTRICIONAL DOS FRUTOS DE *Cereus jamacaru*
D.C (CACTACEAE)**

CAMPINA GRANDE

2019

LAYLA MARIA NEVES SOARES

**CARACTERIZAÇÃO FÍSICO-QUÍMICA E FITOQUÍMICA DAS RAÍZES,
COMPOSIÇÃO QUÍMICA E NUTRICIONAL DOS FRUTOS DE *Cereus jamacaru*
D.C (CACTACEAE)**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós Graduação em Ciências Farmacêuticas da Universidade Estadual da Paraíba-UEPB como um dos requisitos para obtenção do título de Mestre em Ciências Farmacêuticas.

Orientador: Prof. Dr. Harley da Silva Alves

Co-orientadora: Prof.^a Dr.^a Flávia Carolina Alonso
Buriti

**CAMPINA GRANDE
2019**

E expressamente proibido a comercialização deste documento, tanto na forma impressa como eletrônica. Sua reprodução total ou parcial é permitida exclusivamente para fins acadêmicos e científicos, desde que na reprodução figure a identificação do autor, título, instituição e ano do trabalho.

S676c Soares, Layla Maria Neves.
Caracterização físico-química e fitoquímica das raízes,
composição química e nutricional dos frutos de *Cereus
jamacaru* D.C (Cactaceae) [manuscrito] / Layla Maria Neves
Soares. - 2019.
125 p. : il. colorido.
Digitado.
Dissertação (Mestrado em Ciências Farmacêuticas) -
Universidade Estadual da Paraíba, Centro de Ciências
Biológicas e da Saúde, 2019.
"Orientação : Prof. Dr. Harley da Silva Alves ,
Departamento de Farmácia - CCBS."
"Coorientação: Profa. Dra. Flávia Carolina Alonso Buriti ,
Departamento de Farmácia - CCBS."
1. Plantas medicinais. 2. Atividade antioxidante. 3.
Fenólicos totais. 4. Fitoquímica. I. Título
21. ed. CDD 615.321

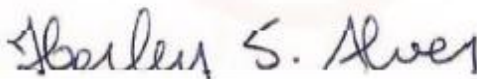
LAYLA MARIA NEVES SOARES

**CARACTERIZAÇÃO FÍSICO-QUÍMICA E FITOQUÍMICA DAS RAÍZES,
COMPOSIÇÃO QUÍMICA E NUTRICIONAL DOS FRUTOS DE *Cereus jamacaru*
D.C (CACTACEAE)**

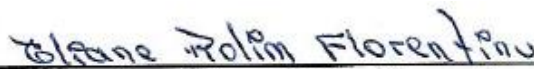
Dissertação apresentada ao Programa de Pós Graduação em Ciências Farmacêuticas da Universidade Estadual da Paraíba como requisito para obtenção do título de Mestre em Ciências Farmacêuticas.

Aprovado em: 07/08/2019

BANCA EXAMINADORA



Prof.º Dr.º Harley da Silva Alves
Orientador



Profa. Dra. Eliane Rolim Florentino

Examinadora interna



Prof.º Dr.º Vicente Carlos de Oliveira Costa
Examinador externo

AGRADECIMENTOS

A Deus, pela minha vida, por não me desamparar, por toda força recebida ao longo desta caminhada.

Aos meus avós Maria José de Paula (In memoriam) e Severino Neves, vocês são meus maiores exemplos de força e coragem, de amor, de doação, de sacrifício e de vencer na vida.

Aos meus pais Vandelson e Libania, por terem investido na minha educação, sempre me apoiando e me proporcionando o melhor. Por estarem ao meu lado em todos os momentos, por acreditarem em mim, pelo exemplo de força, perseverança e principalmente por terem sido meu grande suporte nesses 2 anos de mestrado. Sem vocês eu não teria conseguido. Eu amo muito vocês.

Ao meu querido esposo Túlio Soares, por entender, concordar, apoiar a distância e minha ausência. Pelo incentivo, paciência, pelas palavras de carinho e conforto nos (vários) momentos de estresse, e por até me acompanhar ao laboratório nas vezes que precisei. Muito obrigada.

Ao meu irmão Túlio, por sempre estar ao meu lado e por me ajudar quando precisei.

Ao professor Harley da Silva Alves, por ter aceitado a orientação, por todo apoio, conselho, ensinamento, ajuda na interpretação dos resultados e paciência ao longo desse trabalho.

A professora Flávia Carolina, por toda dedicação, exemplo, orientação e ajuda. Pelo empenho na pesquisa para obtenção dos melhores resultados.

Aos amigos que conquistei durante o mestrado: Sabrina, Widson e Lucas. Obrigada pela ajuda, pelo companheirismo, pelos conselhos e ajuda nas análises. Ninguém faz pesquisa sozinho.

Aos colegas da turma do mestrado, por terem compartilhado comigo as experiências da pós graduação.

Ao professor Vicente Carlos, pela parceria, por ceder os equipamentos para realização de alguns testes.

À equipe do Prosangue Diagnóstico por permitir que fosse possível conciliar os estudos e o trabalho, flexibilizando meus horários para a realização dos experimentos.

À UEPB pela possibilidade de acesso ao conhecimento, e por disponibilizar toda infra-estrutura necessária.

Ao CERTBIO e ao Laboratório de Armazenamento e Processamento de produtos agrícolas (LAPPA), ambos da UFCG, por trabalhar em parceria e realizar algumas análises.

Aos amigos: Isadora e Pablo, pelas palavras de carinho, amizade e incentivo, e por também me ajudarem em algumas análises.

Aos colegas do LAFIT, por dividirem comigo as pesquisas na fitoquímica, pela ajuda nos experimentos e pelo companheirismo.

A Arthur, Laiane e César, por me acompanharem e ajudarem nas análises realizadas na UFPB.

Aos professores do programa de Pós Graduação em Ciências Farmacêuticas da UEPB, pelos ensinamentos e pela contribuição para minha formação acadêmica.

As técnicas do Núcleo de Pesquisa e extensão em Alimentos (NUPEA), pela disponibilidade e prontidão para ajudar nas análises.

Aos professores da banca por aceitarem o convite e pela contribuição dada ao trabalho.

Muito obrigada!

Dedicatória

Aos meus pais Libania e Vandelson, por todo amor, incentivo
e suporte dado ao longo desse trabalho.

RESUMO

Devido à diversidade química estrutural de compostos bioativos obtidos de plantas, pesquisas são realizadas para uma melhor compreensão da aplicabilidade clínica desses compostos provenientes de produtos naturais. A espécie *Cereus jamacaru* D.C popularmente conhecida como mandacaru, é uma planta nativa da vegetação da caatinga e suas raízes tem uso popular no tratamento para Diabetes, cálculo renal e seus frutos podem constituir uma agradável fonte de alimento, principalmente nas épocas seca sendo importantes na alimentação local, como boa fonte nutricional. Assim, o objetivo desta pesquisa foi promover a caracterização físico química das raízes e frutos, análise termogravimétrica, microscopia eletrônica de varredura (MEV-EDS), espectroscopia no infravermelho com transformada de fourier (FTIR), análise da composição centesimal, teor de fenólicos totais e atividade antioxidante, como também isolamento e a identificação dos metabólitos secundários de *C. jamacaru*. A espécie foi coletada no município de Esperança, Paraíba. As raízes foram secadas em estufa com circulação de ar a 40 °C e, após a secagem, o material foi triturado e acondicionado em frasco hermeticamente fechado. Os frutos coletados foram despolidos e posteriormente congelados, até a realização das análises. Foi realizada, caracterização físico-química (perda por dessecação, teor de cinzas totais, determinação do potencial Hidrogeniônico-pH). Posteriormente, foi realizada a prospecção fitoquímica através da obtenção do extrato etanólico bruto (EEB) e do fracionamento desse extrato, por partição, obtendo-se as fases: hexânica, diclorometano, acetato de etila e butanólica. Também foi preparado um extrato hidroalcoólico da polpa (EHAP) e da casca (EHAC), que foi submetido ao processo de liofilização. Uma análise quantitativa foi feita para determinar os metabólitos secundários. Realizou-se também o isolamento por métodos cromatográficos: cromatografia em coluna, cromatografia em camada delgada e cromatografia líquida de alta eficiência (HPLC), além de identificação putativa por espectrometria de massas utilizando como padrão duas saponinas isoladas anteriormente das hastes de *C. jamacaru*. Na quantificação, obteve-se o teor de fenólicos totais nos frutos, que variou de 107,31 a 5.208,80 mg equivalentes de ácido gálico, GAE, 100 g⁻¹ e comparados com estudos que avaliaram outros frutos, sendo considerados como boas fontes de tais compostos. Considerando a capacidade antioxidante total (CAT) 79 - 138,18 g, são necessários, para capturar 1 g do radical, 1,1-difenil-2-picrilhidrazílicos (DPPH). Foi possível a caracterização estrutural de três compostos identificados como Cj-1 (N *trans*-feruloil tiramina), Cj-2 (1 metóxi 2,5 dihidroxi benzeno) e Cj-3 pelo método de espectroscopia de Ressonância Magnética Nuclear de hidrogênio, e, carbono uni e bidimensionais (RMN de ¹H e ¹³C), e identificação de seis compostos pela espectrometria de massas. Portanto, o presente trabalho contribui cientificamente no que se refere à identificação dos constituintes químicos e as propriedades nutricionais presentes nas raízes e frutos de *C. jamacaru* na perspectiva de apresentar a comunidade científica e a população em geral, esses resultados dessa planta considerada medicinal.

Palavras-chave: Plantas Medicinais. Cactaceae. Estudo fitoquímico. Fenólicos Totais.

ABSTRACT

Due to the structural chemical diversity of bioactive compounds obtained from plants, research is conducted to better understand the clinical applicability of substances from natural products. The species *Cereus jamacaru* DC popularly known as mandacaru, is a native plant of the caatinga vegetation and its roots have popular use in the treatment for diabetes, kidney stones and fruits can be a pleasant source of food, being important in local food, as good nutritional source. Thus, the objective of this research was to promote the physical chemical characterization of roots and fruits, thermogravimetric analysis, SEM-EDS, FTIR, analysis of centesimal composition, total phenolic content and antioxidant activity, as well as isolation and identification of secondary metabolites *C. Jamacaru*. The species was collected in the municipality of Esperança, Paraíba. The roots were dried in an oven with air circulation at 40 °C and, after drying; the material was crushed and packed in a hermetically sealed flask. The collected fruits were pulped and skin frozen until the analyzes were performed. Physicochemical characterization (loss by desiccation, total ash content, determination of Hydrogenionic potential-pH) was performed. Subsequently, the phytochemical prospecting was performed by obtaining the crude ethanolic extract (BSE) and fractionation of this extract by partition, obtaining the phases: hexane, dichloromethane, ethyl acetate and butanolic. A hydroalcoholic extract of pulp (PE) and skin (SE) was also prepared and subjected to the lyophilization process. A quantitative analysis was done to determine the secondary metabolites. Isolation was also performed by chromatographic methods: column chromatography, thin layer chromatography and high performance liquid chromatography (HPLC), as well as putative identification by mass spectrometry using two saponins previously isolated from *C. jamacaru* stems as standard. In the quantification, the total phenolic content of the fruits was obtained, which ranged from 107.31 to 5.208.80 mg equivalent of gallic acid, GAE, 100 g⁻¹ and compared with studies that evaluated other fruits, being considered as good sources of such compounds. Considering the total antioxidant capacity (CAT) 79 - 138.18 g, it is necessary to capture 1 g of the 1.1-diphenyl-2-picrylhydrazyl radical (DPPH). It was possible the structural characterization of three compounds identified as Cj-1 (N-trans feruloyl tyramine), Cj-2 (1 methoxy 2, 5 dihydroxy benzene) and Cj-3 by the hydrogen Nuclear Magnetic Resonance spectroscopy method. , e, one and two-dimensional carbon (¹H and ¹³C NMR), and identification of six compounds by mass spectrometry. Therefore, the present work contributes scientifically regarding the identification of chemical constituents and nutritional properties present in roots and fruits of *C. jamacaru* in order to present the scientific community and the general population, these results of this plant considered medicinal.

Keywords: Medicinal Plants. Cactaceae. Phytochemical study. Total phenolics.

LISTA DE TABELAS

Tabela 1	Classes de compostos fenólicos presentes nas plantas.....	36
Tabela 2	Classes de alcaloides sintetizados pelas plantas	37
Tabela 3	Fracionamento cromatográfico da fase diclorometano das raízes de <i>C. jamacaru</i>	55
Tabela 4	Composição centesimal e parâmetros nutricionais dos frutos de <i>C. jamacaru</i>	77
Tabela 5	Valores encontrados para análises físico química do fruto de <i>C. jamacaru</i>	80
Tabela 6	Conteúdo de fenólicos totais, percentual de inibição do radical DPPH, EC ₅₀ e capacidade antioxidante total das amostras (polpa e casca) do mandacaru.....	82
Tabela 7	Resultados encontrados para triagem fitoquímica preliminar de <i>C. jamacaru</i>	85
Tabela 8	Teor de compostos bioativos presentes nos extratos EEB, FAcOEt, FCH ₂ Cl ₂ , Fhex, EHAP dos frutos e das raízes do mandacaru.....	86
Tabela 9	Porcentagem do sequestro de radicais livres (SRL%) da fração F95.....	87
Tabela 10	Porcentagem da capacidade de atividade antioxidante total.....	98
Tabela 11	Atribuições dos sinais de ¹ H e ¹³ C para o composto Cj-1.....	90
Tabela 12	Atribuições dos sinais de ¹ H para o composto Cj-2.....	95
Tabela 13	Atribuições dos sinais de RMN de ¹ H e ¹³ C uni e bidimensionais para Cj-3.....	98

LISTA DE FLUXOGRAMAS

Fluxograma 1 Fluxograma geral de obtenção do EEB e fases particionadas das raízes de <i>C. jamacaru</i>	51
Fluxograma 2 Fracionamento cromatográfico da fase diclorometano.....	56
Fluxograma 3 Fluxograma geral de obtenção da fração C1.5F5 até isolamento de Cj-3.....	60

LISTA DE QUADROS E FIGURAS

Quadro 1	Partes utilizadas de <i>Cereus jamacaru</i> (mandacaru) na medicina popular.....	32
Figura 1	Haste e fruto do mandacaru.....	30
Figura 2	Distribuição geográfica e ocorrências registradas do Gênero <i>Cereus jamacaru</i>	31
Figura 3	Redução do radical livre DPPH.....	38
Figura 4	Evaporador rotativo	41
Figura 5	Extrato etanólico bruto do mandacaru.....	42
Figura 6	Frutos do mandacaru: casca e polpa.....	42
Figura 7	Cromatograma da fração C1.5F5.....	57
Figura 8	Estrutura de Jamacarusídeo B.....	59
Figura 9	Espectro de infravermelho obtido da raiz de <i>C. jamacaru</i>	68
Figura 10	Curva termogravimétrica (TG) da droga vegetal de <i>C. jamacaru</i>	69
Figura 11	Curva térmica diferencial (DTA) da droga vegetal de <i>C. jamacaru</i>	71
Figura 12	Microscopia eletrônica de varredura (MEV) da droga vegetal de <i>C. jamacaru</i> . Aumentos: 500x, 3000x e 5000x.....	70
Figura 13	MEV pontual. Pontos selecionados da droga vegetal. Aumento 3000x.....	71
Figura 14	MEV pontual. Pontos selecionados da droga vegetal. Aumento 5000x.....	71
Figura 15	Espectroscopia de energia dispersiva do 1º, 2º e 3º ponto da droga vegetal de <i>C. jamacaru</i>	72
Figura 16	Espectroscopia de energia dispersiva do 1º, 2º e 3º ponto do extrato da polpa de <i>C. jamacaru</i>	73
Figura 17	Espectroscopia de energia dispersiva do 1º, 2º e 3º ponto do extrato da casca de <i>C. jamacaru</i>	73
Figura 18	Espectro de infravermelho obtido do extrato da polpa de <i>C. jamacaru</i>	75
Figura 19	Espectro de infravermelho obtido do extrato da casca de <i>C. jamacaru</i>	76
Figura 20	N- <i>trans</i> - feruloil tiramina.....	90
Figura 21	Espectro de RMN de ¹ H (acetona-d ₆ , 400 MHz) de Cj-1.....	91

Figura 22	Expansão do espectro de RMN de ^1H (acetona- d_6), 400 MHz de Cj-1 na região de 6,35 a 7,15 ppm.....	92
Figura 23	Expansão do espectro de RMN de ^1H (acetona- d_6 , 400 MHz) de Cj-1 na região de 2,5 a 4,0 ppm.....	93
Figura 24	Espectro de RMN de ^{13}C (acetona- d_6 , 100 MHz) de Cj-1.....	94
Figura 25	Cj-2 (1 metóxi 2,5 dihidroxi benzeno).....	95
Figura 26	Espectro de RMN de ^1H (acetona- d_6 , 400 MHz) de Cj-2.....	96
Figura 27	Expansão do espectro de RMN de ^1H (acetona- d_6 , 400 MHz) de Cj-2 na região de 6,0 a 7,5 ppm.....	97
Figura 28	Estrutura de Cj-3.....	100
Figura 29	Espectro de RMN de ^1H (metanol- d_4 , 400 MHz) de Cj-3.....	99
Figura 30	Expansão do espectro de RMN de ^1H (metanol- d_4 , 400 MHz) de Cj-3 na região de 8,53 até 7,00 ppm.....	100
Figura 31	Mapa de contorno HMBC – ^1H x ^{13}C de Cj-3.....	100
Figura 32	Mapa de contorno HMQC – ^1H x ^{13}C de Cj-3.....	102
Figura 33	Rede molecular do EEB analisada no GNPS.....	103
Figura 34	Proposta das principais fragmentações para justificar os picos no ESI-MS, a partir da estrutura do composto 1.....	104
Figura 35	Mecanismo de fragmentação sugerido para os principais picos no ESI-MS...105	105
Figura 36	Mecanismo de fragmentação sugerido em duas etapas, para os principais picos no ESI-MS.....	105
Figura 37	Espectro de massas do composto 1.....	106
Figura 38	Espectro de massas do composto 2.....	106
Figura 39	Espectro de massas do composto 3.....	107
Figura 40	Espectro de massas do composto 4.....	107
Figura 41	Espectro de massas do composto 5.....	108
Figura 42	Estruturas dos compostos de 1 a 5.....	109

LISTA DE ABREVIATURAS, SIGLAS E FÓRMULAS

AAT- Atividade antioxidante total

AcOEt – Acetato de etila

AG- Ácido gálico

APT- “Attached Proton Teste”

BHT- butil Hidroxitolueno

BU- Base úmida

BS- Base seca

CAT- Capacidade antioxidante total

CCDA- Cromatografia em camada delgada analítica

C.- Cereus

CH₂Cl₂ – Diclorometano

CLAE- Cromatografia líquida de alta eficiência

CL₅₀- Concentração letal

CL-ESI-EM – Cromatografia Líquida acoplado a Espectrometria de Massas com fonte Eletrospray

d- Dupleto

dd- Duplo dupleto

DPPH - 2,2-difenil-1-picril-hidrazila

EDS- Espectroscopia de energia dispersiva

EEB- Extrato etanólico bruto

EHA- Extrato hidroalcoólico

ESI- Ionização por electrospray

FCH₂Cl₂- Fase diclorometano

Fhex- Fase hexânica

FP- frações particionadas

GNPS- The Global Natural Product Social Molecular Networking

IV- Infravermelho

J- Constante de acoplamento

LMCA- Laboratório Multiusuário de Caracterização e Análises

M- Molar

MeOH- Metanol

MHz- Megahertz

Na₂CO₃- Bicarbonato de sódio

RMN – Ressonância Magnética Nuclear

SRL- Sequestro de radicais livres

SST- Sólidos solúveis totais

s- Singleto

t- Tripleto

δ_H - Deslocamento químico de hidrogênio

δ_c - Deslocamento químico de carbono

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	23
2	OBJETIVOS	25
2.1	Objetivo geral	25
2.2	Objetivos específicos	25
3	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	27
3.1	Plantas medicinais	27
3.2	Considerações sobre a família Cactaceae	28
3.3	Constituintes químicos das Cactaceae	29
3.4	Gênero <i>Cereus</i>	29
3.5	<i>Cereus jamacaru</i>	29
3.6	Frutos do mandacaru	32
3.7	Metabólitos secundários	34
3.7.1	<i>Polifenóis</i>	34
3.7.2	<i>Saponinas</i>	36
3.7.3	<i>Alcaloides</i>	37
3.8	Atividade antioxidante	37
3.9	Espectrometria de massas	39
4	MATERIAL E MÉTODOS	41
4.1	Coleta do material botânico	41
4.2	Obtenção e processamento do extrato bruto	41
4.3	Caracterização físico-química dos frutos e raízes	43
4.3.1	<i>Perda por dessecação por secagem direta em estufa a 105 °C</i>	43
4.3.2	<i>Perda por dessecação por secagem em estufa a vácuo a 70 °C</i>	43
4.3.3	<i>Atividade de água</i>	44
4.3.4	<i>Teor de cinzas totais</i>	44
4.3.5	<i>Acidez titulável por volumetria com indicador</i>	44
4.3.6	<i>Análise termogravimétrica (TG) e análise térmica diferencial (DTA) da droga vegetal</i>	45
4.3.7	<i>Perfil espectroscópico na região de infravermelho com transformada de Fourier (FTIR) da droga vegetal e dos extratos liofilizados</i>	45
4.3.8	<i>Microestrutura da droga vegetal e dos extratos</i>	45

4.3.9	<i>Determinação do pH do fruto</i>	45
4.4	Análise da composição centesimal dos frutos	46
4.4.1	<i>Análise de fibra alimentar</i>	46
4.4.2	<i>Proteínas</i>	46
4.4.3	<i>Determinação de lipídios por Folch</i>	47
4.4.4	<i>Determinação de lipídios por Soxhlet</i>	47
4.4.5	<i>Determinação do teor de Ácido ascórbico pelo método de Tillmans</i>	48
4.4.6	<i>Determinação de sólidos solúveis por refratometria</i>	48
4.5	Extração de fenólicos para análise do teor fenólico total e capacidade antioxidante dos frutos	49
4.5.1	<i>Análise de fenólicos totais</i>	49
4.5.2	<i>Ensaio DPPH e Cálculo da Capacidade antioxidante</i>	49
4.6	Prospecção fitoquímica	51
4.6.1	<i>Fracionamento do extrato etanólico bruto</i>	51
4.7	Screening fitoquímico preliminar	52
4.7.1	<i>Testes que utilizam água destilada como solvente</i>	52
4.7.1.1	Saponinas	52
4.7.1.2	Polissacarídeos.....	52
4.7.1.3	Taninos e fenólicos totais	52
4.7.2	<i>Testes que utilizam metanol (MeOH) como solvente</i>	53
4.7.2.1	Flavonoides.....	53
4.7.3	<i>Testes que utilizam clorofórmio como solvente</i>	53
4.7.3.1	Esteroides e triterpenoides	53
4.7.4	<i>Outros testes realizados</i>	53
4.7.4.1	Alcaloides	53
4.7.5	<i>Métodos cromatográficos usados para o isolamento dos compostos químicos de C. jamaru</i>	54
4.7.6	<i>Processamento cromatográfico da fração C1.5F5 por CLAE</i>	56
4.8	Análise de saponinas por CLAE-EM	57
4.8.1	<i>Solventes e padrões</i>	57
4.8.2	<i>Condições de análises</i>	57
4.8.3	<i>Rede molecular</i>	58
4.8.4	<i>Cromatografia líquida de alta eficiência (CLAE)</i>	59

4.9	Métodos espectroscópicos	61
4.9.1	<i>Espectroscopia de Ressonância Magnética Nuclear (RMN)</i>	61
4.9.2	<i>Espectroscopia de massas (MS)</i>	61
4.10	Quantificação de metabólitos secundários	61
4.10.1	<i>Teor de polifenóis totais</i>	62
4.10.2	<i>Teor de flavonoides</i>	62
4.10.3	<i>Teor de taninos condensados</i>	63
4.11	Atividade antioxidante	63
4.11.1	<i>Sequestro do radical DPPH (2,2-difenil-1-picril-hidrazil).....</i>	63
4.11.2	<i>Atividade antioxidante total (ATT).....</i>	64
5	RESULTADOS E DISCUSSÕES	67
5.1	Caracterização físico-química da droga vegetal.....	67
5.1.1	<i>Perda por dessecação</i>	67
5.1.2	<i>Teor de cinzas.....</i>	67
5.1.3	<i>Espectro de Infravermelho com Transformada de Fourier (FTIR) de C. jamaru .</i>	67
5.1.4	<i>Análise termogravimétrica (TG) e Análise térmica diferencial da droga vegetal.....</i>	68
5.1.5	<i>Microscopia eletrônica de varredura (MEV)/ EDS da droga vegetal e dos frutos de C. jamaru.</i>	70
5.2	Composição centesimal	77
5.3	Fenólicos totais e atividade antioxidante dos frutos.....	82
5.4	Screening fitoquímico preliminar	85
5.5	Quantificação de metabólitos secundários	86
5.6	Atividade antioxidante: sequestro do radical DPPH das fases	86
5.7	Atividade antioxidante total da fase	87
5.8	Compostos isolados.....	89
5.8.1	<i>Identificação de Cj-1</i>	89
5.8.2	<i>Identificação de Cj-2</i>	95
5.8.3	<i>Identificação de Cj-3</i>	98
5.9	Espectroscopia de massas e Rede molecular.....	103
6	CONSIDERAÇÕES FINAIS.....	111
	REFERÊNCIAS	112

1 INTRODUÇÃO

As cactáceas são verdadeiros patrimônios culturais de alguns ambientes, com destaque nas regiões áridas e semiáridas, compondo a abundante flora e economia (TAYLOR; ZAPPI, 2004). Trata-se de uma planta terrestre, com hábito arbóreo e relatos de epifitismo eventual (MENESES et al., 2011).

Cereus jamacaru D.C. é um cacto, pertencendo a família Cactaceae. Popularmente conhecido como mandacaru, cresce em solos pedregosos e junto a outras espécies de cactáceas, forma a paisagem típica da região semiárida do Nordeste (SILVA; ALVES, 2009), sendo amplamente utilizada pela população desta região na construção civil, como cimento, na cura ou amenização de doenças, para alimentação de bovinos, caprinos e ovinos e também para ornamentação (SALES et al., 2014). Segundo Rocha e Agra (2002) o mandacaru pode atingir de 3 a 7 m de altura e possui caule cheio de espinhos rígidos, contendo grande quantidade de água, sendo assim utilizada nos períodos de seca prolongada.

Essa espécie é geralmente encontrada em Caatinga do Nordeste do Brasil. Neste bioma, o *C. jamacaru* D.C. é uma espécie chave para a sustentabilidade e conservação da biodiversidade (CAVALCANTI; RESENDE, 2006). É um cacto colunar ramificado e com flores brancas. Os frutos são grandes, alaranjados ou avermelhados, com polpa mucilaginosa branca, nos quais se encontram inúmeras sementes insípidas, de cor preta e bem pequenas, possuem forma elíptica, tem aroma suave, é comestível e tem sabor adocicado (MEIADO et al., 2010).

O fruto do mandacaru mostra grande potencial para aproveitamento industrial, por apresentar teores elevados de sólidos totais e açúcares totais, constituintes importantes em processos biotecnológicos, como, por exemplo, em fermentação alcoólica (ALMEIDA et al., 2011).

Como planta medicinal utiliza-se a raiz, sob forma de infuso, sendo aplicada no tratamento de doenças respiratórias, digestivas, hepáticas e renais. A polpa do caule, misturada ao açúcar, é usada no tratamento de úlceras (AGRA et al., 2007).

Na Bahia, um estudo importante citando o uso de cactáceas na medicina popular registrou a utilização de chás das raízes de *C. jamacaru* D.C. para tratar infecções urinárias (ANDRADE, MARQUES; ZAPPI, 2006).

O uso de extratos vegetais para uso medicinal é uma das formas mais antigas de práticas medicinais da humanidade, e nele pode-se identificar a presença de metabólitos

(GONÇALVES, FILHO, MENEZES, 2005), onde os metabólitos secundários são substâncias que, na maioria das vezes, exercem fatores de interação entre organismos e desta maneira, de modo frequente apresentam diversas atividades biológicas de interesse e farmacologicamente importantes (SIMÕES et al., 2003).

Estudos fitoquímicos sobre as espécies de Cactaceae têm relatado a presença de flavonoides, tais como quercetina, rutina e campferol, bem como a atividade antioxidante de várias espécies. Nas plantas, esta atividade está relacionada com a presença de moléculas fenólicas tais como os flavonoides, taninos, ácidos fenólicos e antocianinas (PASCOAL et al., 2014), assim como antraquinonas, saponinas e terpenos (LUCENA et al., 2012).

Para validação de plantas potencialmente terapêuticas são necessárias investigações com o intuito de estudar desde a relação da medicina tradicional e popular; isolamento, purificação e caracterização de princípios ativos; observação da relação estrutura/atividade e investigação farmacológica de extratos e/ou seus constituintes químicos isolados, até a operação de formulações para a produção de fitoterápicos (SANTOS et al., 2013). Desta forma este trabalho propôs-se a realizar um estudo químico, nutricional, atividade antioxidante e teor de compostos fenólicos dos frutos, e nas raízes caracterização físico-química, além de isolamento e a identificação ou determinação dos metabólitos secundários da espécie *Cereus jamacaru* D.C.

2 OBJETIVOS

2.1 Objetivo geral

Realizar caracterização físico química, isolamento, identificação dos metabólitos secundários das raízes e avaliação nutricional e composição centesimal dos frutos, da espécie *Cereus jamacaru* D.C.

2.2 Objetivos específicos

Os objetivos específicos deste estudo foram:

- a) obter o material pulverizado da raiz da espécie *C. jamacaru* D.C.;
- b) realizar a caracterização físico-química da droga vegetal e do fruto;
- c) realizar a análise da composição centesimal dos frutos;
- d) obter o extrato etanólicos bruto (EEB) e frações particionadas (FPs) das raízes;
- e) obter os extratos hidroalcoólicos (EHA) dos frutos
- f) realizar o screening fitoquímico dos EEBs e EHA;
- g) analisar o perfil termogravimétrico da droga, microscopia eletrônica de varredura-energia dispersica da droga vegetal de *C. jamacaru*;
- h) Quantificar os compostos fenólicos totais e avaliar a capacidade antioxidante dos frutos por espectrofotômetro;
- i) utilizar métodos cromatográficos para o isolamento dos compostos químicos;
- j) identificar compostos através da espectrometria de massas, utilizando HPLC-ESI/MS MS;
- k) identificar e/ou elucidar as estruturas químicas dos compostos isolados por técnicas espectroscópicas (IV, UV, EM e RMN de ^1H e ^{13}C).

3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

3.1 Plantas medicinais

O Brasil é um dos países do mundo que possui uma grande diversidade com aproximadamente 40.000 espécies de plantas diferentes representando 20% da flora mundial (LEITE, 1996; NEPOMUCENO, 2008; OLIVEIRA et al., 2012). O crescente interesse pelos produtos derivados de plantas tropicais (ervas, suplementos alimentares) ganharam muita atenção no mercado internacional e este fato é muito importante para países como o Brasil, rico em biodiversidade e tradições culturais locais (NEWMAN, CRAGG, 2007; NOGUEIRA; CERQUEIRA; SOARES, 2010).

Os produtos naturais veem sendo utilizado, com finalidade medicinal desde muito tempo. Indícios do uso de plantas medicinais e tóxicas foram encontrados nas civilizações antigas, sendo considerada uma das práticas mais remotas utilizadas pelo homem que aprendeu a conhecer as plantas e explorar as suas propriedades, objetivando a cura, prevenção e tratamento de doenças, além de servir como importante fonte de compostos biologicamente ativos (ANDRADE et al., 2007).

De acordo com Lopes et al. (2005), planta medicinal é toda aquela que ao ser administrada no homem ou animal, por qualquer via ou forma, exerça alguma ação terapêutica.

A aplicabilidade das plantas medicinais tem sido significativo ultimamente. Dados da Organização Mundial de Saúde (OMS) mostram que 80% da população mundial faz uso de plantas na amenização ou cura de doenças, e depende basicamente dessas plantas para cuidados de saúde primários (VEIGA-JUNIOR; PINTO, 2005).

O uso convencional de medicamentos à base de plantas para tratamento de várias doenças é amplamente experimentado em países em desenvolvimento e nos países desenvolvidos. Estima-se que cerca de 60% da população mundial depende de plantas para produção de medicamentos (SUNDARAM et al., 2018).

Em alguns países mais industrializados o uso de produtos da medicina tradicional é igualmente significativo, como Canadá, França e Alemanha onde 70 a 90% da população tem usado esses recursos (BRASIL, 2013).

Assim, mesmo a indústria farmacêutica tendo evoluído cada vez mais no desenvolvimento e produção de medicamentos alopáticos, o fácil acesso as plantas medicinais e a própria tradição do

seu uso, perpetuam o hábito das pessoas percorrerem às feiras e mercados populares, em busca das mesmas (SZABO, 2015; VIEIRA-JUNIOR et al., 2005).

O emprego dessas plantas destaca-se pela sua comprovada eficácia e, principalmente, pelo seu baixo custo, tornando-se alvo de algumas pesquisas, pois sua importância tem se revelado cada vez mais evidente (OLIVEIRA, KFFURI, CASALI, 2010).

3.2 Considerações sobre a família Cactaceae

As cactáceas constituem um grupo bastante diversificado de plantas que apresentam estratégias adaptativas, evolutivas e ecológicas, as quais permitem o seu desenvolvimento em variados habitats (ABUD et al., 2010). Esse grupo desenvolveu uma diversidade de formas de vida e várias adaptações à aridez, que se refletem em seus aspectos morfológicos e características fisiológicas, assim como em sua versatilidade reprodutiva (MANDUJANO et al., 2009).

A família cactaceae pode ser dividida em quatro subfamílias: Maihuenioideae, Pereskioideae, Cactoideae e Opuntioideae (WALLACE, 1995), sendo a Cactoideae a mais numerosa em gêneros e em espécies, e a mais diversificada em termos de formas e hábitos.

No Brasil, ela está distribuída em todos os domínios fitogeográficos do país, e nos mais variados habitats, representando uma ocorrência de 261 espécies agrupadas em 39 gêneros, sendo por isso classificado como o terceiro centro de variadas cactáceas mais importantes das Américas (PINHEIRO, FERREIRA, 2015; TAYLOR; ZAPPI, 2004).

É um grupo de importância econômica com diversas utilidades, sendo relacionada a várias práticas, como ornamentação, medicina tradicional, usos místico-culturais, culinária, produção de forragem, construção de cercas vivas e produtos diversos (BRAVO FILHO et al., 2018).

Na atuação farmacêutica foram atribuídas para diferentes espécies de cactos propriedades antioxidantes e anti-carcinogênicas, anti-inflamatórias, analgésicas e anti-ulcerogênicas; anti-diabéticas, anti-hiperlipidêmica e ou propriedades anti-hipercolesterolêmicas; anti-viral, além de efeitos antiespermatogênicos e propriedades diuréticas (MÉNDEZ et al., 2015).

A região Nordeste engloba 110 espécies de cactáceas; e nesse ambiente semiárido, a caatinga é um bioma de referência, dos ecossistemas, que possui a maior pluralidade de representantes dessa família, com cerca de 95 espécies fazendo parte desse ecossistema (ZAPPI, SANTOS e LAROCCA, 2015).

De acordo com Sampaio (1995) as famílias Leguminosae, Euphorbiaceae e Cactaceae são as que apresentam o maior número de espécies na caatinga. Das cactáceas, o *Pilosocereus gounellei* e *Cereus jamacaru* são descritas como os mais utilizados para alimentação de rebanhos (ARAUJO, CUNHA e VENEZIANI, 2010) e de pássaros (LUCENA et al., 2012).

3.3 Constituintes químicos das Cactaceae

As espécies de *Cactaceae* naturais e exóticas exibem uma grande diversidade de biocompostos ativos. No trabalho desenvolvido por Anderson (2001), o autor cita a presença de betalaínas (*Opuntia*) e pigmentos naturais nitrogenados, e também três substâncias verificadas com frequência para esta família: hordenina, mescalina e alofoforina.

Segundo o mesmo autor, algumas espécies podem ter mais de 50 diferentes tipos de alcaloides com esqueleto compatível para fenilaminas, além de triterpenos e diferentes minerais. A família das cactáceas já é reconhecida pela presença de flavonoides como rutina e quercetina (ALIMI et al., 2011; SEMEDO, 2012), e a identificação de flavonoides em cactos da palma forrageira (*Opuntia ficus índia*) tem sido reportados por Moussa-Ayoub et al. (2011).

3.4 Gênero *Cereus*

O gênero *Cereus*, compreende espécies que estão presentes desde a Índia até a América do Sul. Suas plantas são do tipo árvore ou arbustos de talo ereto. Caracteriza-se por apresentar caule verde, alongado com gomos longitudinais, flores isoladas grandes e de colorido atraente. Foi primeiramente descrito por Herman (MESSIAS, 2010; SALES et al., 2014).

Este gênero é bastante expressivo na constituição da flora de vários estados brasileiros, onde se encontram distribuídas na faixa de 40 espécies (TAYLOR; ZAPPI, 2004).

De acordo com Davet (2005), as suas espécies mais conhecidas e utilizadas pela população são: *Cereus adeemani*, *Cereus bicolor*, *Cereus comarapanus*, *Cereus friccie*, *Cereus jamacaru*, *Cereus hildmannianus*, *Cereus repandus*, e *Cereus vargasianus*.

3.5 *Cereus jamacaru*

O mandacaru (*Cereus jamacaru* DC.) (Figura 1) pertence ao gênero *Cereus* que possui aproximadamente 34 espécies, pertence à subfamília *Cactoideae*, tribo *Cereae*. As espécies

deste gênero tem um porte arbustivo arbóreo, plantas de hábito de crescimento colunar, caule com conformação angular caracterizado por apresentar grandes aréolas com formações espinhosas e florescência noturna (ANDERSON, 2001).

Figura 1 – Haste e fruto do “mandacaru”



Fonte: dados da pesquisa.

Lima (2007), em seus estudos sobre cactaceae, relatou que *C. jamacaru* entre outras variedades de cactos caracteriza-se por florescer logo com as primeiras chuvas no final da estação seca e frutifica logo em seguida, diferente ao que foi observado com outros cactos como *Opuntia palmadora* que sempre floresce e frutifica no meio da estação seca. O crescimento do mandacaru é proporcional as condições ecológicas em que se encontram, e sob pluviosidade menos escassa, seu crescimento se faz de maneira mais rápida (LIMA, 1996).

O mandacaru encontra-se distribuído nas regiões Norte (Tocantins), Nordeste (Alagoas, Bahia, Paraíba, Pernambuco, Piauí, Rio Grande do Norte, Sergipe), Centro-Oeste (Goiás), Sudeste (Minas Gerais), e possivelmente no Rio de Janeiro, como mostrado na Figura 2 (ZAPPI et al., 2015).

Figura 2 – Distribuição geográfica e ocorrências registradas de *C. jamacaru*



Fonte: Taylor e Zappi, 2004.

Cavalcanti e Resende (2006), avaliando a utilização das plantas nativas da caatinga através de pequenos agropecuaristas para alimentação dos animais na secas em áreas do sertão nordestino, registrou que o mandacaru é utilizado por 46,25% dos agropecuaristas, enquanto o xique-xique (*Pilosocereus gounellei*), utilizado por 10,51%, a coroa- de- frade (*Melocactus zehntneri*) por 6,96% e o facheiro (*Pilosocereus pachycladus*) por 12,28%.

O mandacaru também tem uma favorável aplicação ornamental, considerando o seu caule que se mantém esverdeado durante todo o ano, mesmo sob condições de baixa disponibilidade de água, permitindo uma ornamentação mais rustica e característica da região Nordeste (ARAÚJO, 2016).

Cereus jamacaru está registrada por Albuquerque et al. (2007) em um grupo de dez plantas nativas do Brasil como “alvos potencias para futuros estudos fitoquímicos e farmacológicos”.

Segundo Andrade et al. (2006), a espécie *C. jamacaru* tem diversos usos medicinais, como para processos inflamatórios, para o tratamento de problemas renais, e o xarope para o tratamento de tosses, bronquites e úlceras. Isso nos mostra a importância da utilização deste fruto em nosso cotidiano já que apresenta teores nutricionais valiosos para o bem estar da população (Quadro 1).

Os dados apresentados abaixo são resultados de um estudo realizado, sobre o uso na medicina popular do mandacaru, para processos inflamatórios, contra diferentes agentes infecciosos nos municípios de Queimadas, Santa Luzia, São Domingos e Canudos no estado da Paraíba.

Quadro 1 – Partes utilizadas de *Cereus jamacaru* (mandacaru) na medicina popular

Item	Parte	
	Raiz	Espinho
Remédio	Chá	Puro
Doença	Sífilis, Gripe Problema e dor nos rins Coluna	Inflamação nos dedos das mãos ou dos pés, por uma ponta de pau.

Fonte: adaptado de Andrade et al., 2006.

3.6 Frutos do mandacaru

As frutas são alimentos ricos em água, fibras, compostos bioativos, como as vitaminas A, C e E, os fenólicos e o β caroteno, os quais exercem na alimentação um papel funcional. Essas substâncias atuam como importantes antioxidantes, e o consumo diário desses alimentos contribui para o bom funcionamento do intestino, fortalece o sistema imunológico, minimizando os efeitos dos radicais livres e protegendo o organismo de processos oxidativos que desencadeiam diversas doenças crônicas não transmissíveis, como diabetes, câncer, doenças cardiovasculares, entre outras que acometem a nossa sociedade, além de ajudar na redução dos níveis de colesterol e açúcar do sangue (GUIMARÃES, 2016; SUCUPIRA et al., 2012).

O Brasil se destaca como o segundo maior fornecedor global de alimentos e produtos agrícolas, e um dos grandes produtores mundiais de frutos, em virtude da sua extensão continental e consequente variedade climática e de solos, o que viabiliza a ocorrência de muitas espécies frutíferas. A produção é bastante variada, contando desde frutos típicos de climas temperados a tropicais (FOOD AND AGRICULTURE ORGANIZATION OF THE UNITED NATIONS, p. 62, 2015), assim existe um enorme potencial para exploração de frutas nativas no setor agroindustrial brasileiro (HANSEN et al., 2013).

Na dieta alimentar as cactáceas são descritas na literatura como alimentos emergenciais, utilizados quando há escassez de alimentos, contudo vários estudos vêm demonstrando que os frutos e diversas outras partes dessas cactáceas são recursos com grande potencial para serem utilizados na alimentação do dia-a-dia seja *in natura* ou na forma de doces, rapadura, geleias, polpa, entre outros (CHAVES; BARROS, 2015; NASCIMENTO et al., 2011).

Para analisar alimentos, é de grande importância a determinação de um componente específico, como é o caso da análise da composição centesimal. São procedimentos realizados

com o intuito de fornecer informações sobre a composição química, físico-química e, ou, física do alimento (INSTITUTO DE TECNOLOGIA DE ALIMENTOS, 1988).

A ecorregião da caatinga, localizada no nordeste do país, apesar da rica biodiversidade vegetal, possui muitos dos frutos que ainda são pouco conhecidos e estudados, apesar de serem seguros para o consumo (SOUZA, A, 2017). Nos últimos anos, vários frutos brasileiros vêm atraindo atenção pelo seu potencial efeito auxiliar na prevenção e tratamento de doenças crônicas graças ao seu alto teor de compostos bioativos e consequente potencial antioxidante, antimicrobiano, anti-inflamatório e anticancerígeno (ALMEIDA et al., 2011; LI et al., 2016, SOUZA, A, 2017).

A composição do fruto do mandacaru depende do estágio de maturação e das condições edafoclimáticas. Entre outros fatores; possui proteínas (1,8-2,35%), lipídeos (1,08-1,98%), carboidratos (9,76-9,86%), minerais (0,43-0,64%), sólidos solúveis totais (10,3-12,03 °Brix), pH (4,4-4,93), ácidos orgânicos (0,26-0,32% ácido cítrico) e água (85,82-86,28%) (NASCIMENTO et al., 2011; OLIVEIRA et al., 2015). Seu fruto é frágil e perecível, o que acarreta período de vida útil muito curto, mas que pode ser resolvido com processamentos tecnológico como secagem, fabricação de doces e geleias, constituindo dessa maneira um potencial biotecnológico para regiões secas (OLIVEIRA et al., 2015).

Ao realizar estudo químico e farmacológico nos frutos do mandacaru, Valente, Santos e Cunha (2001) observaram a presença de esteroides ergosterol e colesterol. Mesmo essa planta sendo encontrada em grande quantidade no semi-árido Nordeste e utilizada há muito tempo como alimento, medicamento e forragem para bovinos, caprinos e ovinos, são escassos os trabalhos sobre suas propriedades físico-químicas.

A qualidade dos frutos é atribuída aos caracteres físicos externos, como o tamanho, a forma do fruto e a cor da casca. A importância de usufruir ao máximo a diversidade da fruticultura brasileira faz com que um maior número possível de frutas silvestres e nativas sejam avaliadas, tanto a parte nutricional como a química (BAHIA et al., 2010).

Seus frutos são produzidos aproximadamente a partir de dois a três anos após propagação se a planta foi desenvolvida a partir de corte, ou três a cinco anos após a propagação se foi germinada de uma semente (BEVILAQUA et al., 2015; MIZRAHI; NOBEL, 1997).

O mandacaru possui um fruto exótico e diferentemente do fruto da palma forrageira (conhecido como figo da Índia) não é explorado comercialmente ocorrendo assim, grandes desperdícios desses frutos, sendo necessário buscar alternativas e o emprego de tecnologia para que venham minimizar essas perdas e gerar lucros (ALMEIDA et al., 2011).

3.7 Metabólitos secundários

Entende-se por metabolismo secundário de plantas o conjunto de processos metabólicos que originam moléculas orgânicas produzidas pelo vegetal e que não possuem uma distribuição universal nos vegetais. Esses metabólitos não são necessários a todas as plantas (COSTA, 2016). Podem ainda serem definidos como compostos os quais não têm função direta nas reações do metabolismo basal tais como: fotossíntese, respiração, transporte celular, assimilação de nutrientes ou síntese de proteínas, lipídeos e carboidratos. Esses metabólitos são característicos de um determinado grupo de plantas, e são substâncias produzidas em pequenas quantidades e em contraste com os primários, nem sempre estão envolvidos em funções vitais do vegetal ou presente em todos eles.

Essenciais para a aclimação da planta e defesa contra herbívoros e ataque de patógenos, acredita-se que a maioria dos conhecidos metabólitos devem estar envolvidos nos sistemas de defesa química das plantas (WINK; SHIMMER 1999), ou ainda atuando na competição entre plantas e atração de organismos benéficos como polinizadores, dispersores de sementes e também em alelopatias (COSTA, 2016). Estão limitados a determinados grupos taxonômicos, variando de acordo com a origem a partir da via biossintética. São classificados em três grandes grupos principais: terpenos, fenólicos compostos, compostos contendo azoto (alcalóides, glucosinolatos e glicosídeos cianogênicos) (FANG et al., 2011).

3.7.1 Polifenóis

Os compostos fenólicos são metabólitos secundários que desempenham diversas funções nas plantas e o consumo regular de produtos ricos nestes compostos tem sido associado à redução dos riscos de câncer, obesidade, doenças cardiovasculares e outras doenças crônicas (AHMAD et al., 2016; BOEING et al., 2014).

Esses compostos compreendem uma diversidade de estruturas amplamente distribuídas na natureza, que tem em comum, um anel aromático contendo grupamento hidroxilas, podendo variar desde uma simples molécula fenólica até um polímero complexo de alto peso molecular, estar na forma livre ou ligada a açúcares e proteínas (EVERETTE et al., 2010; MORENO, 2010; ZAGO, 2014). São divididos em dois grandes grupos, os flavonoides (polifenóis) e os não flavonoides (fenóis simples ou ácidos) (SILVA et al., 2010).

Os denominados de não flavonóides são classificados segundo (MELO; GUERRA, 2002; BURNS et al., 2001) como: os derivados das estruturas químicas (C_6-C_1) específicas dos ácidos hidroxibenzoico, gálico e elágico; derivados das estruturas químicas (C_c-C_3) específicas dos ácidos cafêico e p-cumárico; os derivados das estruturas químicas ($C_6-C_2-C_6$) características do trans resveratrol, cis-resveratrol e trans-resveratrol-glucosídeo (Tabela 1)

A estrutura química do composto fenólico consiste em grupos doadores de elétrons nas posições orto e para dos fenóis, que podem aumentar os antioxidantes e a atividade de eliminação de radicais livres. O reagente Folin-Ciocalteu utilizado para determinar o conteúdo fenólico total tem sua ação de acordo com o mecanismo básico de reações de oxidação e redução baseado nas propriedades redox dos compostos antioxidantes presentes na amostra (VERZELLONI; TAGLIAZUCCHI e CONTE, 2007).

Esses compostos são provenientes do ácido chiquímico e do ácido mevalônico. Flavonoides, taninos e ligninas pertencem aos compostos fenólicos (ALVES, 2001; PERES, 2004). Assim, a determinação do teor de compostos fenólicos totais se faz muito importante, pois vários estudos têm demonstrado que eles são os principais responsáveis pela atividade antioxidante dos vegetais (BONFIM et al., 2017). Como exemplo, os compostos fenólicos têm um valor de mercado elevado como nutracêuticos, aditivos alimentares, farmacêuticos e cosméticos, devido à sua atividade biológica (CRESPO; BRAZINHA, 2010)

Tabela 1 – Classes de compostos fenólicos presentes nas plantas

Classe	Estrutura
Fenólicos simples, benzoquinonas	C_6
Ácidos hidroxibenzóios	C_6-C_1
Acetofenonas, Ácidos fenilacéticos	C_6-C_2
Ácidos hidroxicinâmicos, fenilpropanoides	C_6-C_3
Xantonas	$C_6-C_1-C_6$
Antraquinonas	$C_6-C_2-C_6$
Flavonoides, isoflavonoides	$C_6-C_3-C_6$
Lignananas	$(C_6-C_3)_n$
Taninos condensados	$(C_6-C_3-C_6)_n$

Fonte: adaptado de Balasundram et al., 2006; Bravo, 1998.

3.7.2 Saponinas

As saponinas constituem uma importante classe de substâncias químicas, que ocorrem em plantas superiores e alguns organismos marinhos (DOS SANTOS et al., 2011). Compreendem uma grande família de compostos naturais, constituídas por uma estrutura linear ou ramificada, contendo um grupo heterogêneo de glicosídeos esteroidais (tetracíclico) ou triterpênicos (pentacíclico), aglicona (sapogenina) ligado a um ou mais frações de oligossacarídeos, contendo glicose, galactose, ramnose, xilose, etc (NETALA et.al., 2015; REIM; SASCHA, 2014).

Esses metabólitos ocorrem em misturas complexas de altas concentrações moleculares e compostos de peso e muitas vezes só estão presentes em baixas concentrações nas plantas, o que complica a detecção e identificação de saponinas por técnicas fitoquímicas convencionais e dificulta o estabelecimento de um perfil completo das saponinas (PRASANTH; CHANDRAN, 2017).

A importância destes produtos naturais está baseada em suas inúmeras atividades biológicas, destacando-se as atividades antiinflamatória, analgésica, expectorante, antioxidante, redutora de colesterol, antiviral, antimicrobiana e antifúngica (DOS SANTOS et al., 2011). As atividades antiinflamatórias e analgésicas que têm sido atribuídas às saponinas parecem ocorrer por mecanismos variados como inibição da degradação de corticóides, atividade corticomimética, o que interfere no metabolismo de mediadores inflamatórios (DINIZ, 2006).

3.7.3 Alcaloides

Alcaloides constituem um grupo variado de moléculas com baixo peso molecular contendo nitrogênio na sua estrutura e na sua maioria derivado de aminoácidos. Como metabólito secundário, é encontrado em aproximadamente 20% das espécies, e são responsáveis por desempenhar um papel defensivo contra os herbívoros e patógenos (ZIEGLER, FACHINI, 2008).

Quase a totalidade dos alcaloides é derivada de aminoácidos e daí vem a sua classificação. Os alcaloides que contem o átomo de nitrogênio no seu anel heterocíclico são chamados de alcaloides verdadeiros, os que o átomo de nitrogênio é não pertencente ao sistema heterocíclico, são chamados de protoalcaloides ou pseudoalcaloides. A partir dos aminoácidos alifáticos, têm-se os alcaloides pirrolidínicos e tropânicos (ornitina) e os piperidínicos (lisina), e dos aminoácidos aromáticos, têm-se os isoquinolínicos (tirosina) e os indólicos (triptofano) (DEWICK, 2001). Algumas classes estão apresentadas na Tabela 2.

Tabela 2 – Classes de alcaloides sintetizados pelas plantas

Classe	Aminoácido precursor	Exemplar
Piperidínicos	Lisina	Coniina, cassina, espectralina
Indólicos	Triptofano	Quinina, vimblastina, vincristina
Isoquinolínicos	Tirosina	Morfina, codeína, mescalina
Tropânicos	Ornitina	Atropina, hioscina, escopolamina.
Pirrolidínicos	Ornitina	Nicotina, higrina, monocrotalina

Fonte: Adaptado de Silva, C. (2013); Facchini; De Luca, (1998); Martinez, S. T. et al. (2013).

3.8 Atividade antioxidante

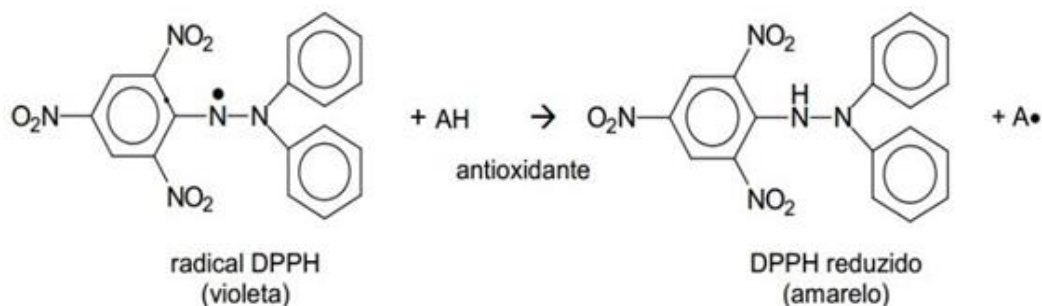
Os antioxidantes compreendem uma vasta gama de substâncias que, quando presentes mesmo em baixas concentrações, tem a capacidade de retardar ou prevenir as reações de oxidação sobre os radicais livres estabilizando-os (SHAHIDI; JANITHA; WANASUNDARA 1992; WOOTTON-BEARD, RYAN, 2011).

Os antioxidantes podem ser de origem natural ou sintética, e segundo Gutteridge e Halliwell (2010), a atividade antioxidante está intimamente ligada a sua estrutura celular, e dessa forma pode variar desde estruturas simples como a glutatona a moléculas com estruturas bastante complexas.

Podem ser ainda, categorizados com base na sua solubilidade. Há os antioxidantes solúveis em água, como vitamina C, e os solúveis em lipídeos, antioxidantes lipossolúveis (vitamina E, carotenoides, e ácido lipóico), que são também classificados como não enzimáticos (SOUZA, 2017).

O ensaio da capacidade antioxidante pode ser avaliado usando o método fotocolorimétrico do DDPH, o qual é baseado na redução do radical livre DPPH (2,2-difenil-1-picrilhidrazila) na presença de um antioxidante (AH) doador de um próton (H⁺) para a forma não radicalar (DPPH-H) demonstrado na Figura 3 (KOLEVA et al., 2002; MOLYNEUX, 2004). Na presença de um doador de hidrogênio ou elétron a intensidade de absorção diminui, tornando a solução amarela, de acordo com o número de elétrons capturados (PRADO, 2009).

Figura 3 – Redução do radical livre DPPH



Fonte: Molineux, 2004.

Portanto, o interesse pela pesquisa e descoberta de novos e seguros antioxidantes de fontes naturais tem aumentado, levando as indústrias de alimentos, de cosméticos e farmacêuticos a dar uma maior atenção a novas fontes, principalmente às de origem vegetal. Os antioxidantes vegetais compreendem uma natureza muito variada, e os compostos fenólicos têm sido apontados como responsáveis por uma maior capacidade antioxidante, sendo representados pelos flavonoides e isoflavonoides, taninos, lignanas, xantonas e outros (RAZAVI et al., 2008), sendo capazes de prevenir o dano oxidativo às células vivas (LIMA et al., 2010).

3.9 Espectrometria de massas

A espectrometria de massa (EM) é uma das técnicas analíticas empregada para elucidação da estrutura química das moléculas, tais como polifenóis, peptídeos, alcaloides além de outros compostos químicos. Essa técnica possui papel fundamental na pesquisa e seu poder analítico é primordial para estudos estruturais de compostos fenólicos. O princípio EM consiste em ionizar compostos químicos para gerar moléculas carregadas ou fragmentos da molécula e medir suas proporções massa-carga (IGNAT; VOLF; POLPA, 2011; SPARKMAN, 2000).

A combinação da cromatografia líquida de alta performance e espectrometria de massas (HPLC-EM) está sendo cada vez mais utilizada nas pesquisas farmacêuticas e no controle da qualidade de plantas medicinais, devido ser uma técnica com sensibilidade e seletividade superior a outras técnicas (DEEVANHXAY et al., 2009).

Para auxiliar na identificação de substâncias, são empregadas diversas técnicas espectroscópicas, sendo, a EM uma das técnicas utilizadas, além de ser também a técnica instrumental mais apropriada e uma ferramenta útil para confirmar com mais segurança a possível estrutura e investigar a reatividade dos íons (DINIZ, 2011). Com o avanço das técnicas espectroscópicas, nos últimos anos a triagem de extratos brutos e técnicas como a LC-MS tornou-se uma ferramenta poderosa para a identificação química devido à alta especificidade, capacidade de separação e informação estrutural. Além disso, alta resolução e precisão dos detectores espectrais de massa, tais como tempo de voo quadrupolo (QTOF) e ÍON TRAP são amplamente aplicados para estudos qualitativos, por possuírem muitas vantagens, como informações relacionadas à estruturas abundantes, baseadas no padrão de fragmentação e massa de maneira altamente sensível e conveniente (DEMARQUE et al., 2016; GANZERA; STURM, 2018; GRADILLAS et al., 2019). Como a análise manual não é uma opção para visualizar, gerenciar ou desrepliar os espectros MS, várias ferramentas automáticas e on-line foram criadas para identificação precoce de compostos conhecidos e desconhecidos de misturas complexas, entre elas o The global natural product social molecularr networking (GNPS) (OLIVON et al., 2017). O GNPS é uma plataforma orientada por dados de armazenamento, análise e disseminação de conhecimento de espectros de MS/MS o qual permite o compartilhamento de espectros brutos, anotação contínua de dados depositados pelos pesquisadores e curadoria colaborativa dos espectros de referência os quais são chamados de bibliotecas espectrais e dados experimentais (WANG et al. 2016)

A técnica MS/MS é uma solução confiável para identificar pequenas moléculas, porque a fragmentação é geralmente característica para diferentes classificações de estruturas que são semelhantes (SILVA et al., 2015).

4 MATERIAL E MÉTODOS

4.1 Coleta do material botânico

A coleta do material Botânico foi realizada no Município de Esperança, pertencente ao Bioma Caatinga, na Paraíba (7° 02' 44.1'' S, 35° 51' 28.6'' W). A coleta das raízes e dos frutos de *Cereus jamacaru* foi realizada no dia 19 de Junho de 2017 no período da manhã. Esta espécie foi previamente identificada conforme exsicata de número 2287 depositada no Herbário Lauro Pires Xavier, da Universidade Federal da Paraíba, Campus da cidade de Areia-Paraíba.

4.2 Obtenção e processamento do extrato bruto

As raízes coletadas passaram por processo de secagem em estufa com ar circulante, à temperatura de 40 °C, até estabilização da umidade. Após a secagem, o material foi triturado em moinho de rotor vertical, em seguida acondicionado em frasco, hermeticamente fechado, protegido da umidade, temperatura e predadores. A droga vegetal, foi submetida a extração por percolação, num intervalo de 72 horas em cada uma das extrações, totalizando 8 vezes, utilizando etanol a 96%. O macerado obtido passou por um processo de evaporação do solvente em evaporador rotativo, da marca Tecnal (TE 211) em temperaturas de até 50 °C, (Figura 4). Foram obtidos 117 g do extrato etanólico bruto (EEB) (Figura 5).

Figura 4 – Evaporador rotativo



Fonte: dados da pesquisa.

Figura 5 – EEB do mandacaru



Fonte: dados da pesquisa.

Os frutos, foram lavados com hipoclorito de sódio, despolidos e separados em casca e polpa, seguido de refrigeração para posterior análise (Figuras 6).

Figura 6 – Frutos: casca e polpa do mandacaru



Fonte: dados da pesquisa.

Foram preparados três extratos hidroalcoólicos dos frutos (200 g) cada de acordo com Costamagna et al. (2016) e algumas modificações. A polpa com semente, polpa sem semente e a casca, foram extraídas três vezes com a mistura de solventes etanol/água (1:5 v/v) pelo processo de turbólise, no ultraturrax, tecnal, modelo TE-102. As amostras foram submetidas a rotações de 15.000 rpm, durante 15 minutos cada, na temperatura de 25 °C.

O extrato obtido foi filtrado em papel filtro e em seguida colocado no evaporador rotativo sob pressão reduzida para eliminar o solvente, depois submetido ao processo de congelamento em ultrafreezer para posterior liofilização no equipamento (Modelo L108, Liotop, Brasil), durante 76 horas.

4.3 Caracterização físico-química dos frutos e raízes

4.4.1 Perda por dessecação por secagem direta em estufa a 105 °C

Exatamente 2 g da droga vegetal e da polpa foram transferidos para cápsulas de porcelana previamente dessecadas e taradas. As amostras foram submetidas a aquecimento em estufa a 105 °C durante 2 horas, com posterior resfriamento em dessecador e pesagem. A operação foi repetida até obtenção de peso constante. Os resultados de três determinações foram avaliados em termos de porcentagem ponderal sobre a quantidade das amostras, utilizando a equação 1:

$$\% \textit{ perda} = \frac{P_u - P_s}{P_a} \times 100 \quad (1)$$

Onde:

Pa = peso da amostra (g)

Pu = peso do pesa-filtro contendo a amostra antes da dessecação (g)

Ps = peso do pesa-filtro contendo a amostra após a dessecação (g)

4.3.2 Perda por dessecação por secagem em estufa a vácuo a 70 °C

Foram pesados 2 g da amostra polpa, em cápsulas de porcelana, previamente taradas, e depois aquecidas durante 6 horas em estufa a vácuo a 70 °C, sob pressão reduzida ≤ 100 mm de mercúrio (13,3 kPa). As cápsulas foram resfriadas em dessecador até atingirem a temperatura ambiente. Pesou-se, até obter um peso constante e a análise foi feita em triplicata. Os resultados de três determinações foram avaliados em termos de porcentagem ponderal sobre a quantidade da amostra, utilizando também a equação 1.

4.3.3 Atividade de água

Foi realizada no equipamento aqualab PRE CAP para as amostras de polpa e casca no laboratório de armazenamento e processamento de produtos agrícolas (LAPPA), da UFCG. As leituras foram feitas, na temperatura de 25 °C e em triplicata, para obtenção da média.

4.3.4 Teor de cinzas totais

Em cadinhos de porcelana previamente calcinados e resfriados foram adicionados 2 g da droga vegetal. Estes foram pesados e levados a mufla a 600 °C por 2 horas. Após este período a amostra foi resfriada em dessecador e pesada, repetindo-se o procedimento até a obtenção de peso constante. A porcentagem de cinzas, obtidas em triplicata (FARMACOPEIA BRASILEIRA, 2010), foi calculada em relação à droga seca, utilizando a equação 2:

$$\% \text{ Cinzas} = \frac{Pu - Ps}{Pa} \times 100 \quad (2)$$

Onde:

Pa = peso da amostra (g)

Pu = peso do pesa-filtro com a amostra antes da dessecação (g)

Ps = peso do pesa-filtro com a amostra após a dessecação (g)

4.3.5 Acidez titulável por volumetria com indicador

Pesou-se 10 g da amostra (polpa) homogeneizada em frasco Erlenmeyer, e adicionou-se 0,3 mL de solução de fenolftaleína para a solução que seria titulada. Usou-se para titular, uma solução de hidróxido de sódio 0,1 M sob agitação constante, até coloração rósea persistente por 30 segundos. As análises foram realizadas em triplicata, e os cálculos foram feitos de acordo com a fórmula 3:

$$\text{Acidez em mL} = \frac{P \times F \times M \times 100}{P} \quad (3)$$

Onde:

V = n° de mL da solução de hidróxido de sódio gasto na titulação

f = fator de correção da solução de hidróxido de sódio

P = massa da amostra em g ou volume pipetado em mL

M = molaridade da solução de hidróxido de sódio

4.3.6 Análise termogravimétrica (TG) e análise térmica diferencial (DTA) da droga vegetal

A análise termogravimétrica da droga vegetal de *Cereus jamacaru* foi realizada em termobalança modelo TGA-50H da Shimadzu, sob a razão de aquecimento de $10\text{ }^{\circ}\text{C min}^{-1}$, em faixa de temperatura de 25 a $900\text{ }^{\circ}\text{C}$, sob atmosfera dinâmica de nitrogênio (50 mL min^{-1}). Utilizou-se uma massa de aproximadamente 7 mg da amostra, a qual foi acondicionada em cadinho de alumina. Os cálculos de perda de massa foram realizados com auxílio do programa TasyS 60 da Shimadzu®.

4.3.7 Perfil espectroscópico na região de infravermelho com transformada de Fourier (FTIR) da droga vegetal e dos extratos liofilizados

Os espectros de FTIR foram obtidos utilizando o equipamento Spectrum 400 da Perkin Elmer, empregando a faixa de varredura de $4000\text{ a }650\text{ cm}^{-1}$. Nessa análise foram utilizados amostras provenientes da droga vegetal e dos extratos liofilizados (SE, PE).

4.3.8 Microestrutura da droga vegetal e dos extratos

A microestrutura dos produtos foi analisada por microscopia eletrônica de varredura (MEV). A análise química elementar das amostras foram realizadas através da técnica Energy Dispersiv Spectroscopy (EDS). Ambos os testes aconteceram no Laboratório de avaliação e desenvolvimento de biomateriais do Nordeste- CERTBIO UFCG (Campina Grande) e o equipamento utilizado foi o microscópio HITACHI modelo TM-1000.

4.3.9 Determinação do pH do fruto

Para determinação do pH dos frutos, utilizou-se o método potenciométrico. Pesou-se 10 g da amostra, adicionou-se 100 mL de água destilada a $25\text{ }^{\circ}\text{C}$ e homogeneizou-se por 30 minutos

em agitador magnético. Após 10 minutos de repouso, foi realizada a leitura do pH no sobrenadante (em triplicata), e o resultado expresso em média aritmética (INSTITUTO ADOLF LUTZ, 2008).

4.4 Análise da composição centesimal dos frutos

4.4.1 Análise de fibra alimentar

Essa análise foi desenvolvida no laboratório de Microbiologia dos Alimentos, da Universidade Federal da Paraíba-UFPB em João Pessoa, segundo a metodologia de Prosky (1988), utilizando método gravimétrico.

4.4.2 Proteínas

A análise de proteínas seguiu a metodologia descrita pelo Instituto Adolf Lutz (2008), com a utilização da técnica de Micro-Kjeldhal. Esta técnica foi realizada em 3 etapas: digestão, destilação e titulação. Foram pesadas 2 g da amostra em tubos de ensaio de volume 100 mL. Adicionou-se 25 mL de ácido sulfúrico e cerca de 3 g da mistura digestora (4% de sulfato de cobre e 96% de sulfato de potássio). Para obter o branco, excluiu-se apenas a amostra do experimento. Levou ao aquecimento em chapa elétrica, na capela, até a solução se tornar azul-esverdeada e livre de material não digerido. Aqueceu por mais uma hora e deixou esfriar. Foram adicionadas 10 gotas do indicador fenolftaleína e 1 g de zinco em pó. Mergulhou-se a extremidade afilada do refrigerante em 25 mL de ácido sulfúrico 0,05 M, contido em frasco Erlenmeyer de 500 mL com 3 gotas do indicador vermelho de metila. Adicionou-se ao frasco que continha a amostra digerida, por meio de um funil com torneira, solução de hidróxido de sódio a 30% até garantir um ligeiro excesso de base. Aqueceu-se até ebulição e destilou-se até obter cerca de (250-300) mL do destilado. Titulou-se o excesso de ácido sulfúrico 0,05 M com solução de hidróxido de sódio 0,1 M, usando como indicador vermelho de metila.

O teor de proteínas foi obtido pela Equação 4

$$\text{Pr}(\%) = (v \times 0,14 \times f \times 100) \times P^{-1} \quad (4)$$

Onde:

Pr (%) = teor de proteínas por cento

V = volume de ácido sulfúrico utilizado menos volume de NaOH utilizado na titulação.

f = fator de conversão de N para proteína (4,39)

P = n° de gramas de amostra

4.4.3 Determinação de lipídios por Folch

Os bequeres foram colocados na estufa a 105 °C para eliminar toda a gordura contida neles. Colocou-os em dessecador durante 30 minutos para esfriar, em seguida, pesou-os e anotou-se o peso. Nos tubos de ensaio de volume 100 mL pesou-se aproximadamente 2 g da amostra (polpa) e adicionou 30 mL da solução de clorofórmio:metanol (2:1). Homogeneizou a mistura num vórtex durante 3 minutos, e filtrou essa solução no funil de separação com papel filtro. O resíduo retido no funil de vidro, foi retirado, colocado novamente no tubo e adicionado de 30 mL de clorofórmio:metanol, e agitado por 3 minutos. Esse procedimento foi realizado três vezes e ao final, adicionou-se 10 mL da solução de KCl 0,74%, agitando o sistema por um minuto, fazendo com que ocorresse a separação de fases. Filtrou-se a fase do clorofórmio (mais densa) para o bequer, e após isso levou as amostras para uma chapa aquecedora, na temperatura de 60 °C para evaporar o clorofórmio, até formar um filme de gordura dentro do bequer. Foi levado o bequer a estufa a 105 °C para secagem completa, por 30 minutos, esfriado em dessecador por 1 hora e, em seguida, efetuada a pesagem. Os cálculos foram feitos com base na seguinte equação 5:

$$\% \text{ lipídios} = \frac{Bg - Bv}{Pa} \times 100 \quad (5)$$

Onde:

Bg= peso em (g) do bequer com a gordura

Bv= peso em (g) do bequer com vazio

Pa= peso em (g) da amostra

4.4.4 Determinação de lipídios por Soxhlet

Foram pesadas 2 g da amostra (casca) em cartucho de Soxhlet e, em seguida, acoplado o extrator ao reboiler previamente seco a 105 °C e tarado. Foi adicionado 100 mL de éter de petróleo. O sistema ficou aquecido durante a extração contínua por 8 horas. Ao final do processo, o reboiler com o resíduo extraído foi transferido para uma estufa a 105 °C, por aproximadamente uma hora. Resfriou-o em dessecador até a temperatura ambiente, e finalizou com a pesagem. O experimento foi realizado em triplicada. Para os cálculos utilizou-se a fórmula 6 abaixo:

$$\text{Lipídios} = \frac{100 \times N}{P} \quad (6)$$

Onde:

N= nº de gramas de lipídios

P= nº de gramas da amostra

4.4.5 Determinação do teor de Ácido ascórbico pelo método de Tillmans

Esse método é usado para amostras com baixo teor de vitamina C. Baseia-se na redução do corante sal sódico de 2,6-diclorofenol indofenol por uma solução ácida de vitamina C. Em um frasco de erlenmeyer pesou-se aproximadamente 2 g de amostra. Em seguida, acrescentou-se 50 mL de ácido oxálico a 1%, titulando por fim com o 2,6-diclorofenol indofenol (DCFI), utilizando a equação 7 abaixo para o cálculo:

$$\text{Ácido ascórbico} = \frac{(V \times F \times 100)}{m} \quad (7)$$

Onde:

V= volume gasto na titulação

m= massa da amostra

F= fator de correção

4.4.6 Determinação de sólidos solúveis por refratometria

O teor de sólidos solúveis foi estimado por refratometria, aparelho Brix/RI-Check Refractometer (Reichert Technologies, Cat No. 12940000, New York, USA). Foi realizada

segundo os procedimentos descritos do Instituto Adolfo Lutz (2005) para polpas de frutas. As análises foram feitas em triplicatas.

4.5 Extração de fenólicos para análise do teor fenólico total e capacidade antioxidante dos frutos

Os extratos das amostras da polpa e casca do mandacaru foram obtidos segundo dos Santos et al. (2017) com algumas adaptações. As amostras (1,25 g) foram misturadas com 5 mL de metanol acidificado (HCl concentrado, Qhemis, Jundiaí, Brasil, em metanol, Qhemis, Jundiaí, Brasil, 0,1 mL 100 mL⁻¹) e deixado durante a noite sob refrigeração numa temperatura de 4 °C. As misturas resfriadas foram então centrifugadas (centrífuga 5810R, Eppendorf, Hamburgo, Alemanha) a 13.500 × g por 5 min a 4 °C. O resíduo obtido em cada centrifugação foi lavado com metanol-HCl (0,1%) e o procedimento foi repetido cinco vezes até extração total. Os sobrenadantes obtidos foram utilizados para as análises.

4.5.1 Análise de fenólicos totais

O teor de fenólicos totais foi determinado de acordo com a metodologia de dos Santos et al. (2017) com algumas adaptações. Todos os procedimentos foram realizados em ambiente escuro. Alíquotas de 60 µL de cada extrato foram extraídas, usando 2340 µL de água destilada e 150 µL de reagente de Folin – Ciocalteu (Sigma-Aldrich Chemie) e em seguida foram transferidos para tubos de ensaio e misturados. Após 8 min, 450 µL de solução de Na₂CO₃ (Na₂CO₃, Neon Comercial, São Paulo, Brasil, 30 g 100 mL⁻¹) foram adicionados ao tubos, novamente misturados, e deixado em repouso por 30 min em temperatura ambiente. A absorbância foi medida a 750 nm em um espectrofotômetro UV SP-2000 (Spectrum, Xangai, China) e uma curva padrão foi construída utilizando ácido gálico (Vetec, Sigma-Aldrich, Duque de Caxias, Brasil). Os resultados foram expressos em mg de ácido gálico equivalente (mg GAE) 100 g⁻¹ amostra. As análises foram realizadas em triplicata.

4.5.2 Ensaio DPPH e Cálculo da Capacidade antioxidante dos frutos

A capacidade antioxidante dos ensaios de polpa e casca pelo radical 1,1-difenil-2-picrilhidrazil (DPPH) foi determinado, de acordo com o método proposto por Karaaslan et al.

(2011) com algumas modificações. Alíquotas diferentes de extratos da amostra (50 µL, 100 µL e 200 µL) foram misturadas com alíquotas de 100 M de DPPH (2,95 mL, 2,90 mL e 2,80 mL, respectivamente) para um volume total de 3 mL. A diminuição foi medida em absorbância, a 517 nm após 60 min de manutenção da amostra à temperatura ambiente. Os resultados obtidos foram expressos em porcentagem da inibição do DPPH (% DPPH Efeito), seguindo a equação 8:

$$DPPH \text{ efeito } (\%) = \frac{(AC-AS)}{AC} \times 100 \quad (8)$$

Onde:

AC: absorbância do controle (absorbância da solução de DPPH sem o extrato da amostra)

AS: absorbância com o extrato da amostra

A quantidade de amostra (polpa e casca) necessária para reduzir a concentração inicial de DPPH em 50% (EC_{50}) calculado (inicialmente em g de amostra por L de 100 µM de solução DPPH) após a construção do percentual de inibição pela curva de concentração do extrato. O resultado final da capacidade antioxidante total foi expresso em g de amostra de DPPH g^{-1} , de acordo com Rufino et al. (2008), seguindo a equação 9 abaixo:

$$Capacidade \text{ antioxidante total } (g \text{ amostra } g^{-1} \text{ DPPH}) = \frac{EC_{50} (g L^{-1})}{\mu M \text{ DPPH} \times 394,3} \times 10^6 \quad (9)$$

Onde:

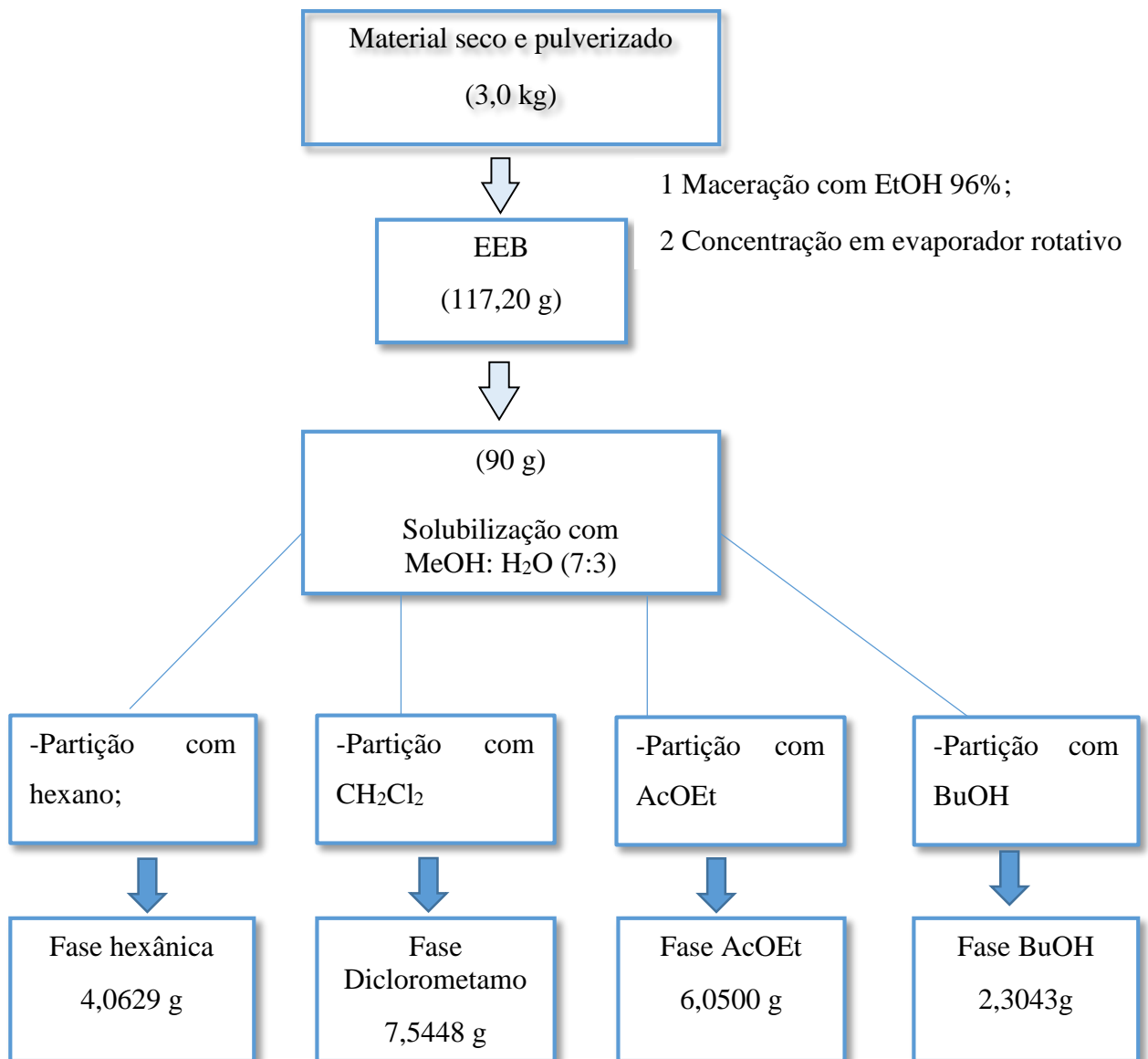
µM DPPH: é o DPPH em µM consumido pelos frutos e pelos extratos para diminuir a absorbância em 50% durante o ensaio e 394.3 é a massa molar do DPPH.

4.6 Prospecção fitoquímica

4.6.1 Fracionamento do extrato etanólico bruto

O EEB (117,20 g) da raiz de *C. jamacaru*, foi redissolvido utilizando uma solução de metanol:água (7:3), e particionado empregando os seguintes solventes na ordem: n-hexano, diclorometano, acetato de etila e N-Butanol de acordo com o Fluxograma 1. Todos os solventes usados foram de padrões analíticos (PA).

Fluxograma 1 – Fluxograma geral de obtenção do EEB e fases particionadas das raízes de *C. jamacaru*



Fonte: dados da pesquisa.

4.7 Screening fitoquímico preliminar

Os métodos empregados nessa abordagem, seguiram a metodologia e condições utilizadas no manual para análise fitoquímica e cromatográfica de extratos vegetais (BARBOSA et al., 2001). As mesmas possuem caráter básico e qualitativo, e em seus resultados, a cor indicativa da presença de um constituinte pode mascarar a cor sugestiva de outro constituinte. Esses testes foram realizados em triplicata e tem como base as reações de coloração ou formação de precipitado.

4.7.1 Testes que utilizam água destilada como solvente

4.7.1.1 Saponinas

Foi preparada uma solução mãe, pesando 140 mg do EEB de *C. jamaru*, que foi dissolvido em 28 mL de água destilada. Em seguida essa solução foi levada ao banho de ultrassom para dissolver todo o soluto. Filtrou-se a solução em papel filtro, sendo o filtrado a solução mãe final, que foi agitada vigorosamente por 2 minutos em tubo fechado. O resultado é considerado positivo quando a camada de espuma permanecesse estável por mais de meia hora.

4.7.1.2 Polissacarídeos

Transferiu-se 5 mL da solução mãe em um tubo de ensaio e em seguida adicionou-se 5 gotas de lugol. O aparecimento da coloração azul indica que o resultado é positivo.

4.7.1.3 Taninos e fenólicos totais

Foi transferido 5 mL da solução mãe em um tubo de ensaio e em seguida adicionado 2 gotas de solução de FeCl_3 a 1%. Qualquer mudança na coloração ou formação de precipitado indica reação positiva, quando comparado com o branco (água mais reagente). Uma coloração inicial entre o azul e o vermelho é indicativo da presença de fenóis, e um precipitado de tonalidade azul escuro indica presença de taninos.

4.7.2 Testes que utilizam metanol (MeOH) como solvente

A solução mãe do extrato de *C. jamacaru* foi preparada com 120 mg e dissolvido em 24 mL de metanol. Posteriormente essa solução foi levada ao ultrassom para dissolver todo o soluto. A solução foi filtrada em papel filtro.

4.7.2.1 Flavonoides

Transferiu-se 10 mL da solução mãe para um tubo de ensaio, que foi então acrescido de 5 gotas de HCl concentrado e raspas de magnésio. O surgimento de uma coloração rósea-alaranjada indica reação positiva.

4.7.3 Testes que utilizam clorofórmio como solvente

Preparou-se uma solução mãe com o EEB de *C. jamacaru*, e em seguida pesou-se 75 mg do EEB e solubilizou em 15 mL de clorofórmio. Esta solução foi levada ao banho de ultrassom a fim de dissolver todo soluto. Posteriormente, a solução foi filtrada em papel de filtro Whatman qualitativo, reservando o filtrado e obtendo-se a solução mãe.

4.7.3.1 Esteroides e triterpenoides

Uma alíquota de 10 mL da solução-mãe foram filtrados sobre carvão ativado. O filtrado foi transferido para um tubo de ensaio completamente seco, adicionado 1mL de anidrido acético e agitado suavemente. Em seguida, foram adicionadas 3 gotas de H₂SO₄ concentrado e novamente agitado. O rápido desenvolvimento de cores que variam do azul evanescente ao verde indicam resultado positivo.

4.7.4 Outros testes realizados

4.7.4.1 Alcaloides

Uma alíquota de 25 mg do EEB foram dissolvidos em 5 mL de solução de HCl 5% e filtrados. Foram separadas quatro porções de 1 mL em tubos de ensaios e 1 mL do branco, e adicionando em cada tubo gotas dos reativos de Bouchard, Dragendorff e Mayer. A precipitação ou turvação em pelo menos uma cavidade é indicativa de resultado positivo.

4.7.5 Métodos cromatográficos usados para o isolamento dos compostos químicos de C. jamacaru

Para análise cromatográfica da fase diclorometano, (6,0 g), foi utilizada, gel de sílica (Macherey-Nagel), 0,063-0,2mm/70-230 mesh como fase estacionária, e como fase móvel solventes de polaridade crescente: hexano, diclorometano, acetato de etila e metanol (Tabela 3). Dessa coluna foram obtidas 143 frações.

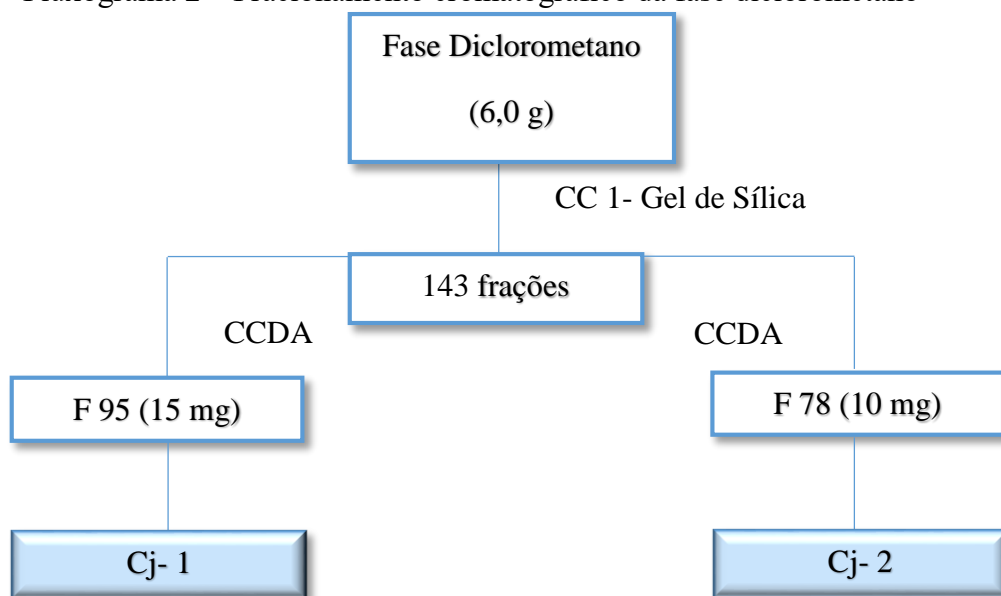
Tabela 3 – Fracionamento cromatográfico da fase diclorometano das raízes de *C. jamacaru*

Frações	Solventes	Proporção (%)
1	Hex: CH ₂ Cl ₂	50: 50
2-3	Hex: CH ₂ Cl ₂	45:55
4-6	Hex: CH ₂ Cl ₂	40:60
7-8	Hex: CH ₂ Cl ₂	35:65
9-11	Hex: CH ₂ Cl ₂	30:60
12-15	Hex: CH ₂ Cl ₂	20:80
16-19	Hex: CH ₂ Cl ₂	15:85
20-22	Hex: CH ₂ Cl ₂	10:90
23-27	Hex: CH ₂ Cl ₂	5:95
28-31	CH ₂ Cl ₂	100
32-34	AcOEt: CH ₂ Cl ₂	3:97
35-56	AcOEt: CH ₂ Cl ₂	6:94
57-65	AcOEt: CH ₂ Cl ₂	8:92
66-78	AcOEt: CH ₂ Cl ₂	12:88
79-80	AcOEt: CH ₂ Cl ₂	16:84
81-85	AcOEt: CH ₂ Cl ₂	20:80
86-90	AcOEt: CH ₂ Cl ₂	30:70
91-99	AcOEt: CH ₂ Cl ₂	40:60
100-105	AcOEt: CH ₂ Cl ₂	52:48
106-109	AcOEt: CH ₂ Cl ₂	65:35
110-113	AcOEt: CH ₂ Cl ₂	80:20
114-116	AcOEt	100
117-120	AcOEt: MeOH	98:2
121-124	AcOEt: MeOH	95:5
125-126	AcOEt: MeOH	90:10
127-132	AcOEt: MeOH	80:20
133-136	AcOEt: MeOH	70:30
137-139	AcOEt: MeOH	60:40
140-143	AcOEt: MeOH	50:50

Fonte: dados da pesquisa.

Essas frações foram analisadas comparativamente em cromatografia em camada delgada analítica- CCDA (Sílica com suporte de alumínio 20 x 20 cm e espessura de 0,20 mm de marca Macherey-Nagel), utilizando diversos sistemas de eluição e reunidas, quando semelhantes, mediante o uso de sistemas reveladores como luz ultravioleta (Sppencer Equipamentos), em dois comprimentos de onda (254 e 365 nm) e/ou vapores de iodo sublimado (Fluxograma 2).

Fluxograma 2 – Fracionamento cromatográfico da fase diclorometano

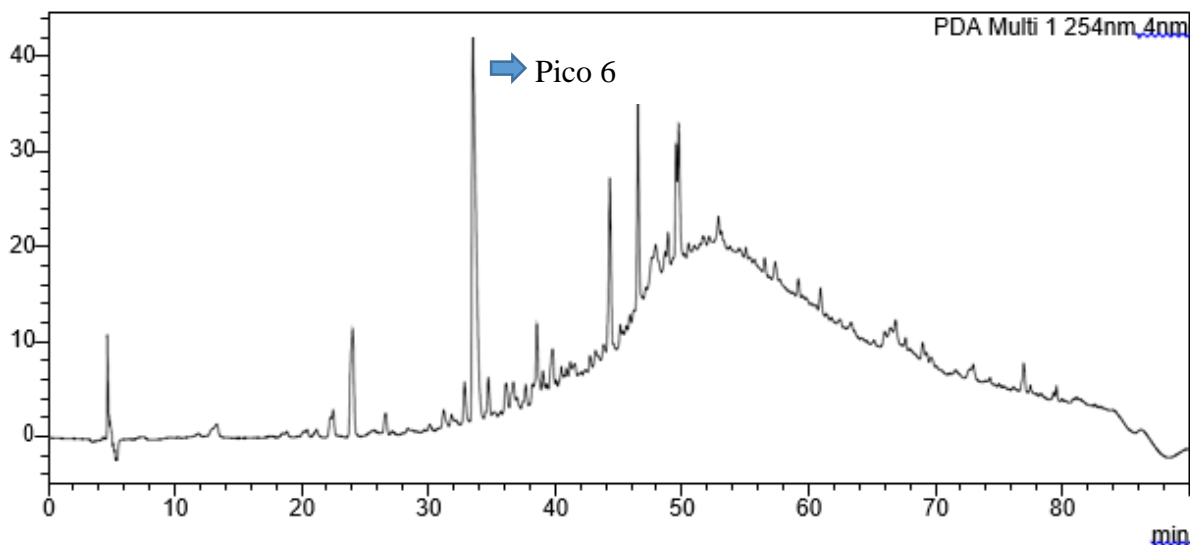


Fonte: dados da pesquisa.

4.7.6 Processamento cromatográfico da fração C1.5F5 por CLAE

A fração C1.5F5 (95,5 mg) foi analisada por cromatografia líquida de alta eficiência (CLAE). Inicialmente foi preparada uma solução, com 1mg da amostra em metanol grau HPLC da Merk, na concentração de 1 mg mL^{-1} . Empregou-se como fase móvel água ultrapura tipo I (milli-Q[®] acidificada) (0,1% ácido fórmico) e metanol. A análise no cromatógrafo analítico permitiu desenvolver um método eficiente para o isolamento das substâncias presentes na fração, onde a concentração de metanol variou de 3 a 80% em um tempo de 135 minutos com um fluxo de $0,6 \text{ mL/min}$. No cromatograma (Figura ,7 pág. 59) foi possível observar os sinais principais. Na transposição para o cromatógrafo preparativo, foi preparada uma solução com 95 mg da amostra em $500 \mu\text{L}$ de metanol, grau HPLC. Foram realizadas 8 injeções de $100 \mu\text{L}$ dessa solução. Foi utilizado o método três, desenvolvido na fase analítica, com modificação no fluxo, o qual foi ajustado para $0,8 \text{ mL/min}$. As frações obtidas foram concentradas no evaporador rotativo sob temperaturas de 40 até $55 \text{ }^\circ\text{C}$. Desse processo foram coletadas 9 frações (F1.1 até 1.9) correspondentes aos 9 picos visualizados no cromatograma analítico, sendo o de maior intensidade correspondente a fração 6 promissora e identificada como Cj-3.

Figura 7 – Cromatograma da fração C1.5F5



Fonte: dados da pesquisa.

4.8 Análise de saponinas por CLAE-EM

4.8.1 Solventes e padrões

Foram utilizados metanol de grau HPLC, (J.T. Baker) e ácido fórmico (0,1%, v/v). A água utilizada foi ultra pura tipo I (Mili-Q®). Utilizou-se duas saponinas como padrões, isoladas anteriormente das partes aéreas de *C. jamacaru* e cedidas gentilmente pelo professor Doutor Josean Fachine Tavares.

4.8.2 Condições de análises

O EEB foi analisado por CLAE, num equipamento da marca Shimadzu, utilizando uma coluna analítica C18 (Kromasil - 250 mm x 4,6 mm x 5 µm), acoplado ao espectrômetro de massas (EM) da marca Bruker (Ion-Trap AmazonX), com Ionização por Eletrospray (IES) e analisador do tipo Ion Trap (IT), situado no LMCA/IPeFarM-UFPB.

Para análise foi pesado 1 mg de cada amostra, com posterior solubilização em 1 mL de MeOH e filtração em filtro PVDF Simple Pure de 0,45 µm. O método cromatográfico desenvolvido utilizou os solventes metanol (solvente B) de grau HPLC (J.T. Baker) e água ultrapura tipo I (Milli-Q®) acidificada com ácido fórmico (0,1%, v/v) (solvente A), com análise

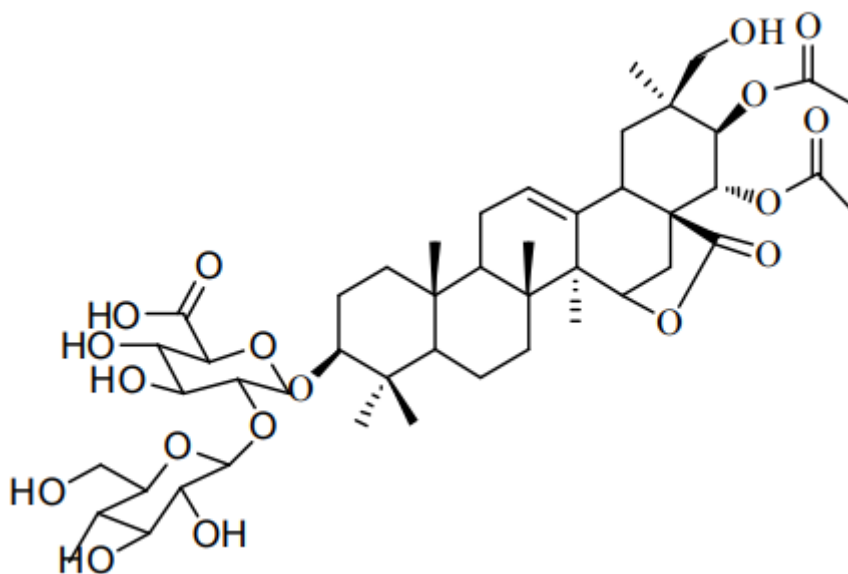
em gradiente de concentração variando de 5 a 100% de B em 60 min, volume de injeção de 10 μL e taxa de fluxo de 0,6 mL/min. No espectrômetro de massas as amostras foram submetidas a uma fragmentação sequencial em EM². Os parâmetros utilizados foram: capilar 4,5 kV, offset da placa final 500 V, gás nebulizador 30 psi, gás seco (N₂) com fluxo de 8 mL/min e temperatura de 300 °C.

4.8.3 Rede molecular

Os dados espectrais do EEB de *C. jamacaru* obtidos por análise em CLAE/EM² no modo positivo, foram submetidos a plataforma online The Global Natural Product Social Molecular Networking (GNPS) para obtenção da rede molecular a fim de visualizar o perfil de metabólitos contidos na fase. Foram utilizados, para o alinhamento espectral, cosseno acima de 0,7, comparação com no mínimo seis íons fragmentos e até 10 ligações entre os nodos similares. Os espectros obtidos experimentalmente foram comparados com a biblioteca espectral disponível no GNPS e todas as correspondências entre estes (anotações), foram requeridas para possuírem um limite mínimo de similaridade de 0,7 pontos de cosseno e ao menos seis picos correspondentes entre si. Após análise das anotações nenhum composto pôde ser derreplicado com base na literatura pesquisada.

A fim de identificar compostos através da rede molecular, foi utilizada uma substância isolada anteriormente denominada Jamacarusídeo B (figura 8, pág. 59) das partes aéreas desta mesma planta (*C. jamacaru*) cedida pelo Prof. Dr. Josean F. Tavares da UFPB, como padrão interno. Foi possível identificar um agrupamento com esse padrão, pela semelhança nos padrões de fragmentações, as quais indicavam a presença de outras saponinas, porém com perdas neutras sugestivas de substituições que não haviam sido ainda relatadas na literatura. Sendo assim, foi realizado a tentativa de caracterização de potenciais novas substâncias.

Figura 8 – Estrutura de Jamacarúsídeo B



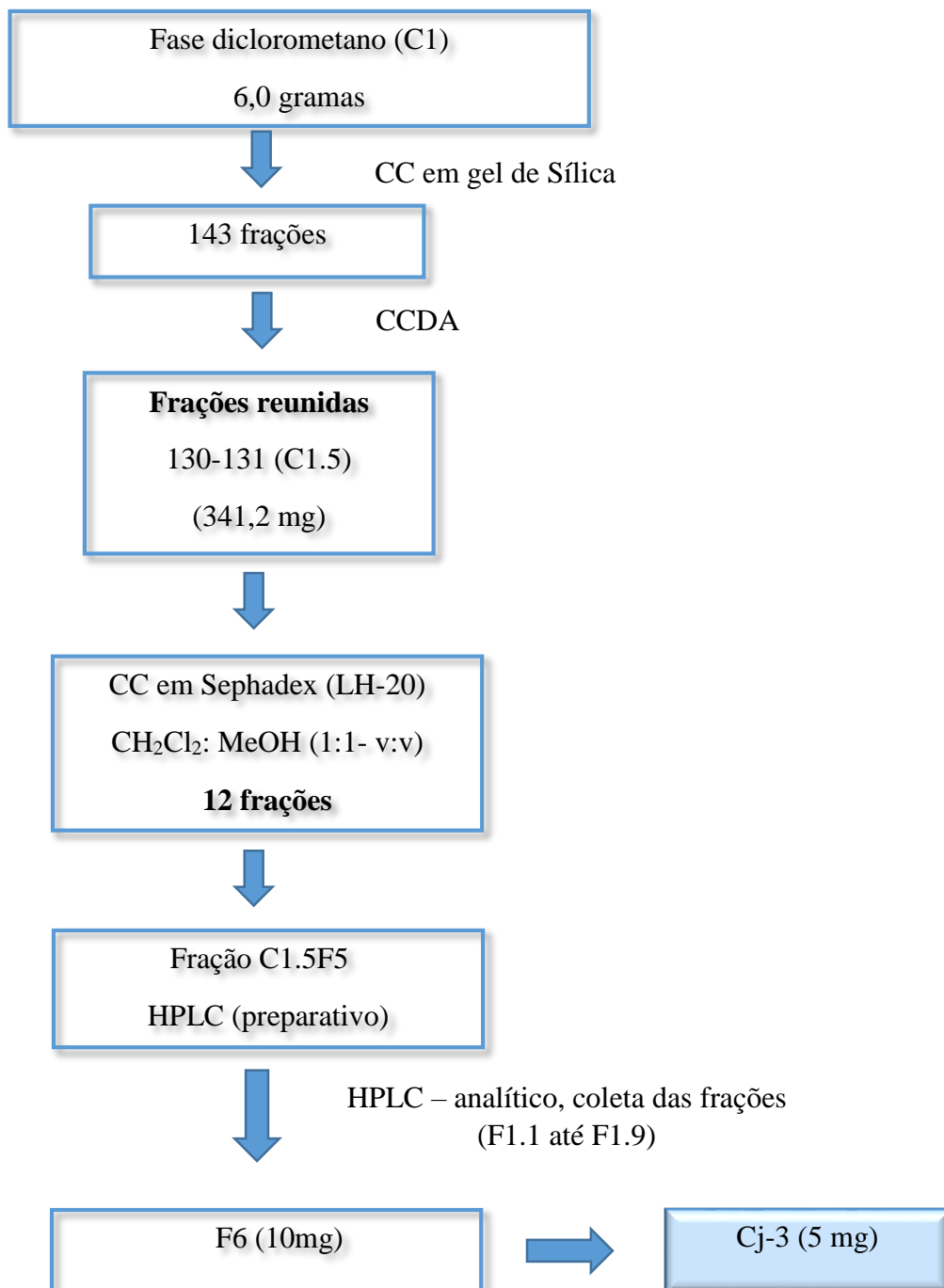
Fonte: Brito, 2018.

4.8.4 Cromatografia líquida de alta eficiência (CLAE)

A cromatografia líquida de alta eficiência (CLAE) foi realizada em um cromatógrafo analítico da marca Shimadzu, equipado com uma coluna de fase reversa C-18 da marca Kromasil, bomba LC-20AT, injetor automático SIL-20A HT e detector UV VIS SPD-M20A. Como fase móvel foi utilizada água ultrapura milli-Q[®] acidificada (0,1% ácido fórmico) e metanol grau HPLC da Merk. Em um cromatógrafo preparativo da marca Shimadzu, equipado com uma coluna de fase reversa C-18 da marca ACE, bombas LC-6AD, injetor manual, e detector UV VIS SPD-M10A. como fase móvel foi utilizada água ultrapura milli-Q[®] acidificada (0,1% ácido fórmico) e metanol grau HPLC da Merk. Este solvente também foi empregado no preparo da amostra.

Da fase diclorometano (6,0 g), foram originadas 143 frações, reunidas após observação dos seus fatores de retenção em cromatografia de camada delgada analítica (CCDA) utilizando diferentes sistemas de eluição em ordem crescente de polaridade, e com o auxílio do revelador físico com luz ultravioleta e comprimento de onda de 366 nm. Foram reunidas as frações 130-131 e em seguida submetidas a cromatografia em coluna utilizando como fase fixa Sephadex LH-20, e metanol (MeOH) como fase móvel, obtendo-se 12 frações, como mostrado no fluxograma abaixo.

Fluxograma 3 – Fluxograma geral de obtenção da fração C1.5F5 até isolamento de Cj-3.



Fonte: dados da pesquisa.

4.9 Métodos *espectroscópicos*

4.9.1 Espectroscopia de Ressonância Magnética Nuclear (RMN)

Os espectros de RMN, utilizando técnicas uni e bidimensionais, foram registrados em espectrômetros BRUKER AVANCE III operando a 400 MHz para o ^1H e 100 MHz para o ^{13}C , do Instituto de Pesquisa em Fármacos e Medicamentos (IPeFarM), da UFPB. Foi utilizada acetona- d_6 e metanol- d_4 como solventes. Os deslocamentos químicos (δ) foram expressos em partes por milhão (ppm) e as constantes de acoplamento (J) em Hz. As multiplicidades dos deslocamentos químicos de RMN de ^1H foram indicadas segundo as convenções.

4.9.2 Espectroscopia de massas (MS)

Os espectros de massas das substâncias foram obtidos utilizando o espectrômetro de massas de baixa resolução da marca Bruker, modelo micro TOFF II, com ionização por Eletrospray e analisador Ion-Trap AmazonX, respectivamente. As amostras foram preparadas com metanol grau HPLC da Merk, no Instituto de Pesquisa em Fármacos e medicamentos (IPEFARM), da UFPB.

4.10 Quantificação de metabólitos secundários

Na análise quantitativa, foi possível realizar uma triagem para os seguintes grupos de metabólitos secundários: taninos condensados, flavonoides e polifenóis totais. As análises foram realizadas em espectrofotômetro na região UV-VIS (Shimadzu), e ambos os métodos avaliaram a absorvância das soluções preparadas do extrato, definidas em metodologias específicas, frente a absorvância de soluções com reagentes padrões, a qual expressou os resultados baseados na concentração do metabólito secundário por miligramas equivalentes do reagente padrão. Inicialmente obteve-se uma curva de calibração, específica para cada metabólito, e todos os ensaios foram realizados em triplicata.

4.10.1 Teor de polifenóis totais

A determinação do teor de polifenóis totais foi realizada pelo método descrito por Chandra e Mejía (2004). Foi adicionado 1 mL da solução aquosa dos extratos a 1 mL do reagente de Folin-Ciocalteu 1N, e esta mistura permaneceu em repouso por 2 minutos. Em seguida, adicionou-se 2 mL de uma solução aquosa de carbonato de sódio (Na_2CO_3) a 20% (p/v), e a mistura permaneceu em repouso por mais 10 minutos. Em seguida, fez-se a leitura da absorbância a 757 nm em espectrofotômetro contra um branco composto por água destilada, reagente de Folin-Ciocalteu e solução a 20% de Na_2CO_3 .

Para a obtenção da curva analítica, uma solução padrão de $100 \mu\text{g mL}^{-1}$ de ácido gálico foi preparada pela dissolução de 10 mg do padrão em 100 mL de água destilada. A partir dessa solução foram feitas diluições em triplicata, de forma a obter soluções de 1, 3, 6, 9, 12, 15, 20, 25, 30, 35, e $40 \mu\text{g mL}^{-1}$. A concentração de polifenóis foi expressa em miligramas equivalentes de ácido gálico, obtendo-se a curva de calibração com a seguinte equação da reta: $y = 0,033x - 0,065$ ($R^2 = 0,9984$).

4.10.2 Teor de flavonoides

A determinação do conteúdo de flavonoides totais seguiu o método de Meda et al. (2005). Para 5 mL de cada solução (em metanol) do extrato foi adicionado o mesmo volume de uma solução (em metanol) de AlCl_3 a 2% (p/v). A mistura permaneceu em repouso por 10 minutos antes da leitura da absorbância a 415 nm, contra um branco composto pela solução de AlCl_3 .

A curva de calibração foi obtida a partir de uma solução padrão a $100 \mu\text{g mL}^{-1}$, preparada pela dissolução de 10 mg de quercetina em 100 mL de metanol. A partir dessa solução, foram feitas diluições em triplicata, obtendo-se soluções de quercetina nas concentrações de 2, 4, 6, 8, 10, 16, 22, 26, 28 e $30 \mu\text{g mL}^{-1}$. A concentração de flavonoides foi expressa em miligramas equivalentes de quercetina, e obteve-se a seguinte equação da reta: $y = 0,0253x + 0,0474$, ($R^2 = 0,994$).

4.10.3 Teor de taninos condensados

O teor de taninos condensados foi quantificado utilizando-se o método de Makkar e Becker (1993), no qual 0,5 mL da amostra do extrato vegetal foi adicionado a 3 mL de uma solução de catequina (4% p/v em metanol); em seguida, foi adicionado 1,5 mL de HCl concentrado (37%). A reação ocorreu em tubos de ensaio, mergulhados em água a cerca de 22 °C. A leitura foi realizada a 500 nm, contra um branco composto pela solução de catequina, HCl e uma solução de etanol 50% (v/v) em água.

A curva de calibração para este ensaio foi obtida a partir de uma solução padrão de catequina conseguida pela dissolução de 10 mg do padrão em 100 mL de metanol. A partir dessa solução, foram realizadas diluições em triplicata, de forma a obter soluções de catequina nas concentrações de 10, 20, 30, 40, 50, 60, 70, 80, 90 e 100 $\mu\text{g mL}^{-1}$. A concentração de taninos condensados foi expressa em miligramas equivalentes de catequina. As análises foram realizadas em triplicata.

4.11 Atividade antioxidante dos extratos

4.11.1 Sequestro do radical DPPH (2,2-difenil-1-picril-hidrazil)

A técnica foi adaptada de Rufino et. al. (2008) e Sousa et. al. (2007). A metodologia baseia-se na transferência de elétrons onde, por ação de um antioxidante, o DPPH (cor púrpura) é reduzido, formando difenil-picril-hidrazina, (coloração amarela), com conseqüente desaparecimento da absorção, podendo a mesma ser monitorada pelo decréscimo da absorbância. Preparou-se soluções dos seguintes extratos: EEB, EHA (casca e polpa), FCH₂Cl₂ e FAcOEt nas seguintes concentrações: 500 $\mu\text{g mL}^{-1}$, 300 $\mu\text{g mL}^{-1}$, 200 $\mu\text{g mL}^{-1}$ e 50 $\mu\text{g mL}^{-1}$. Um controle negativo foi feito pela adição de etanol e DPPH e o controle positivo foi feito pela adição de solução de um padrão de rutina e DPPH.

Adicionou-se a cada concentração dos extratos 40 μL de uma solução de DPPH, exceto nos brancos, onde foi adicionado o solvente etanol. Após a adição do DPPH, esperou-se 40 minutos e procedeu a leitura no espectrofotômetro a 517 nm. A capacidade de eliminar o radical DPPH (% de atividade antioxidante) foi calculada utilizando-se a equação 6, a partir dos resultados alcançados determinou-se a porcentagem de atividade antioxidante ou sequestradora de radicais livres (SRL).

$$SRL (\%) = \frac{(ABS\ controle - ABS\ amostra) \times 100}{ABS\ controle} \quad (6)$$

Onde,

ABS controle: absorvância da solução de DPPH sem a amostra;

ABS da amostra: absorvância da amostra com o DPPH.

4.11.2 Atividade antioxidante total (ATT)

Para o teste AAT empregou-se o método (Fosfomolibdênio), formado pela reação de fosfato sódico monobásico (0,498 g), molibdato de amônio (0,494 g) e de ácido sulfúrico, em meio aquoso, sendo o volume final ajustado com água destilada para 100 mL.

Os extratos EEB, FCH₂Cl₂, FAcOEt, EHA (casca e polpa), foram pesados na concentração 100 µg mL⁻¹ e diluídas na concentração de 400 µg.mL⁻¹. Foram separados em eppendorfs de 1,5 mL e misturou-se 1,0 mL da solução de fosfomolibdênio com 100 µL da amostra já diluída.

Fez-se uma solução de ácido ascórbico (AA) na concentração de 1µg mL⁻¹, pesando 1mg de ácido ascórbico e diluindo em 1mL de metanol. Misturou-se 1mL da solução de fosfomolibdênio com 100 µL da solução de AA.

Colocou-se as amostras em banho maria à seco por 90 minutos, na temperatura de 95 °C e em uma microplaca pipetou-se 200 µL do branco em triplicata e 200 µL da amostra e do AA em 2 poços. Os testes foram realizados em triplicata.

Como padrões, utilizou-se o ácido gálico (AG), a quercetina, e o hidroxitolueno butilado (BHT). Estes, são considerados, na literatura, como substâncias antioxidantes. As amostras foram deixadas à temperatura ambiente, para em seguida ser feita a leitura em espectrofotômetro à 695 nm. O resultado foi expresso em porcentagem de atividade antioxidante total, utilizando-se a seguinte equação:

$$AAT (\%) = \frac{Ab\ amostra - Ab\ controle}{Ab\ AA - Ab\ controle} \times 100 \quad (7)$$

Onde:

Abs controle = absorvância do branco;

Abs amostra= absorbância da amostra;

Abs AA= absorbância do ácido ascórbico

5 RESULTADOS E DISCUSSÕES

5.1 Caracterização físico-química da droga vegetal

5.1.1 Perda por dessecação

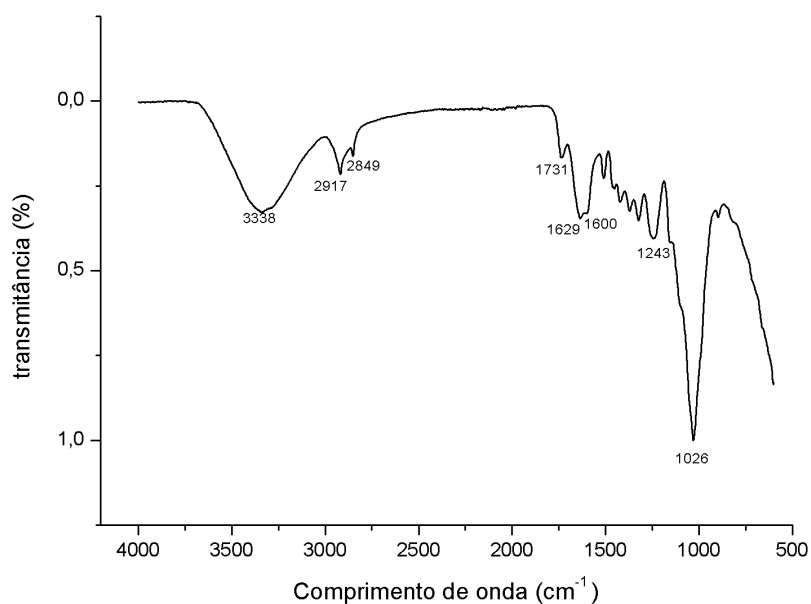
A média do valor obtido da perda por dessecação de *C. jamacaru* foi de 7,9 %, apresentando-se bem próximo, do valor estabelecido pela Farmacopeia Brasileira (2010), onde este resultado pode variar de 8 a 14%. A preocupação com um teor elevado de umidade na amostra, está relacionada especialmente com o controle microbiológico, em razão do excesso de água nas amostras ser prejudicial, o que favorece a atividade enzimática, a proliferação de microrganismos que poderão decompor os princípios ativos da planta e produzir substâncias nocivas à saúde, as quais se forem ingeridas podem ocasionar intoxicações (NASCIMENTO et al, 2005; SOUZA et al., 2017).

5.1.2 Teor de cinzas

A determinação do teor de cinzas qualifica a pureza do material e detecta a presença em excesso de substâncias ligadas e adulterações, o que pode evitar a exposição do consumidor ao risco real de uso de material vegetal inadequado (AMARAL et al., 2003). Neste estudo o ensaio de cinzas totais revelou percentual de 4,94% de matéria inorgânica, valor este, que se encontra conforme os limites determinados na Farmacopeia Brasileira (2010), que são abaixo de 14%, indicando que as mesmas não possuem excesso de terra e/ou areia ou outros contaminantes e o processo de higienização foram eficientes.

5.1.3 Espectro de Infravermelho com Transformada de Fourier (FTIR) de *C. jamacaru*

No espectro de IV da droga vegetal foi possível visualizar diversas bandas referentes a absorção de certos grupos funcionais como demonstra a figura 9.

Figura 9 – Espectro de infravermelho obtido da raiz de *C. jamacaru*

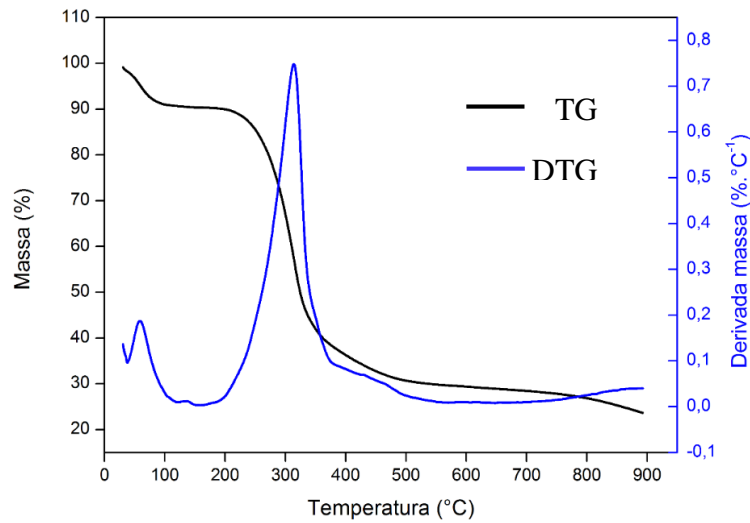
Fonte: dados da pesquisa.

Em 3338 cm⁻¹ foi observada uma banda larga, de média intensidade, indicativo de estiramento de grupos hidroxila (O-H). Na região de 2917 cm⁻¹ e 2849 cm⁻¹ observam-se dois picos de fraca intensidade, característicos de ligação do tipo C-H, em carbono com hibridização sp³. Em 1731 cm⁻¹ foi vista uma banda sugestiva de carbonila e em 1629 cm⁻¹ visualizou-se uma banda característica de estiramento C=C de anel aromático. Em 1243 cm⁻¹ e 1026 cm⁻¹ apareceram duas bandas referentes a grupos C-O e/ou C-N (PAVIA, et al., 2015). Esses dados corroboram com a quantificação de fenólicos totais.

5.1.4 Análise termogravimétrica (TG) e Análise térmica diferencial da droga vegetal

O termograma da droga vegetal mostrou que ocorreram duas etapas de decomposições na amostra, como mostradas na figura 10.

Figura 10 – Curva termogravimétrica (TG) da droga vegetal de *C. jamacaru*

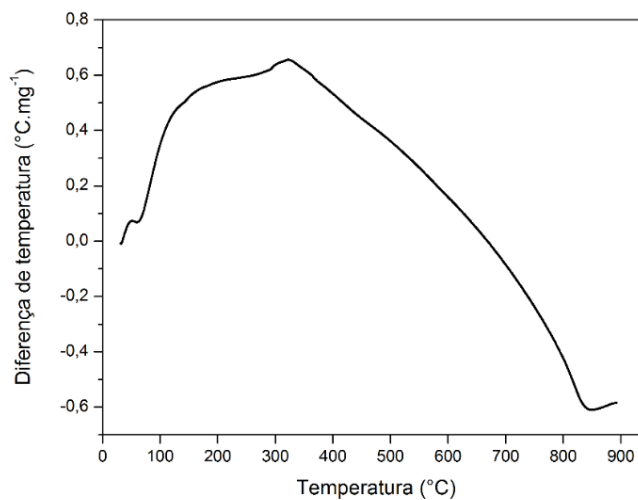


Fonte: dados da pesquisa.

O primeiro evento foi observado entre as faixas de temperatura de 39,03 °C – 133,03 °C com perda de massa de 7,593% associada a perda de umidade. Este evento pode estar relacionado a desidratação da droga vegetal, a eliminação dos compostos voláteis e de resíduos orgânicos de solventes orgânicos absorvidos presentes na amostra (VIEIRA, JR et al., 2005).

O segundo evento ocorreu entre as faixas de temperatura de 166,26 °C – 551,75 °C equivalendo a uma perda de 60,48% da massa do material. Essa perda significativa pode ser atribuída à liberação dos resíduos de solventes orgânicos e produtos de decomposição térmica, mostrada na figura 11 através da curva térmica diferencial (DTA).

Figura 11 – Curva térmica diferencial (DTA) da droga vegetal de *C. jamac*



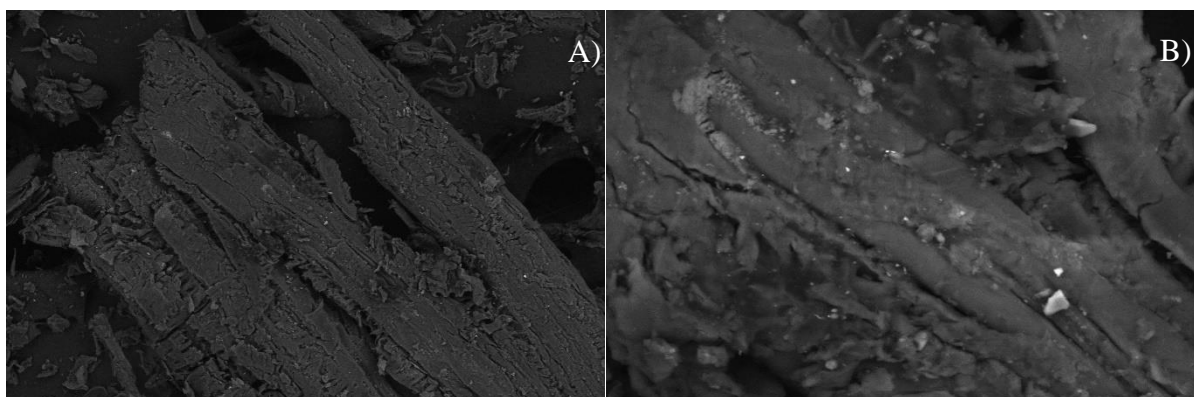
Fonte: dados da pesquisa.

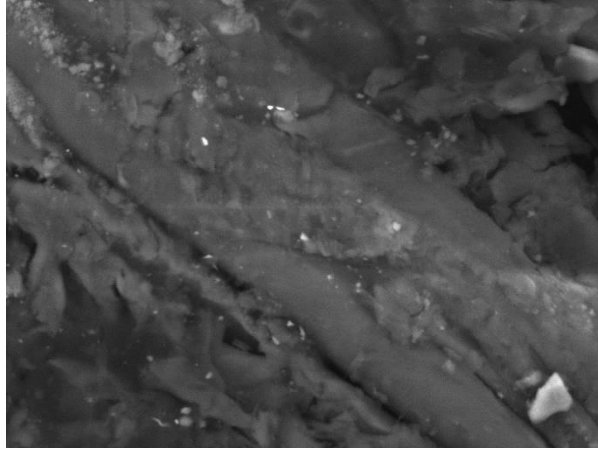
Conseguiu-se observar um único pico, sendo ele exotérmico na região de 100 a 300 °C, podendo provavelmente serem processos de adsorção e cristalização, oxidação ou polimerização e reações catalíticas, que estão relacionadas com a decomposição de matéria orgânica. Essas técnicas são importantes para a caracterização físico-química da droga vegetal, e também para o controle de qualidade.

5.1.5 Microscopia eletrônica de varredura (MEV)/ EDS da droga vegetal e dos frutos de *C. jamaru*.

A análise da morfologia da droga vegetal da raiz e dos frutos de *C. jamaru* foi realizado com magnificações de 500, 1000 e 3000x (Figura 12). Pode-se observar a autenticidade do material utilizado como matéria prima da raiz, havendo conservação das estruturas, mesmo após o processo de trituração. As imagens mostram a presença de poros brancos, o que pode sugerir em conjunto com o resultado da técnica EDS, grande quantidade de oxigênio na composição da planta. As partículas possuem formas irregulares aparecendo como aglomerados de partículas de diferentes tamanhos e morfologia.

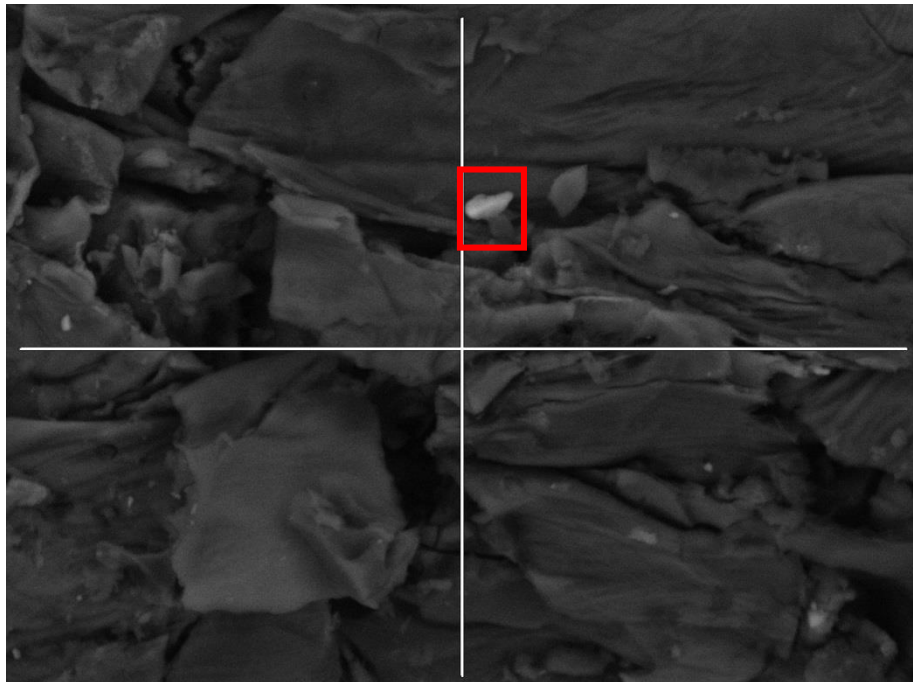
Figura 12 – Microscopia eletrônica de varredura da droga vegetal. Aumentos: 500x, 3000x e 5000x.





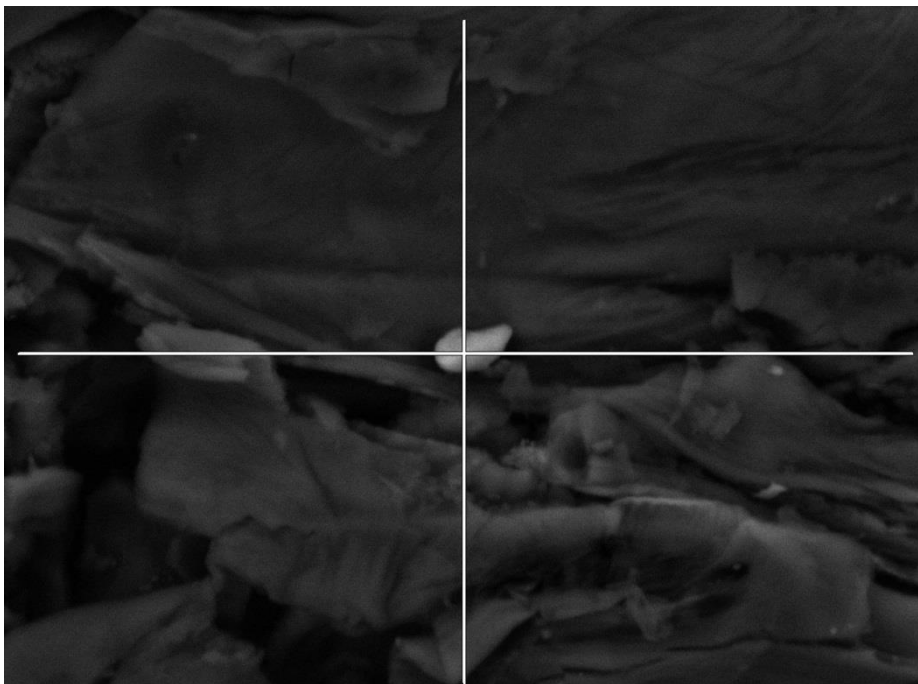
Fonte: dados da pesquisa.

Figura 13 – MEV pontual. Pontos selecionados da droga vegetal. Aumento 3000x



Fonte: dados da pesquisa.

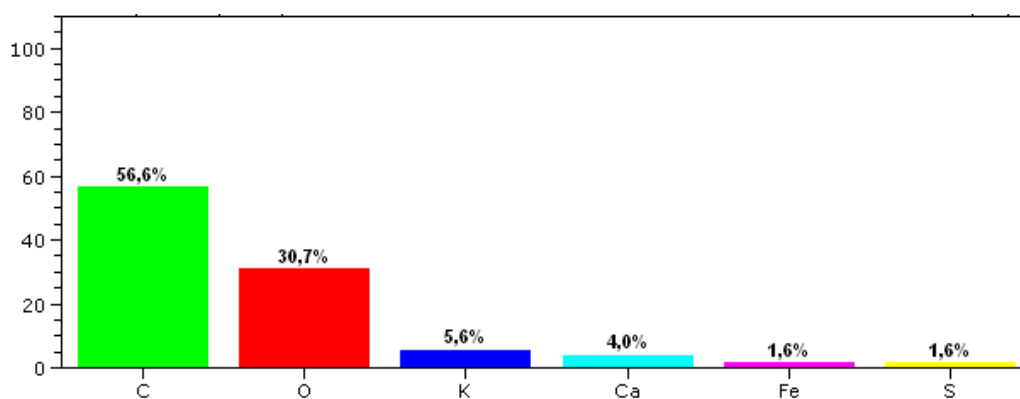
Figura 14 – MEV pontual. Pontos selecionados da droga vegetal. Aumento 5000x



Fonte: dados da pesquisa.

O resultado obtido para análise qualitativa e semi quantitativa da composição elementar da droga vegetal, está representada na figura 15.

Figura 15 – Espectroscopia de energia dispersiva do 1º, 2º e 3º ponto da droga vegetal de *C. jamaru*



Fonte: dados da pesquisa.

A EDS foi realizada no aumento de 3000x. Nas figuras 13 e 14 são visualizados os pontos onde foram realizadas as análises da composição das mesmas. Os resultados obtidos a partir dessa técnica permitiram identificar a composição qualitativa e semi-quantitativa sobre

as propriedades do material em estudo, através da interação entre os feixes de elétrons do equipamento com a amostra.

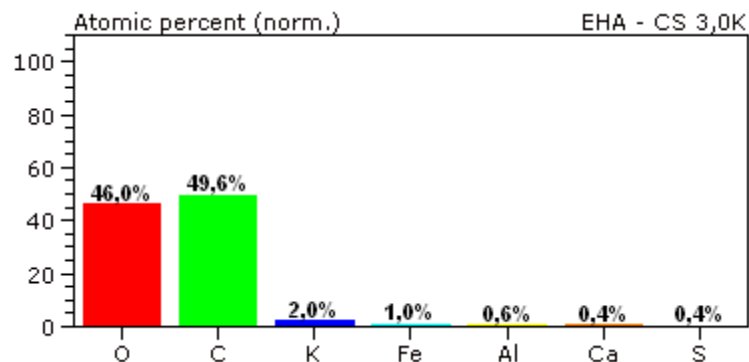
Pôde-se observar na figura 15 a presença de Carbono (56,6%), Oxigênio (30,7%), Potássio (5,6%), Cálcio (4,0%), Ferro (1,6%) e Enxofre (1,6%).

O perfil químico conseguido através da técnica EDS permitiu avaliar a variação da presença de elementos químicos, verificando a homogeneidade composicional da droga vegetal em variados aumentos. O uso de técnicas mais avançadas auxilia na comparação e confirmação de resultados posteriores, para que estes sejam mais conclusivos e confiáveis (CORREIA, 2015).

Do ponto de vista farmacológico, ambiental e toxicológico investigar a composição elementar é importante, porque a variação depende de vários fatores como: características do solo, que variam conforme a época do ano, condições edafoclimáticas.

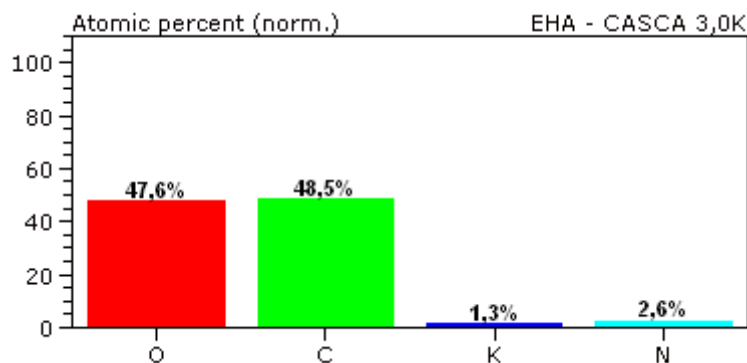
O resultado para os extratos da polpa e da casca estão apresentados nas figuras 16 e 17 respectivamente.

Figura 16 – Espectroscopia de energia dispersiva do 1º, 2º e 3º ponto do extrato da polpa (PE) de *C. jamaru*



Fonte: dados da pesquisa.

Figura 17 – Espectroscopia de energia dispersiva do 1º, 2º e 3º ponto do extrato da casca (SE) de *C. jamacaru*

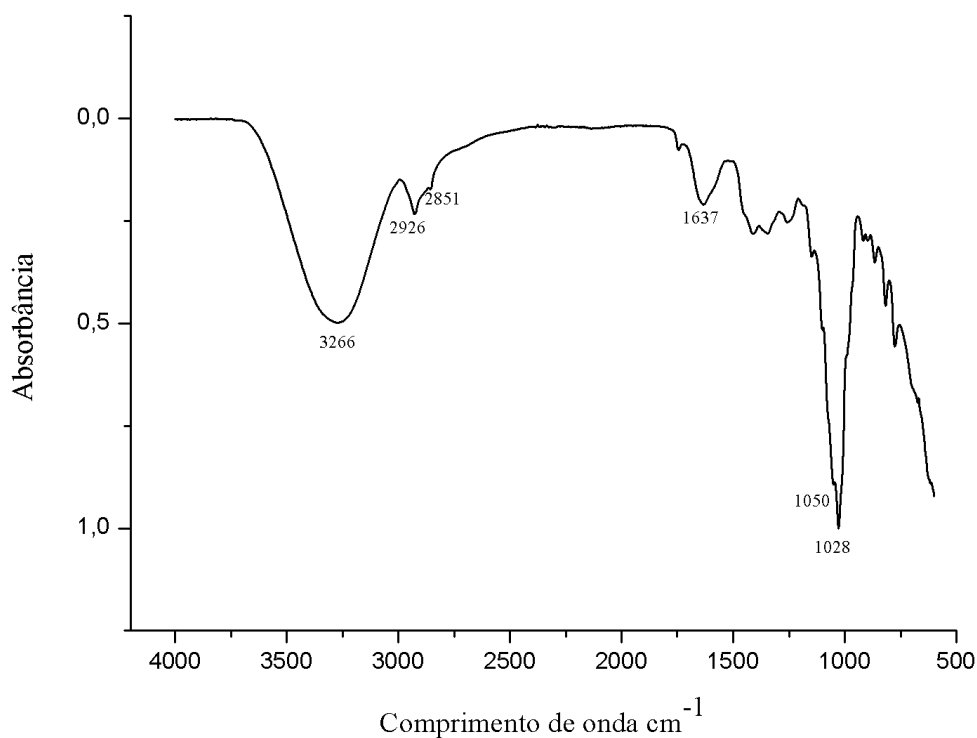


Fonte: dados da pesquisa.

Após a análise semi-quantitativa, foi possível identificar na composição elementar no extrato PE os elementos em maior quantidade O e C, oriundos dos constituintes orgânicos e, em menor quantidade K (2,0%), Fe (1,0%), Al (0,6%), Ca (0,4%), e S (0,4%), oriundos da fração mineral. Os elementos O e C (47,6 e 48,5%, respectivamente), oriundos da matéria orgânica também predominaram no extrato SE, estando em menor concentração N (2,6%) e K (1,3%). Devido à importância nutricional dos elementos encontrados, esses valores encontrados reforçam que os extratos liofilizados podem ser futuramente adaptados para o processamento de alimentos, para aproveitamento na suplementação da dieta humana.

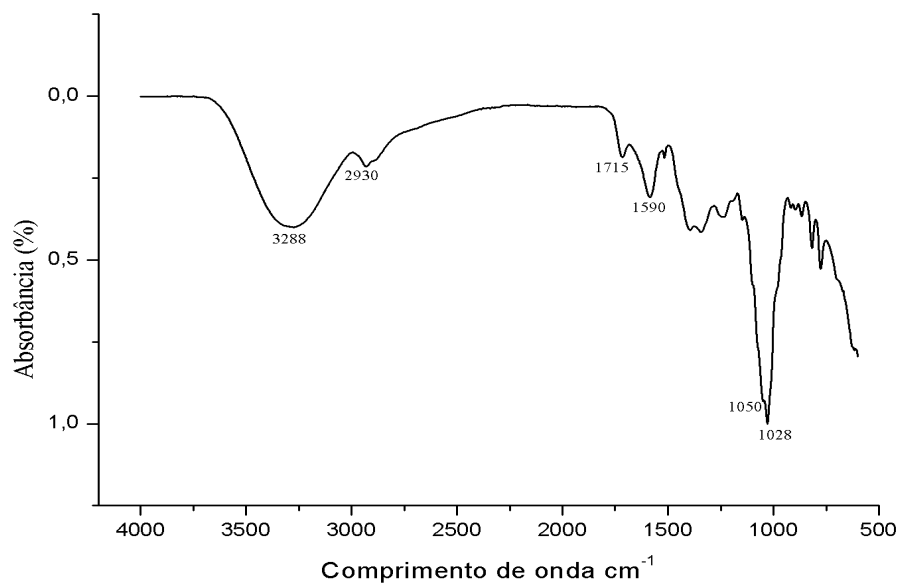
Os macronutrientes Ca e K são importantes para várias funções fisiológicas, atuando diretamente na contração muscular, participando na polarização e despolarização neuronal, e na estabilização dos ribossomos (MARET, 2016; RAINA et al., 2012).

O Fe, presente no extrato PE, é um micronutriente essencial devido à sua alta funcionalidade, além poder fazer parte da formulação de alimentos destinado para pacientes com deficiência de ferro, já que as principais funções desse mineral no organismo consistem na auxiliar na produção dos eritrócitos e na síntese da hemoglobina (MARET, 2016; SÁ et al. 2018).

Figura 18 – Espectro no infravermelho obtido do extrato da polpa de *C. jamaicarum*

Fonte: dados da pesquisa.

No espectro de IV para a polpa do fruto foi observada em 3266 cm^{-1} uma banda larga sugestiva de grupamento (OH). Em 2926 cm^{-1} e 2851 foram visualizados duas bandas de baixa intensidade indicativos de C–H com hibridização sp^3 . Em 1637 cm^{-1} foi observada uma banda de fraca intensidade que geralmente indica a presença de grupamentos C=C de anéis aromáticos e em 1028 cm^{-1} surgiu uma banda intensa característica de ligação C–O (SILVERSTEIN et al., 2006). A presença desses grupos funcionais nas amostras, característicos de estruturas de compostos fenólicos reforçam os resultados encontrados para o teor de fenólicos totais.

Figura 19 – Espectro de infravermelho obtido do extrato da casca de *C. jamaicarum*

Fonte: dados da pesquisa.

No espectro de IV da casca foram observados resultados semelhantes aos encontrados na polpa, como as bandas em 3288, 2930, 1715, 1590, 1050 e 1028 cm^{-1} sugestivas de estiramentos de O-H, C-H, C=O, C=C e C-O, respectivamente (PAVIA et al., 2015).

5.2 Composição centesimal

Os resultados obtidos para a composição centesimal e parâmetros nutricionais dos frutos estão demonstrados na Tabela 4.

Tabela 4 – Composição centesimal e parâmetro nutricionais dos frutos de *C. jamacaru*

Parâmetros	Média ± DP	
	Polpa	Casca
Sólidos totais a vácuo a 70 °C (g 100 g ⁻¹)	17,41 ± 1,62	8,59 ± 0,35
Cinzas totais – BU (g 100 g ⁻¹)	0,499 ± 0,006	0,518 ± 0,018
Cinzas totais – BS (g 100 g ⁻¹)	2,86 ± 0,03	6,03 ± 0,21
Proteínas – BU (g 100 g ⁻¹)	1,12 ± 0,04	1,65 ± 0,14
Proteínas – BS (g 100 g ⁻¹)	6,42 ± 0,23	19,16 ± 1,61
Gordura total – BU (g 100 g ⁻¹)	2,37 ± 0,10	0,0129 ± 0,0012
Gordura total – BS (g 100 g ⁻¹)	13,60 ± 0,55	0,150 ± 0,014
Fibra alimentar total – BU (g 100 g ⁻¹)	10,63 ± 1,04	-
Fibra alimentar insolúvel – BU (g 100 g ⁻¹)	9,51 ± 0,93	-
Fibra alimentar solúvel – BU (g 100 g ⁻¹)	1,12 ± 0,11	-
Fibra alimentar total – BS (g 100 g ⁻¹)	61,07 ± 5,99	-
Carboidratos totais – BU (g 100 g ⁻¹)	13,43	6,42
Carboidratos totais – BS (g 100 g ⁻¹)	77,12	74,66
Carboidratos disponíveis – BU (g 100 g ⁻¹)	2,79	-
Carboidratos disponíveis – BS (g 100 g ⁻¹)	16,04	-
Acidez titulável (g de ácido succínico 100 g ⁻¹)	0,403 ± 0,15	-
Valor energético total (kcal 100 g ⁻¹)	59,42	-
Valor energético total (kJ 100 g ⁻¹)	244,37	-
Vitamina C (mg 100 g ⁻¹)	4,0	3,0

* média obtida das três repetições +/- desvio padrão referentes a amostra expressa em (g 100g⁻¹) do produto em base úmida. BU- base úmida. BS- base seca. Não foi determinado (-)

Os valores observados para sólidos totais foram de 17,41% para a polpa, e 8,59% para a casca.

Os valores médios de cinzas observados nesta pesquisa foram 0,499 g 100 g⁻¹ para a polpa e 0,518 para a casca, e se mostraram superiores aos resultados encontrados por Almeida et al. (2009) que foi de 0,20 % para a polpa. As cinzas em alimentos são apontadas como parâmetro de qualidade, pois representam o conteúdo total de minerais das frutas. Seus elevados teores, retratam maiores concentrações de Ca, Mg, Fe, P, Na e outros minerais (KOBLITZ, 2011; ZENG; WANG, 2003). No presente estudo, o mineral predominante foi o K.

O teor de proteínas em base úmida de 1,12 g 100 g⁻¹ foi maior que o resultado obtido por Porto (2009), ao avaliar a polpa do fruto de *Cereus hildmannianus* (0,865 g 100 g⁻¹) e encontra-se dentro do intervalo aceito para a *Opuntia* spp. (0,21-1,6 %), sendo mais alto que o da *Opuntia dillenii*, outra cactácea. De acordo com a Tabela Brasileira de Composição de Alimentos (TACO, 2011), o resultado do teor de proteínas obtido nesse trabalho mostrou-se maior que diversos alimentos que compõe a tabela de alimentos por 100 gramas de parte comestível e são comuns na dieta humana, entre eles: ameixa (0,4 g) caju (1,0 g) melancia (0,9 g) e Goiaba (1,1 g), e menor que Kiwi (1,3 g), Maracujá (1,5 g) e Pequi (2,3 g). O teor de gordura de 2,37 g 100 g⁻¹ foi superior ao encontrado por Porto (2009) cujo valor foi 0,03 g 100 g⁻¹. Comparando novamente com os frutos da Taco (2011), o resultado deste trabalho foi semelhante aos frutos do maracujá (2,3 g).

No estudo realizado por Alencar et al. (2012) foi verificado que aproximadamente 60% da biomassa seca dos cotilédones das sementes de *C. jamacaru* é representada por lipídios, seguidos por proteínas, estando os açúcares solúveis presentes em menor quantidade. Dessa forma, segundo aqueles autores, os lipídios das sementes dessa espécie representam o nutriente de reserva mais abundante, sendo importante fonte de gordura para a polpa.

A análise da polpa revelou que o teor de fibra alimentar total (FAT) foi igual a 9,89%, e para as frações foi obtido um predomínio de fibra alimentar insolúvel (FAI), com 8,84%, e menor teor para a fibra alimentar solúvel (FAS), com 1,04%. O alto valor da FAI, deve-se possivelmente ao grande número de sementes. Estes dados confirmam que a polpa do mandacaru é uma boa fonte de nutrientes e fibras. É importante conhecer o teor de fibra alimentar total e de suas frações porque estas promovem efeitos fisiológicos benéficos. A natureza solúvel e insolúvel das fibras alimentares afetará não somente sua funcionalidade, mas também os efeitos fisiológicos. FAI estão presentes na parede celular do vegetal. Além de não serem digeridas no intestino delgado, nem digeridas por bactérias, as FAI estão associadas à porosidade, baixa densidade e capacidade de aumentar o volume fecal e diminuir o trânsito intestinal (ELLEUCH et al., 2011; MONTELLA et al., 2012). As FAS são responsáveis por possuírem a capacidade de aumentar a viscosidade e reduzir a glicemia e colesterol plasmático, bem como possui ação potencialmente prebiótica (ELLEUCH et al., 2011).

Os valores de FAT no mandacaru podem representar uma importante contribuição para alcançar as recomendações da Organização Mundial da Saúde que preconiza um consumo diário de 25 g de FAT (WORLD HEALTH ORGANIZATION, 2003; FOOD AND AGRICULTURE ORGANIZATION OF THE UNITED NATIONS, 2015). Uma porção de

100 g da polpa do mandacaru, se ingerida durante o período da sua safra, fornece 10,6 g 100 g⁻¹ de FAT, correspondendo a aproximadamente a metade do valor necessário de consumo diário das FAT, constituindo assim, uma boa fonte alimentícia de fibras.

Desse modo, os consumidores devem procurar produtos alimentares com alto teor de fibra alimentar para auxiliar a prevenir patologias diferentes, como constipação, cancro do cólon, doenças cardiovasculares e obesidade, entre outros (AYADI et al., 2009; KIM et al., 2012; TERNENT et al., 2007).

O valor energético para a polpa foi de 59,42 Kcal.

Os carboidratos totais foram os mais abundantes macronutrientes nos frutos, tanto na casca (6,42 g 100 g⁻¹) como na polpa (13,43 g 100 g⁻¹). A polpa apresentou duas vezes mais sólidos totais e carboidratos totais em comparação à casca, teor de gordura quase 200 vezes maior e teor de vitamina C aproximadamente 1,5 maior.

A acidez titulável encontrada nesse trabalho, (0,403 g de ácido succínico 100 g⁻¹) foi superior aos resultados encontrados por Nascimento et al. (2011), os quais constataram conteúdo de acidez titulável de 0,32 e 0,26% para os frutos do mandacaru provenientes da região de Carão-PE e Cachoeira-PB, respectivamente. De acordo com Brunini e Cardoso (2011), os teores de acidez total decrescem com o amadurecimento dos frutos em decorrência do processo respiratório e da utilização de ácidos orgânicos, como substratos nas reações metabólicas, o que poderia justificar as diferenças de acidez obtida neste e em outros estudos. Os autores relataram ainda, para o fruto de outra cactácea, *Tacinga inamoena* valores de acidez titulável de 0,53%, proveniente da região de Cachoeira-PB.

Os dados encontrados para teores de vitamina C foram 4 mg 100 g⁻¹ para a casca e 3 mg 100 g⁻¹ para a polpa. Esse resultado difere dos que foram encontrados por Silva e Alves (2009), onde para a polpa e para a casca de frutos de mandacaru foram encontrados 100 mg 100 g⁻¹ e 80 mg 100 g⁻¹, respectivamente. Estas diferenças de teor de ácido ascórbico nos alimentos podem ser justificadas pela maturação dos frutos e época de colheita, que interferem na composição nutricional dos mesmos. Valores mais próximos deste estudo foram obtidos por Lima et al. (2005) para os frutos de outra cactácea, com valores variando de 0,34 a 1,00 mg 100 g⁻¹ em polpas de *Pilosocereus pachycladus* (facheiro).

Tabela 5 – Valores encontrados para análises físico químicas dos frutos de *C. jamacaru*

Parâmetros	Média (%)	
	Polpa	Casca
pH	3,92	3,91
Umidade a 105 °C*	84,48 ± 1,87	93,79 ± 0,25
Umidade a vácuo a 70 °C*	82,59 ± 1,62	91,41 ± 0,35
Sólidos solúveis (g/100 g)	10,60	-
Atividade de água	0,984	0,995

Fonte: dados da pesquisa. *Desvio padrão para umidade a 105 °C e umidade a vácuo 70 °C.

A polpa e casca de frutos do mandacaru são considerados ácidos, uma vez que o pH encontrado está dentro da faixa entre 3,7 e 4,5 segundo a classificação de Baruffaldi e Oliveira (1998). Os resultados de pH presentes na polpa e na casca do mandacaru corroboram com os obtidos por Silva e Alves (2009), ao avaliarem as características físico-químicas do *C. jamacaru*, os quais também estiveram dentro da mesma classificação.

O valor do pH interfere de maneira relevante não só no desenvolvimento de microrganismos, mas também outros componentes e processos, como estabilidade enzimática, formação de gel e estabilidade das proteínas e vitaminas (RAHMAN, 2007). Os resultados encontrados nesse trabalho nos indica que esses frutos apresentam características apropriadas para o seu processamento, armazenamento e conservação, pois são pouco susceptíveis a contaminação de microrganismos por *Clostridium botulinum* encontrados nos alimentos embutidos (BARUFFALDI; OLIVEIRA, 1998).

Tanto para a casca (93,79%) como para a polpa (84,48%), as médias encontradas para umidade obtida em estufa a 105 °C foram superiores às obtidas por secagem a vácuo 70 °C, sendo 91,41% e 82,59% para casca e polpa, respectivamente. Esses valores são semelhantes aos encontrados no trabalho de Almeida et al. (2009). Se a temperatura de secagem for muito alta, nesse caso, 105 °C, pode haver decomposição de alguns dos componentes voláteis presentes no fruto os quais são sensíveis ao calor. Isso poderá causar uma mudança na massa da amostra e poderá induzir a erros na determinação do teor de umidade, ocasionando uma superestimação desse teor. Um exemplo de decomposição que interfere na determinação do teor de umidade é a dos carboidratos. A água que é liberada através da reação durante o aquecimento, não é a água que estamos tentando medir, e sim água eliminada da massa da

amostra (CECCHI, 2003; MASSACHUSETTS, 2003). Esse fato, justifica os valores elevados de teor de umidade tanto para a polpa quanto para a casca, na secagem a 105 °C, quando comparados a secagem à vácuo em 70 °C, que pelo emprego da temperatura reduzida, pode manter a amostra preservada, evitando a formação de crostas na superfície, que dificultariam a evaporação da água.

Segundo os autores, um elevado teor de umidade, é uma característica que não favorece a conservação do fruto, havendo a necessidade de armazená-lo sob refrigeração, para que haja preservação das suas características nutricionais, e que evite a deterioração. Este fator contribui para a alta perecibilidade de *C. jamaçaru*. Segundo a classificação de Rhaman (1999), o qual propôs uma tabela com o tempo de armazenamento de alguns alimentos frescos, em condições normais atmosféricas, as frutas e vegetais são considerados semi perecíveis e devem ser consumidos em até duas semanas.

A condensação da umidade em alimentos, ou a exposição dos mesmos a uma atmosfera úmida favorece o crescimento microbiano e, ocasionalmente, é capaz de promover o desenvolvimento de insetos, além de causar indiretamente à deterioração, resultando assim em auto-aquecimento destrutivo desses alimentos (RAHMAN, 2007).

Como consequência, o conhecimento dos valores de atividade de água (a_w), umidade, e pH é fundamental, pois essas variáveis influenciam nas modificações físicas e químicas, além de serem importantes para o controle microbiológico e conservação, além de auxiliar na decisão de uso deste fruto na elaboração de novos produtos pois irá interferir em suas características (TERRA, FREITAS, CICHOSKI, 2007). O aumento microbiano nos alimentos resulta na deterioração dos mesmos, com o desenvolvimento de aparência indesejável e sabor desagradável para o consumo e, em certos casos, os alimentos podem também tornar-se inseguros e inadequados para ingestão (RAHMAN, 2007).

A maioria dos microrganismos, se desenvolve rapidamente em níveis de a_w entre 0,98 a 0,995 (ORDÓÑEZ PEREDA et al., 2005), valores verificados para a polpa e casca do mandacaru estudadas nesse trabalho.

Os microrganismos possuem diferentes níveis mínimos de a_w para o seu crescimento. As bactérias são geralmente as mais sensíveis e quase todas são inibidas em uma a_w menor que 0,90 até 0,91 (ABBAS et al., 2009). Como os resultados obtidos nesse trabalho foram superiores, é indicado que os frutos do mandacaru sejam submetidos a processamentos, ou agentes químicos que inibam o crescimento desses microrganismos.

Os sólidos solúveis obtidos nesse trabalho foram de 10,60% e estiveram dentro da faixa dos valores citados no trabalho de Guerrero-Beltrán e Ochoa-Velasco (2018) para frutos de outras espécies de *Opuntia* spp. que variaram entre 9,7% a 16,4%. Rodrigues (2010) caracterizando o desenvolvimento de frutos de *Selenicereus setaceus* (pitaia), conhecida como saborosa, observou que a concentração de sólidos solúveis (SS) e açúcares solúveis totais (AST) aumentou acentuadamente com a evolução dos estádios de desenvolvimento, com valores máximos após um longo tempo depois da coleta. Os valores observados para SS e AST foram de 17,6% e 11,57 % respectivamente, bem próximos dos resultados obtidos nesse estudo.

A qualidade dos frutos de pitaia apresentam aumento de deterioração durante a pós-colheita e armazenamento (LI et al., 2017), e com este processo, reações bioquímicas, oxidação e degradação de compostos de interesse ocorrem, levando a senescência dos frutos.

5.3 Fenólicos totais e atividade antioxidante dos frutos

Neste estudo, o teor de fenólicos dos frutos *in natura* e extratos liofilizados da polpa e da casca de *C. jamaicaru* foi expresso em miligrama de ácido gálico por grama de extrato (mg GAE / g extrato) assim como o EC₅₀ e a capacidade antioxidante total, que estão apresentados na Tabela 6.

Tabela 6 – Conteúdo de fenólicos totais, percentual de inibição do radical DPPH, EC₅₀ e capacidade antioxidante total das amostras (polpa e casca) do mandacaru

Parâmetros	Média			
	Polpa <i>in natura</i>	Casca <i>in natura</i>	Extrato PE	Extrato SE
Fenólicos totais (mg eq GAE 100 g ⁻¹)	107,31	117,18	695,33	5.208,80
Inibição do radical DPPH (%)*	66,36	41,87	65,23	93,18
EC ₅₀ (g amostra L ⁻¹ sol. 100 µM de DPPH)	88,31	131,75	15,28	3,56
Capacidade antioxidante total (g amostra g ⁻¹ DPPH)	92,61	138,18	16,76	3,79

DPPH = 2,2-difenil-1-picrilhidrazil; EC₅₀ = quantidade de amostra necessária para reduzir a concentração inicial de DPPH em 50%; DPPH* = Valores para a concentração máxima da amostra utilizada no ensaio: 200 L de extrato de amostra adicionado a 2.800 L de solução de 100 M de DPPH (volume total 3mL).

As amostras de casca e de polpa *in natura* apresentaram concentração de fenólicos totais próximas entre elas (117,18 mg eq GAE 100 g⁻¹ e 107,31 mg eq GAE 100 g⁻¹, respectivamente). Os resultados obtidos foram bastante próximo ao encontrado para pitaia de polpa branca no trabalho realizado por Abreu et al. (2012), com valores médios para de 118,18 mg GAE 100 g⁻¹.

Diversos estudos têm sido realizados sobre o consumo de compostos fenólicos, bem como sobre a contribuição desses compostos para a dieta humana. Para a população brasileira, a ingestão dietética de flavonoides está na faixa de 60 a 106 mg / dia, de acordo com Arabbi, Genovesi e Arolo (2004). Considerando que 100 g de mandacaru fornece quantidade superior a 100 mg de fenólicos totais, é possível inferir que esses frutos podem representar uma boa fonte alimentar para aumentar e, até mesmo dobrar, o consumo diário dos compostos fenólicos na população brasileira, especificamente na região Nordeste, tendo como base tal tamanho de porção. Em estudos realizados por Faller e Fialho (2009), sobre a disponibilidade de polifenóis em frutas e hortaliças consumidas no Brasil, os autores observaram teores de 85,1; 215,7; 15,3 e 110,5 mg 100 g⁻¹ para o abacaxi, a banana, o mamão e manga. Comparando os resultados obtidos nesta pesquisa com aqueles encontrados por Faller e Fialho (2009), o teor de fenólicos totais do presente estudo para o mandacaru é comparável ao que se é ingerido para a manga considerando o mesmo tamanho de porção dessas frutas.

Quando foram obtidos os extratos hidroalcoólicos liofilizados da casca e da polpa, foi verificada uma concentração do conteúdo de compostos fenólicos, sendo obtida concentração 7,5 vezes maior para o extrato SE (5.208,80 mg eq GAE 100 g⁻¹), em comparação ao extrato PE (695,33 mg eq GAE 100 g⁻¹). Vasco, Ruales, e Kamal-Eldin (2008) classificaram os frutos quanto ao conteúdo de polifenóis e os colocou em três categorias: baixa (< 100 mg 100 g⁻¹ de GAE), moderada (100–500 mg 100 g⁻¹ de GAE) e alto (> 500 mg 100 g⁻¹ do GAE). Esta classificação foi usada em outros estudos realizados por Rufino et al. (2010) e também por Souza et al. (2012). Portanto, a casca e a polpa do mandacaru seriam consideradas fontes moderadas de polifenóis e ambos os extratos poderiam ser classificados como fontes altas desses bioativos. Dessa forma, os extratos produzidos neste estudo, especialmente o da casca, podem ser ingredientes interessantes para o enriquecimento de formulações alimentícias com compostos fenólicos.

Compostos fenólicos são considerados antioxidantes e evidências sugerem que o consumo de frutas ricas nesses compostos são benéficas para a saúde devido à capacidade de

prevenir doenças crônicas como câncer, doenças cardiovasculares, catarata, disfunção cerebral e imunológica entre outras (HERRERA-HERNÁNDEZ et al., 2011; VINSON et al., 1998).

Comparando-se os resultados obtidos entre a polpa e a casca, a polpa apresentou o menor valor de concentração necessária para reduzir em 50% a ação do radical DPPH (88,31 g amostra L⁻¹ sol. µM de DPPH), enquanto que a casca apresentou o valor de (131,75 g amostra L⁻¹ sol. µM de DPPH). Entre os extratos PE e SE, o SE apresentou menor valor 3,56 g amostra L⁻¹ sol. µM de DPPH), ou seja, exibiu melhor potencial em sequestrar os radicais livres DPPH, indicando que essa amostra, apresenta uma elevada capacidade antioxidante, pois com uma quantidade pequena de consumo, já é possível reduzir a quantidade de DPPH pela metade.

Em relação à porcentagem de inibição dos radicais DPPH (%), os valores médios obtidos no presente estudo para as amostras, com a alíquota máxima utilizada no ensaio (0,02 mL de extrato de amostra para o volume total de 3 mL com 100 µM de DPPH) foram para a polpa e casca superiores a concentração de 60% e 41% respectivamente. Já para os extratos PE e SE respectivamente foram de 65% e 93%.

Melo et al. (2008) classificou a força da atividade dos extratos de frutas de acordo com a porcentagem de inibição do DPPH. Atividades acima de 70% foram consideradas eficazes no sequestro do radical livre DPPH, entre 50 e 70%, consideradas ação moderada e abaixo de 50%, ação fraca. De acordo com essa classificação a polpa do mandacaru pode ser conceituada como ação moderada, a casca classificada como fraca e os extratos PE e SE considerados como moderado e eficazes, respectivamente.

A capacidade antioxidante total (g amostra g⁻¹ DPPH) encontrada para a polpa foi de 92,61 e para a casca de 138,18. Para o extrato PE o valor obtido foi 16,76 e para o extrato SE foi de 3,79. Estudos realizados por Rufino et al. (2010) obtiveram valores semelhantes para a jussara (70,1 g amostra g⁻¹ DPPH) e jaboticaba (138 g amostra g⁻¹ DPPH).

Geralmente, a atividade antioxidante e outras propriedades e funções fisiológicas dos compostos, estão associadas as estruturas, onde o número e a posição dos grupos hidroxila (OH) e a presença de substituintes como radicais metoxi e glicose ligados nas moléculas, podem reduzir ou melhorar as atividades biológicas (ARUWA, AMOO e KUDANGA, 2018; CAI et al., 2006).

5.4 Screening fitoquímico preliminar

Os resultados do *screening* fitoquímico preliminar obtidos das raízes estão demonstrados na Tabela 7.

Tabela 7 – Resultados encontrados para triagem fitoquímica preliminar de *C. jamacaru*

Metabólito Secundário	Testes realizados	Resultado
Saponinas espumílicas	Teste de espuma	-
Polissacarídeos	Reação com Lugol	-
Fenóis e Taninos	Cloreto Férrico	-
Flavonoides	Reação de Shinoda	-
Esteroides e Terpenoides	Reação de Liebermann-Burchard	+
Alcaloides	Bouchardat, Dragendorff, Mayer	+ / + / +

Fonte: Dados da pesquisa. Legenda: positivo (+), negativo (-).

Analisando os resultados dessa triagem, podemos dizer que apenas os metabólitos secundários alcaloides e esteroides foram detectados. Resultados semelhantes, foram encontrados por Brhun e Lindgren (1976), os quais identificaram no mandacaru a presença do alcaloide tiramina, comum em outras espécies de cactos. Em estudos mais recentes desenvolvidos por Davet (2005), foi demonstrado que as hastes de *C. jamacaru* são ricas em alcaloides e esteroides, confirmando o indicado pela literatura para as cactáceas.

É importante considerar que testes qualitativos não possuem uma elevada sensibilidade, por isso é necessário realizar outras análises quantitativas para comprovar a existência ou não do metabólito secundário na planta em estudo.

5.5 Quantificação de metabólitos secundários

Com relação aos flavonoides totais (Tabela 8), os extratos EEB e FCH₂Cl₂ das raízes apresentaram os maiores valores. Os flavonoides também possuem capacidade de efeitos benéficos para a saúde, consequência de sua atividade antioxidante na captura dos radicais livres ou através da quelação de íons metálicos (KUMAR; PANDEY, 2013). De acordo com a classificação de Vasco et al. (2008) os extratos da polpa do mandacaru estariam classificados como de baixo teor de compostos fenólicos totais, e consequente teor baixo de flavonoides.

Para a quantificação de taninos, o EEB e a FCH₂Cl₂ apresentaram as maiores concentrações, mostrados na Tabela 8.

Tabela 8 – Teor de compostos bioativos presentes nos extratos EEB, FAcOEt, FCH₂Cl₂, FHex, EHAP dos frutos e das raízes do mandacaru

Extrato	Flavonoides totais ¹ (mg g ⁻¹)	Polifenóis ² (mg g ⁻¹)	Taninos condensados ² (mg g ⁻¹)
EEB	58,052	27,971	2562,785
FHEX	14,082	-	-
FCH ₂ Cl ₂	52,127	564,099	466,780
FAcOEt	48,118	302,601	-
EHAP	-	37,763	-

Fonte: dados da pesquisa. Legenda: EEB: extrato etanólico 1 mg de equivalente de ácido gálico (EAG) g⁻¹ amostra); ² mg de equivalente de catequina (CAE) g⁻¹ amostra.

5.6 Atividade antioxidante: sequestro do radical DPPH das fases

A capacidade da F95, obtida da coluna cromatográfica realizada com a fase CH₂Cl₂ no sequestro do radical livre estável de DPPH em várias concentrações mostrou-se eficaz, como indicado nos cálculos da SRL (%) da Tabela 9.

Tabela 9 – Porcentagem do sequestro de radicais livres (SRL%) da F95

Concentrações testadas ($\mu\text{g mL}^{-1}$)	31,25	62,5	125	250	500	1000
SRL 1 (%)	29,7476	52,0584	76,7596	86,9853	88,5790	90,3054
SRL 2 (%)	29,4820	51,3944	75,8300	87,6494	89,1102	90,0398
SRL 3 (%)	30,0132	51,7928	76,6268	87,9150	89,3758	89,7742
Média	29,75	51,75	76,41	87,52	89,02	90,04
DP	0,27	0,33	0,50	0,48	0,41	0,27

Fonte: dados da pesquisa.

Apenas a amostra F95 apresentou um resultado promissor, mostrando que a mesma conseguiu sequestrar 50% do radical DPPH na concentração baixa de $62,5 \mu\text{g mL}^{-1}$, sendo classificada como um composto com boa atividade antioxidante.

Santana (2016) em seu estudo, mostrou que as raízes do mandacaru apresentaram uma baixa capacidade do sequestro do radical DPPH, da fração hidrometanólica.

5.7 Atividade antioxidante *total da fase*

Analisando a capacidade antioxidante total (CAT) das amostras (Tabela 10), o melhor resultado é o correspondente a FCH_2Cl_2 (54,08%), pois foi o que mais se aproximou do valor do padrão Quercetina (Q). Quando as amostras possuem uma CAT maior que 50%, já podem ser consideradas promissoras. A amostra EEB, quando comparada ao padrão BHT apresenta valores semelhantes, indicando que possui atividade antioxidante, porém não tão elevada.

Tabela 10 – Porcentagem da capacidade de atividade antioxidante total

AMOSTRAS	CAPACIDADE ANTIOXIDANTE TOTAL (CAT) - %
FCH ₂ Cl ₂	54,08 ± 0,36
FAcOEt	47,15 ± 0,40
FEEB	22,85 ± 0,28
FCH ₂ Cl ₂ F95	30,22 ± 0,30
EHACS	28,07 ± 0,28
QUERCETINA (Padrão)	68,34 ± 0,52
ÁCIDO GÁLICO (Padrão)	16,41 ± 0,52
BHT (Padrão)	20,22 ± 0,70

Fonte: dados da pesquisa. Legenda: FEEB: extrato etanólico bruto; EHA: extrato hidroalcoólico; FHA: fração hidroalcoólica; EHACS: extrato hidroalcoólico da polpa com semente.

5.8 Compostos isolados

5.8.1 Identificação de Cj-1

O composto codificado por Cj-1 caracterizou-se por ser um sólido amarelo, solúvel em acetona. O espectro de RMN de ^1H (Acetona- d_6 400 MHz), (Figura 21) mostrou a presença de dois dubletos em δ_{H} 7,15 (d, $J=1,9$ Hz, 1H) e 6,83 (d, $J=8,2$ Hz, 1H), além de um sinal em 7,03 (dd, $J=1,7$ e 8,2 Hz, 1H), o que sugere a presença de um anel aromático trissubstituído (Figura 20- pág. 92).

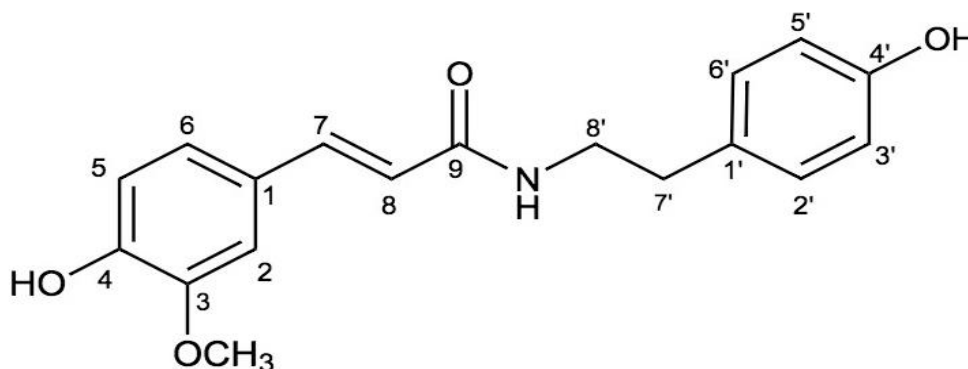
No espectro de RMN de ^{13}C , (δ , acetona- d_6 , 100 MHz), técnica APT, foi possível observar os sinais em δ_{C} 128,27; 111,26; 148,60; 149,08; 116,04 e 122,55 (Figura 24- pág. 96), que de acordo com Davet (2005) podem ser atribuídos para os carbonos 1, 2, 3, 4, 5 e 6, do anel trissubstituído, sendo que os sinais em δ_{C} 148,60 e 149,08 são característicos de carbonos não hidrogenados com substituintes oxigenados, o que levou a inferir que um carbono sustentará a metoxila e o outro uma hidroxila. Os sinais de δ_{C} 140,35; 120,02 e 166,44 foram atribuídos para as posições 7, 8 e 9 (Figura 20- pág. 92) respectivamente e permitiram deduzir que o composto trata-se de uma alcanida (CAVALCANTE et al., 2010). Os carbonos δ_{C} 35,75 e 41,80 correspondem aos dois grupos metilênicos do composto e os sinais em δ_{C} 130,52 e 116,07 foram atribuídos aos carbonos 2' - 6' e 3' - 5' do segundo anel aromático dissubstituído.

Os sinais em δ_{H} 7,05 (d, $J= 8,3$; Hz, 2H) e 6,75 (d, $J=8,6$ Hz, 2H) permitem sugerir a presença de um segundo anel aromático com sistema típico AA'BB'. Além disso foram vistos também os sinais em δ_{H} 2,74 (t, $J=7,2$ Hz, 2H) e 3,48 (m, 2H), característicos de hidrogênios metilênicos, sinais em δ_{H} 7,44 ($J= 15,6$ Hz, 1H) e 6,49 ($J=15,6$ Hz, 1H) (Figura 20- pág. 92), sugestivos da presença de grupamentos vinílicos com estereoquímica *trans*, e um singlete em δ_{H} 3,86 (s, 3H) característico de metoxila aromática.

A interpretação dos sinais de RMN de ^1H e ^{13}C (Tabela 11- pág. 92) aliados aos dados da literatura (CAVALCANTE et al. 2010; SILVA, J., 2016), permitiram identificar o composto Cj-1 como sendo o *N-trans* feruloiltiramina, isolado anteriormente na família Cactaceae na espécie *Pilosocereus gounellei* (MACIEL et al., 2016), e em *Tacinga inamoena* (SILVA, J., 2016), mas sendo isolado pela primeira vez no gênero *Cereus* e na espécie *C. jamacaru*. Nos vegetais, a tiramina ligada ao ácido cinâmico ou derivados é responsável pela cicatrização nos casos de ferimentos ou à resistência antifúngica (DAVET, 2005). A *trans* feruloiltiramina possui ação contra ervas daninhas, melhora a germinação das sementes (CAVALCANTE et al.,

2010) e também possui ação anti-inflamatória pelo mecanismo de inibição da enzima COX (PARK, 2009).

Figura 20 – N-*trans*- feruloil tiramina.

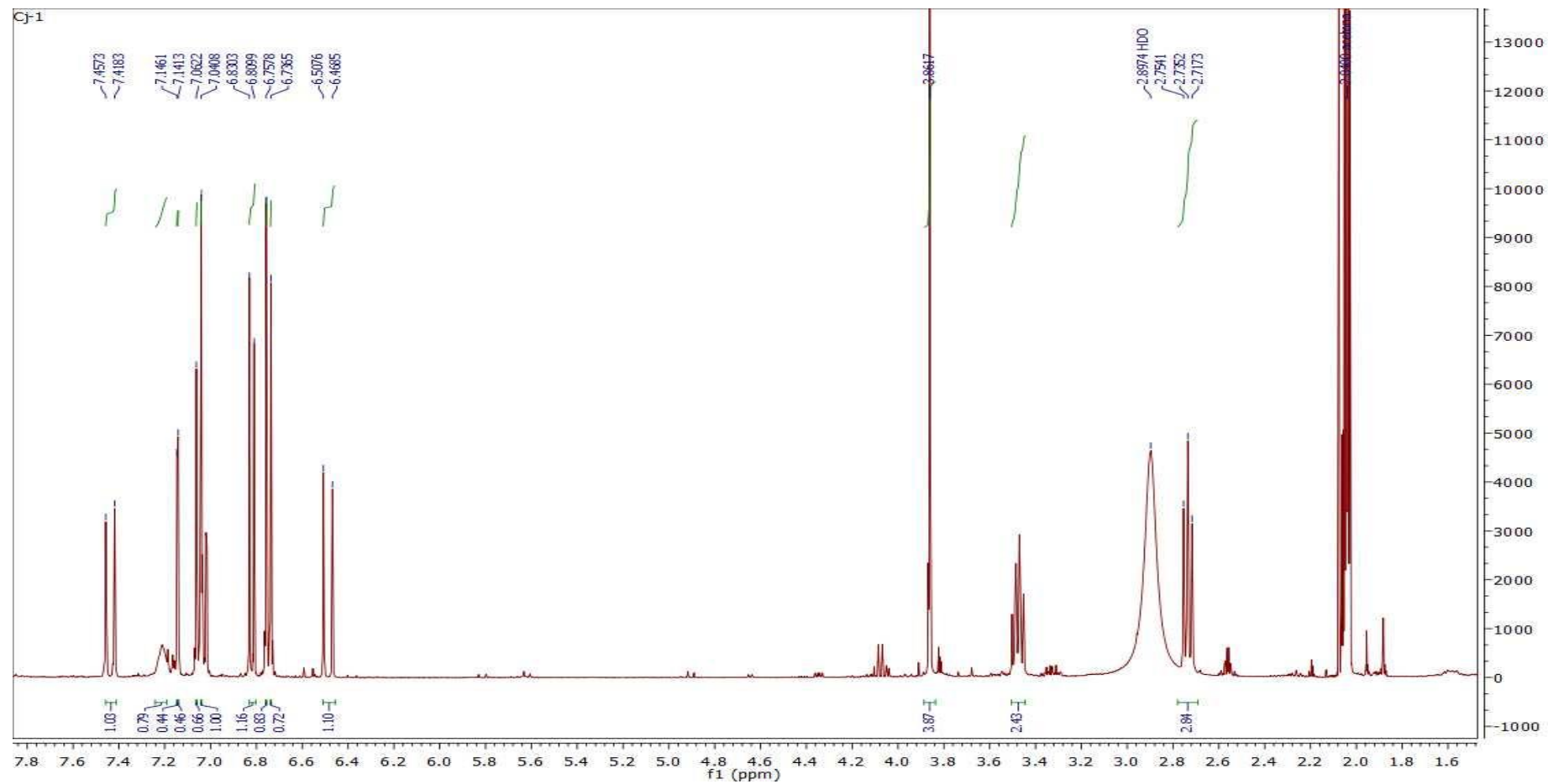


Fonte: dados da pesquisa.

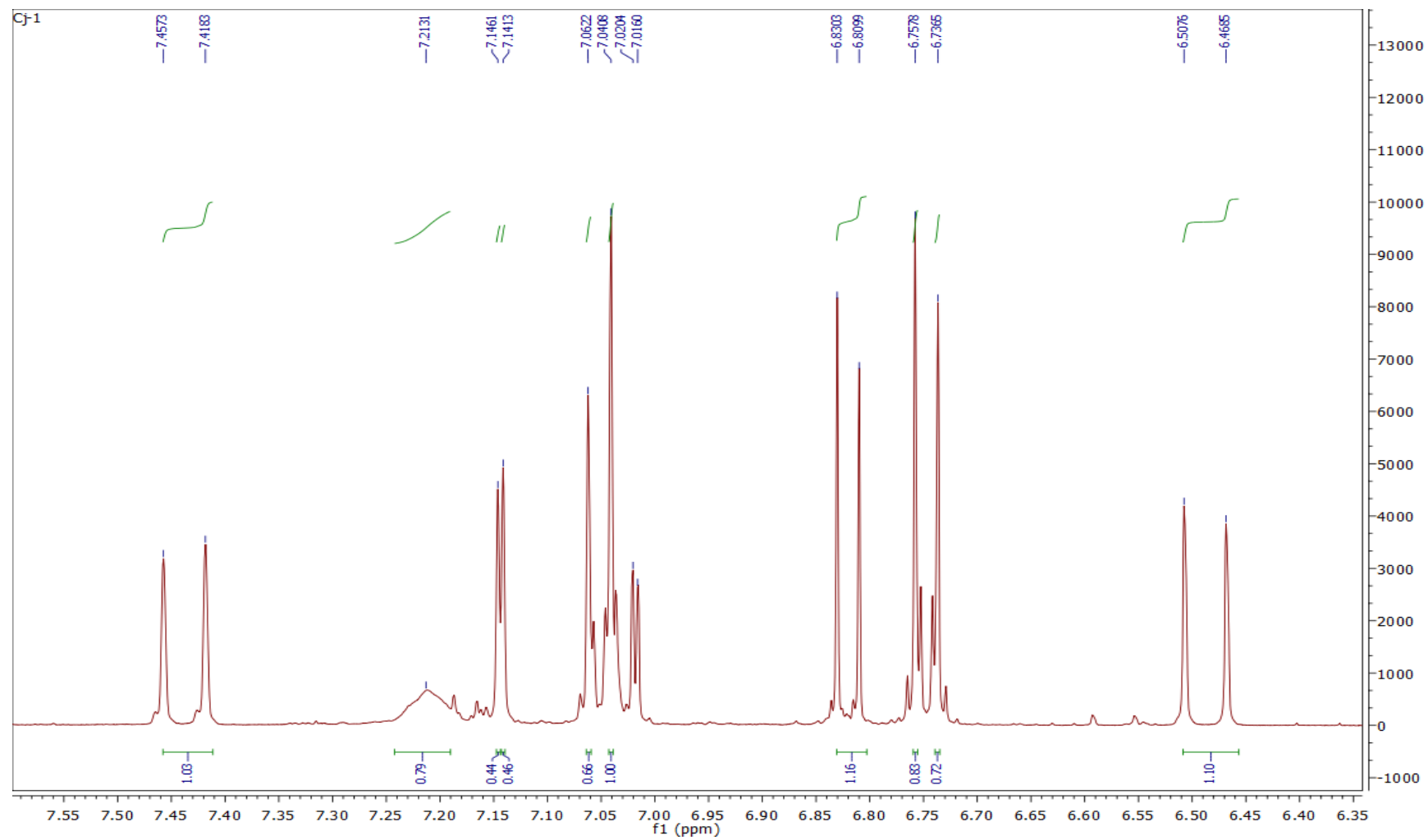
Tabela 11 – Atribuições dos sinais de ^1H e ^{13}C para o composto Cj-1

Posição	δ_{C}	δ_{H}	δ_{C} (Cavalcante et al 2010)	δ_{H} (Cavalcante et al 2010)
1	127,37	-	126,82	-
2	110,36	7,15 (d, $J=1,9$ Hz, 1H)	109,70	6,9 (brs Hz)
3	147,70	-	147,69	-
4	148,18	-	147,20	-
5	115,17	6,83 (d, $J=8,2$ Hz, 1H)	114,91	6,74 (d, $J=8,4$ Hz, 1H)
6	121,65	7,03 (dd, $J=1,7; 8,2$, 1H, 1H)	121,89	6,93 (brd, $J=8,4$ Hz)
7	139,48	7,44 (d, $J=15,6$ Hz, 1H)	140,89	7,37 (d, $J=15,8$ Hz)
8	119,12	6,49 (d, $J=15,6$ Hz, 1H)	117,47	6,16 (d, $J=15,8$ Hz)
9	165,54	-	167,04	-
1'	130,24	-	129,68	-
2'/ 6'	129,25	7,05 (d, $J= 8,3$ Hz, 2H) 7,06 (d, $J=8,6$ Hz, 1H)	129,53	6,96 (d, $J=8,4$ Hz)
3'/ 5'	127,91	6,75 (d, $J=8,6$ Hz, 2H) / 6,74 (d, $J= 8,5$ Hz, 1H)	115,17	6,68 (d, $J=8,4$ Hz)
4'	155,79	-	155,17	-
7'	34,86	2,74 (t, $J= 7,2$ Hz, 2H)	34,41	2,67 (t, $J=6,90$ Hz)
8'	41,04	3,48 (m, 2H)	40,89	3,46 (t, $J=6,90$ Hz)
OCH ₃	55,32	3,86 (s, 3H)	55,56	

Fonte: Dados da pesquisa.

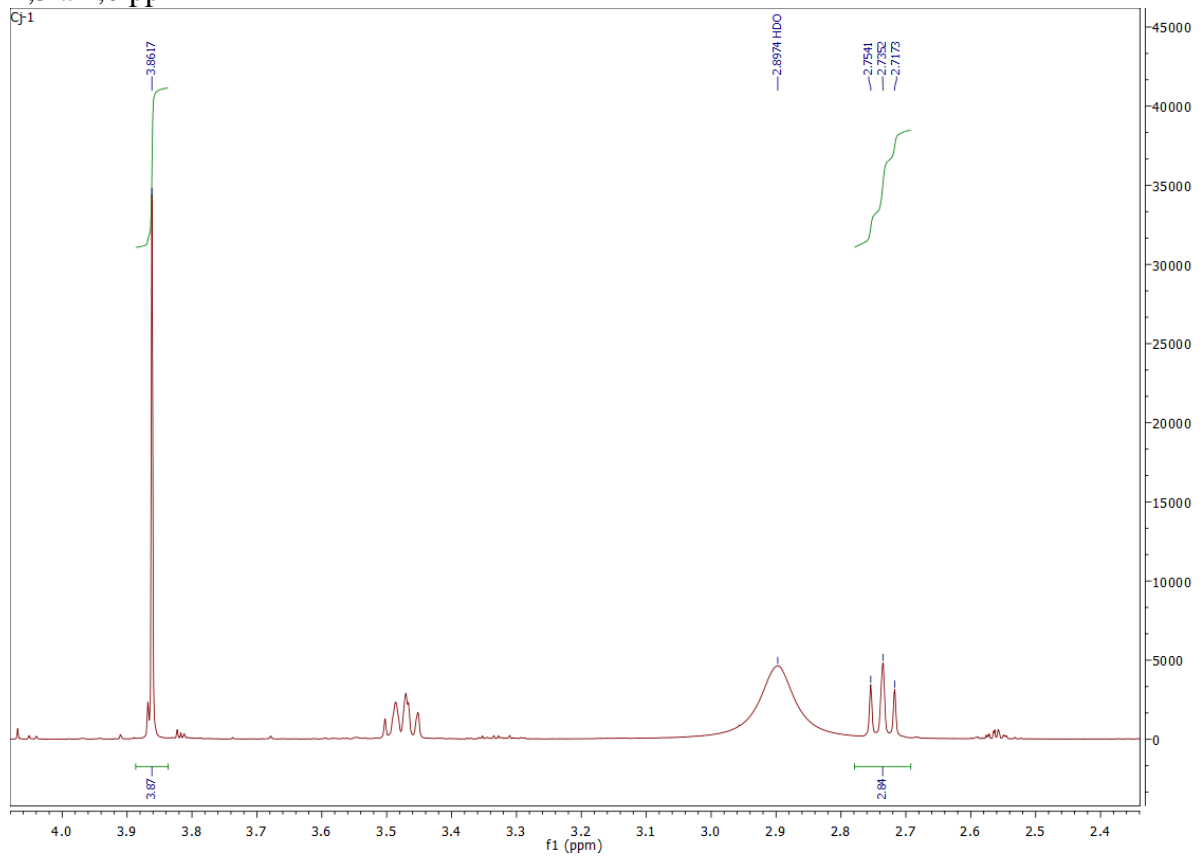
Figura 21 – Espectro de RMN de ^1H (acetona- d_6 , 400 MHz) de Cj-1

Fonte: dados da pesquisa.

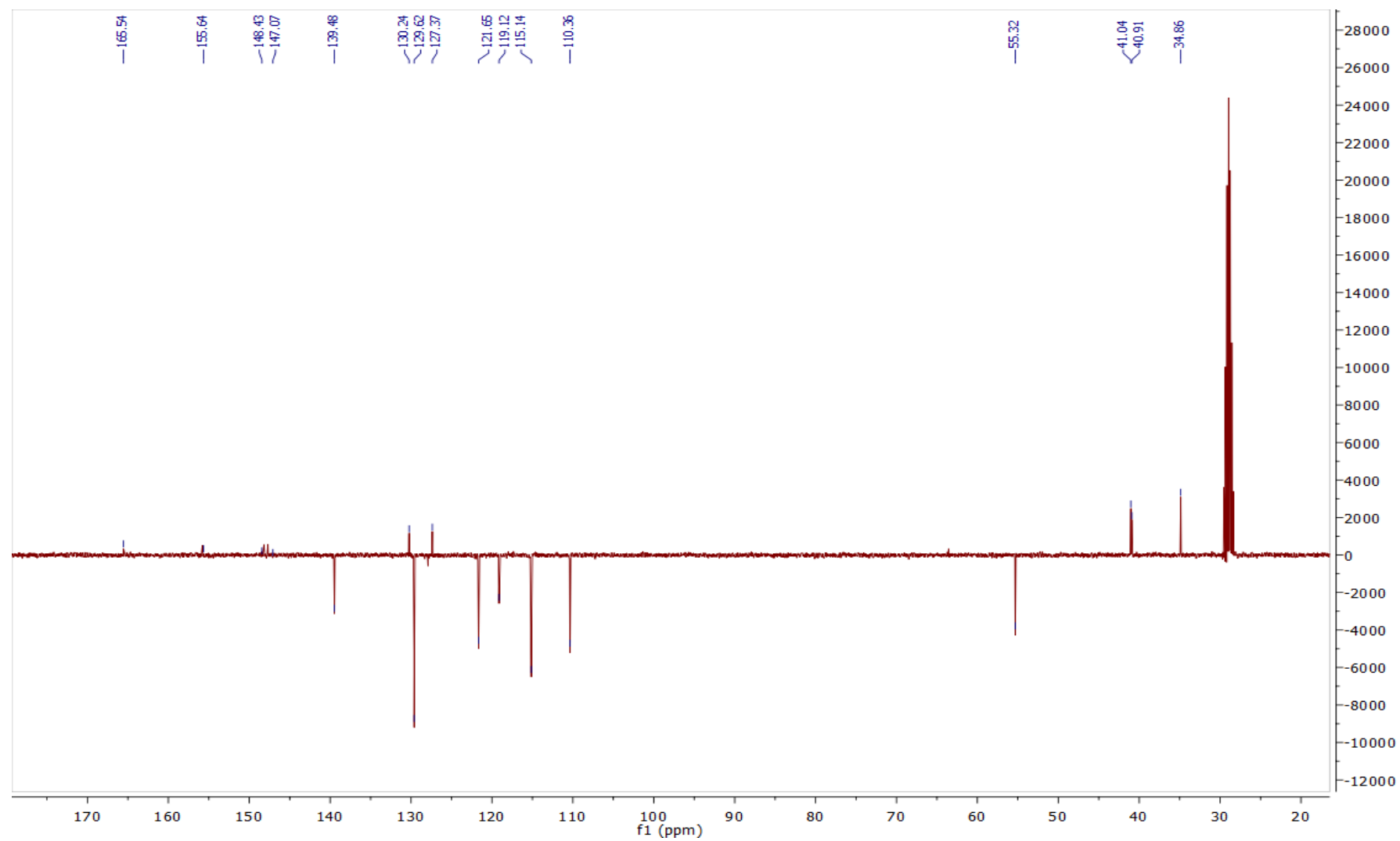
Figura 22 – Expansão do espectro de RMN de ^1H (acetona- d_6 , 400 MHz de Cj-1 na região de 6,35 a 7,55 ppm

Fonte: dados da pesquisa.

Figura 23 – Expansão do espectro de RMN de ^1H (acetona- d_6 , 400 MHz) de Cj-1 na região de 2,5 a 4,0 ppm



Fonte: dados da pesquisa.

Figura 24 – Espectro de RMN de ^{13}C (acetona- d_6 , 100 MHz) de Cj-1

Fonte: dados da pesquisa.

5.8.2 Identificação de Cj-2

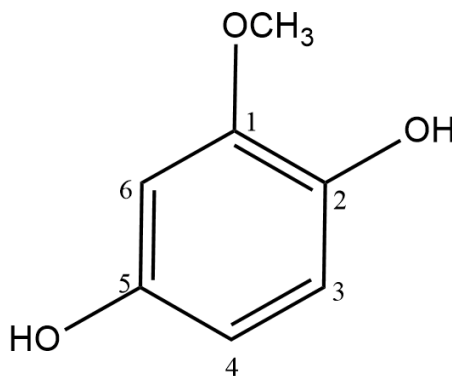
Esse composto químico foi isolado da fase CH_2Cl_2 , e caracterizou-se por ser um sólido amarelo, solúvel em acetona. No espectro de RMN de ^1H (δ , Acetona- d_6 400 MHz), (Figura 26, pág. 98) foram observados os sinais em δ_{H} 7,58 (dd, $J= 1,9; 8,2$ Hz, 1H), 7,55 (d, $J=1,9$ Hz, 1H) e 6,90 (d, $J=8,2$ Hz, 1H) típicos de dados para anéis aromáticos trissubstituído. Além disso, o sinal em δ_{H} 3,70 (s, 3H) permitiu inferir que um dos substituintes era uma metoxila e, por exclusão, os outros dois seriam hidroxilas. A análise desses dados permitiu identificar Cj-2 como sendo o 1-metóxi, 2,5-dihidroxibenzeno, isolado das raízes de *C. jamacaru* a partir da fase CH_2Cl_2 (Tabela 12). Não foram encontrados na literatura, compostos semelhantes, impossibilitando a comparação dos dados de RMN.

Tabela 12 – Atribuições dos sinais de ^1H para o composto Cj-2

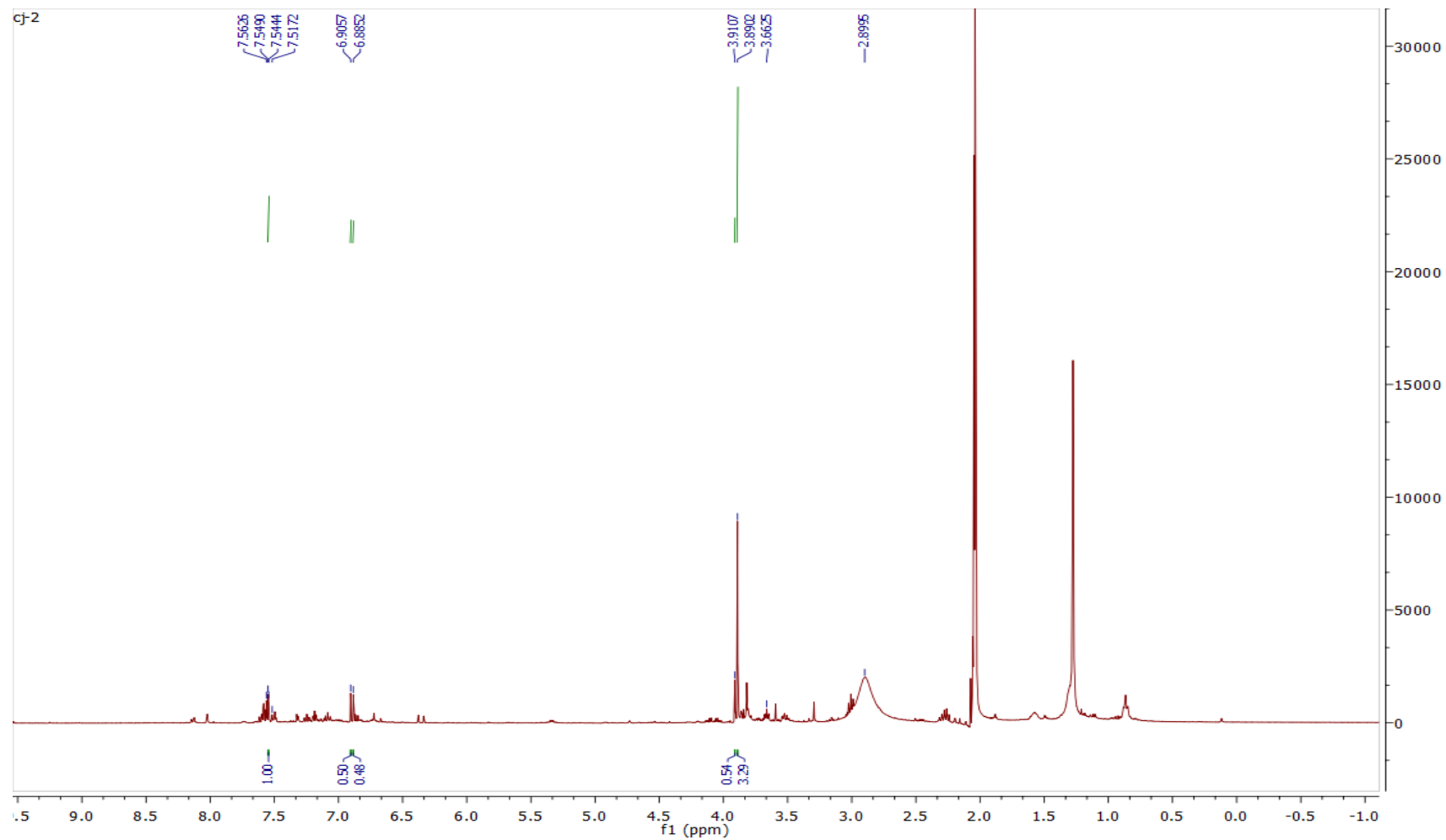
Posição	δ_{H}
3	7,58 (dd, $J= 8,2; 1,9$ Hz)
4	7,55 (d, $J= 1,9$ Hz)
6	6,90 (d, $J= 8,2$ Hz)
OCH₃	3,92 s

Fonte: dados da pesquisa.

Figura 25 – Cj-2 (1 metóxi 2,5 dihidroxi benzeno)

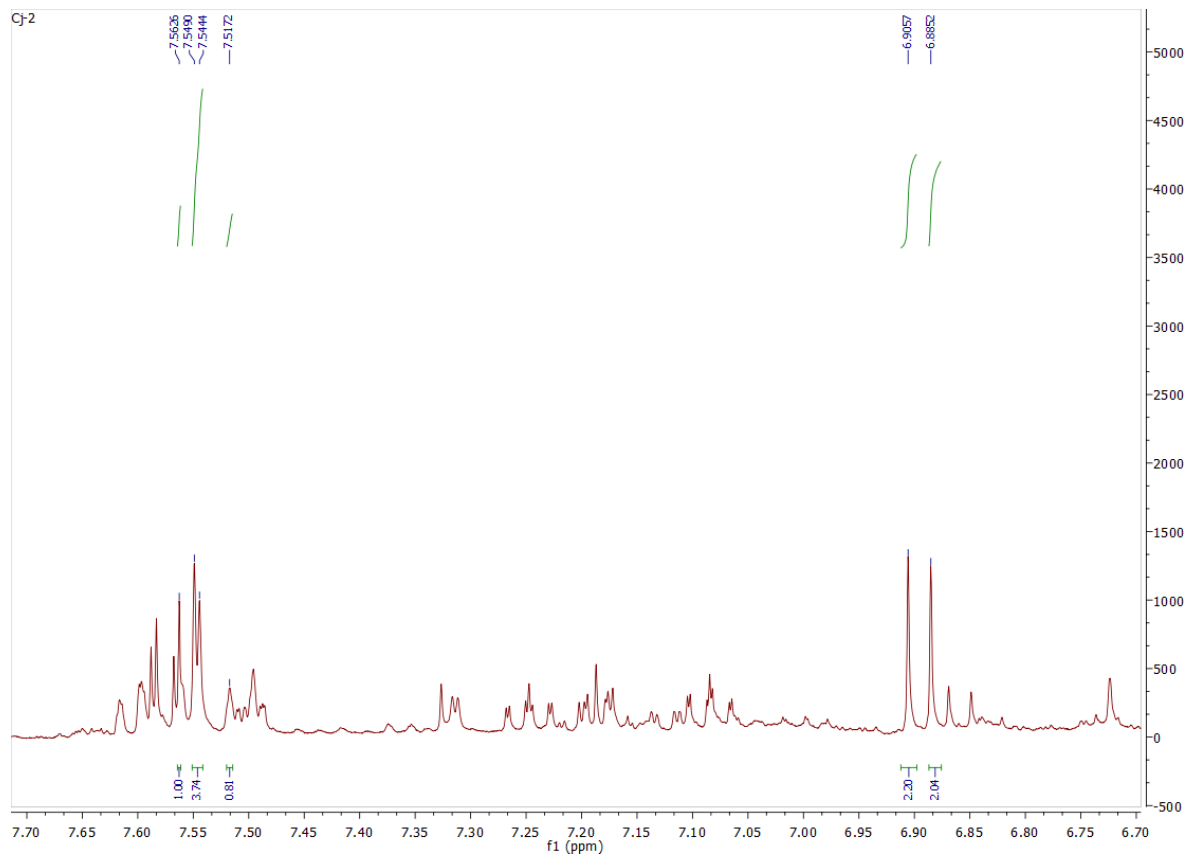


Fonte: dados da pesquisa.

Figura 26 – Espectro de RMN de ^1H (acetona- d_6 , 400 MHz) de Cj-2

Fonte: dados da pesquisa.

Figura 27 – Expansão do espectro de RMN de ^1H (acetona- d_6 , 400 MHz) de Cj-2 na região de 6,0 a 7,5 ppm



Fonte: dados da pesquisa.

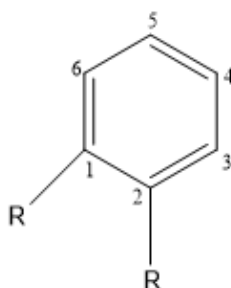
5.8.3 Identificação de *Cj-3*

Esse composto químico foi isolado da fração C1.5F5, subfração 6, oriundo da análise por CLAE, e caracterizou-se por ser um sólido amarelo, solúvel em metanol. No espectro de RMN de ^1H (Metanol- d_4 400 MHz), (Figura 29) foi observada a presença de dois dubletos em δ_{H} 7,44 (d, $J=7,75$ Hz, 1H) e 7,33 (d, $J=8,3$ Hz, 1H), além de um sinal em 7,12 (t, $J=7,35$ e 8,1 Hz, 1H), e outro em 7,02 (t, $J=7,54$ e 7,1 Hz, 1H) o que sugere a presença de um anel aromático dissustituído, (Figura 28, pág. 98). A análise desses dados permitiu identificar *Cj-3* e os dados estão apresentados na Tabela 13.

No mapa de contorno HMBC (^1H e ^{13}C) foi possível visualizar as correlações: δ_{H} 7,47/ δ_{C} 138,25 e 123,28; δ_{H} 7,35/ δ_{C} 127,66 e 120,51; δ_{H} 7,13/ δ_{C} 138,23 e 119,06; δ_{H} 7,05/ δ_{C} 127,62 e 112,15 sugestivos dos hidrogênios ligados a carbono nas posições 1 e 3, 2 e 4; 2 e 6 (Figura 28).

A partir do espectro do mapa de contorno HSQC (^1H e ^{13}C), observou-se as correlações diretas entre δ_{H} 7,44/ δ_{C} 117,54, δ_{H} 7,33/ δ_{C} 110,75 δ_{H} 7,14/ δ_{C} 122,51 e δ_{H} 7,02/ δ_{C} 118,58, sugestivos para as posições 3, 6, 5 e 4.

Figura 28 – Estrutura de *Cj-3*

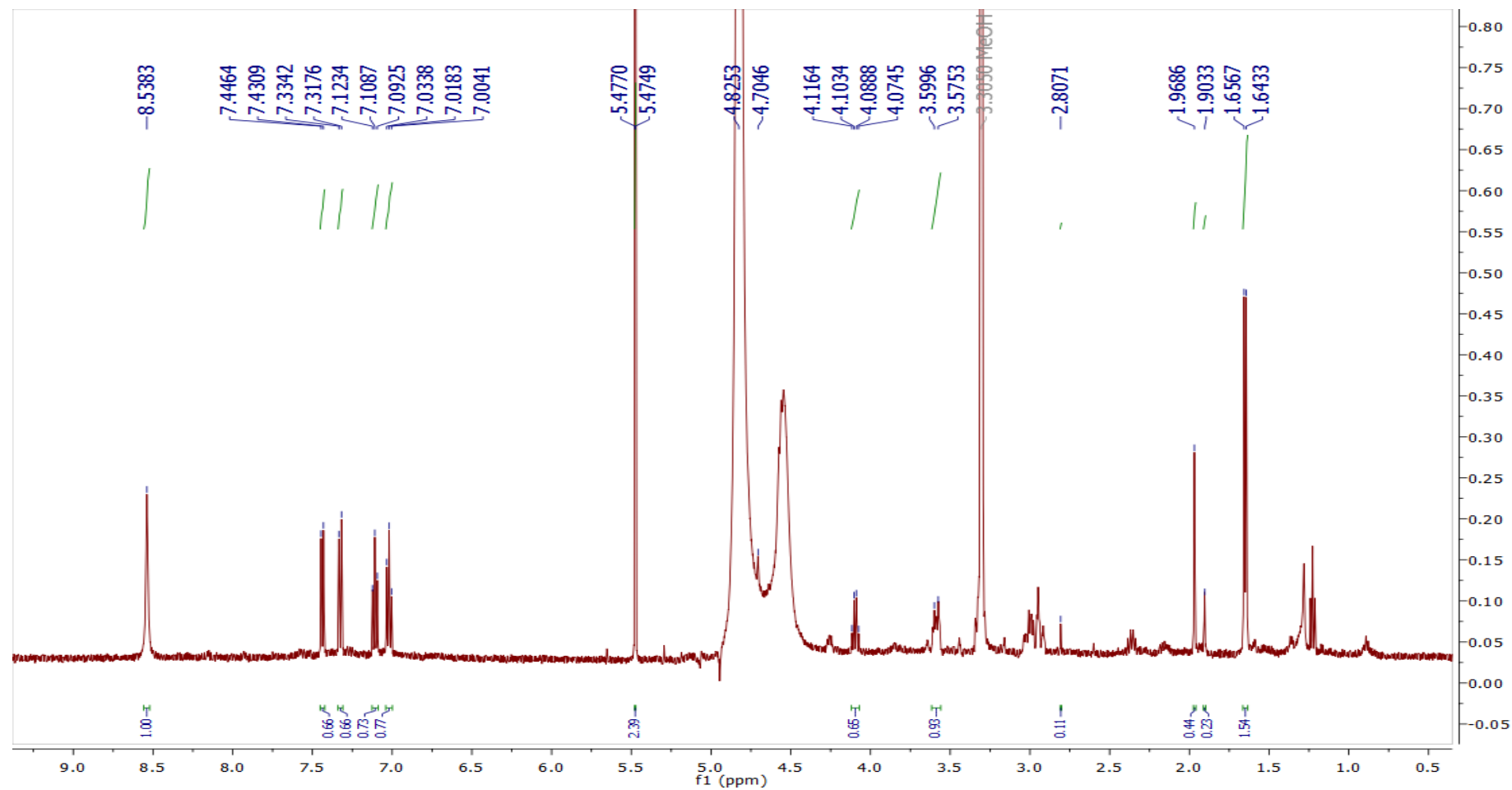


Fonte: dados da pesquisa

Tabela 13 – Atribuições dos sinais de RMN de ^1H e ^{13}C uni e bidimensionais para *Cj-3*

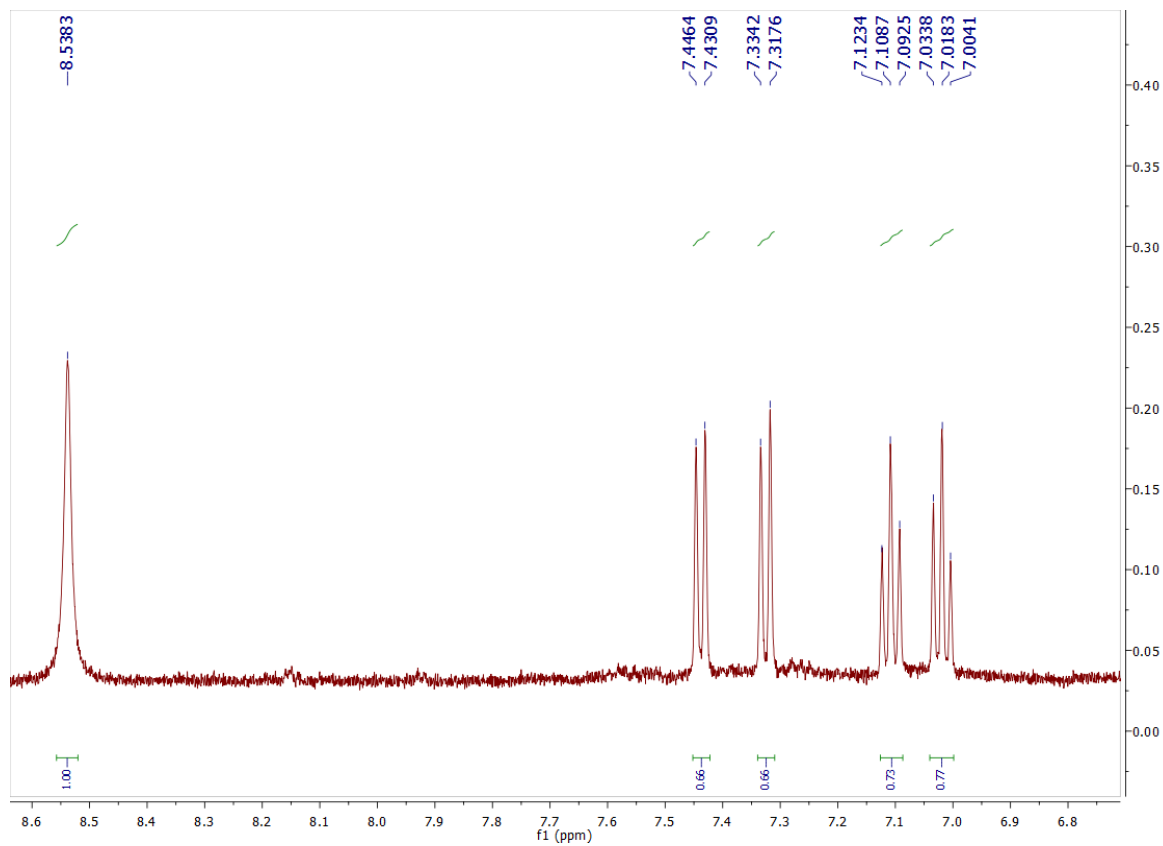
Posição	δ_{H}	δ_{C}	HSQC	HMBC
				$\delta_{\text{H}} \times \delta_{\text{C}}$
1	-	136,65	-	-
2	-	126,31	-	-
3	7,44 (d, $J= 7,8$ Hz, 1H)	117,48	H3-C3	C1; C5
4	7,02 (td, $J= 7,0$ e 1,0 Hz, 1H)	118,58	H4-C4	C2; C6
5	7,12 (td, $J=7,0$ e 1,1 Hz, 1H)	122,51	H5-C5	C1; C3
6	7,33 (d, $J= 8,3$ Hz, 1H)	110,77	H6-C6	C2; C4

Fonte: dados da pesquisa.

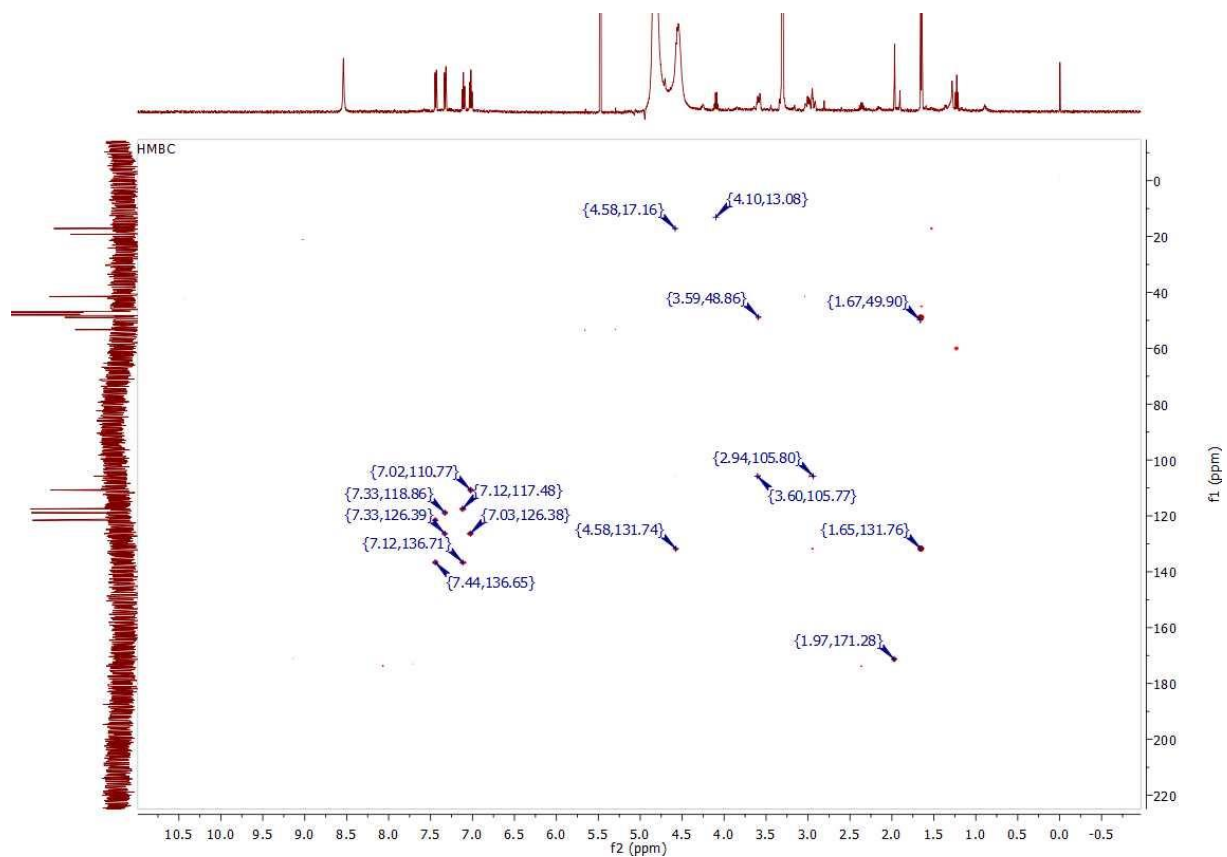
Figura 29 – Espectro de RMN de ^1H (metanol-d₄, 400 MHz) de Cj-3

Fonte: dados da pesquisa.

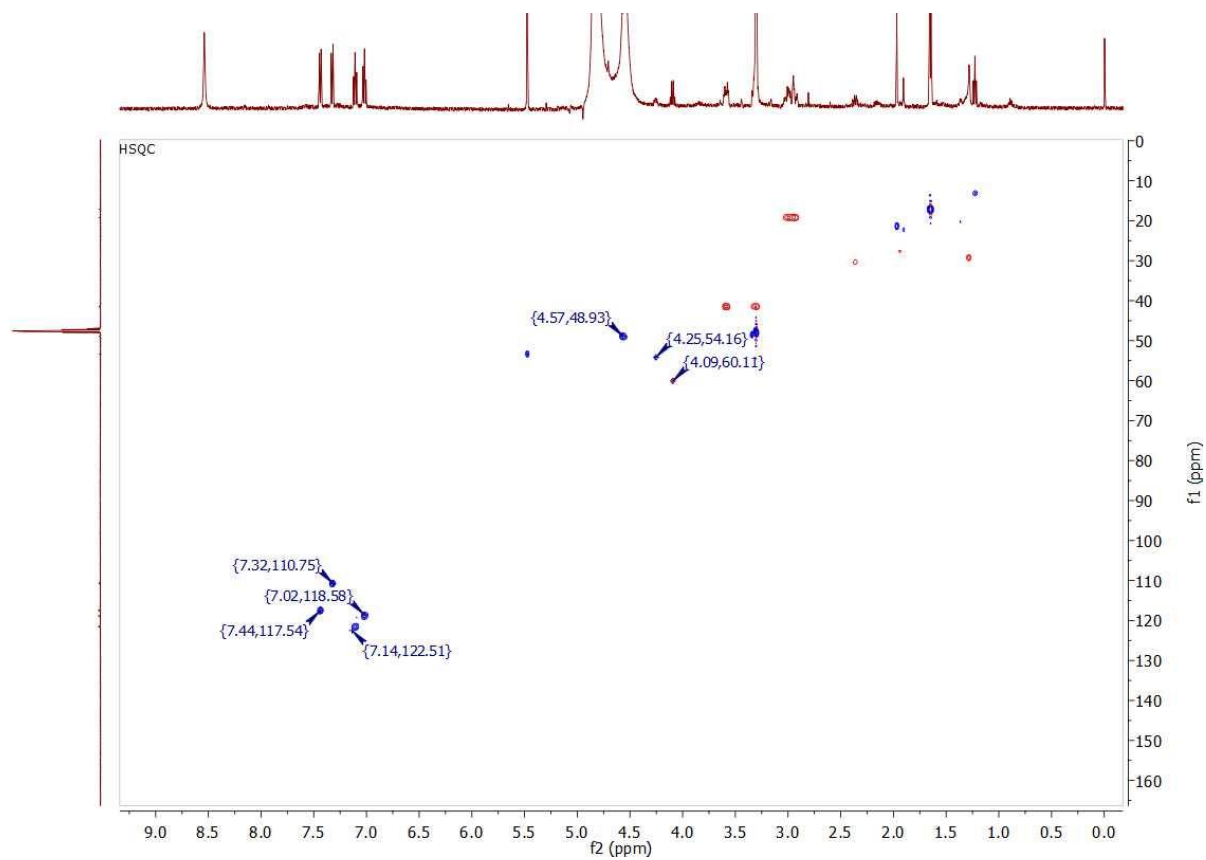
Figura 30 – Expansão do espectro de RMN de ^1H (MeOH- d_6 , 400 MHz) de Cj-3 na região de 8,53 até 7,00



Fonte: dados da pesquisa.

Figura 31 – Mapa de contorno HMBC – $^1\text{H} \times ^{13}\text{C}$ de Cj-3

Fonte: dados da pesquisa.

Figura 32 – Mapa de contorno HSQC – ^1H x ^{13}C de Cj-3

Fonte: dados da pesquisa.

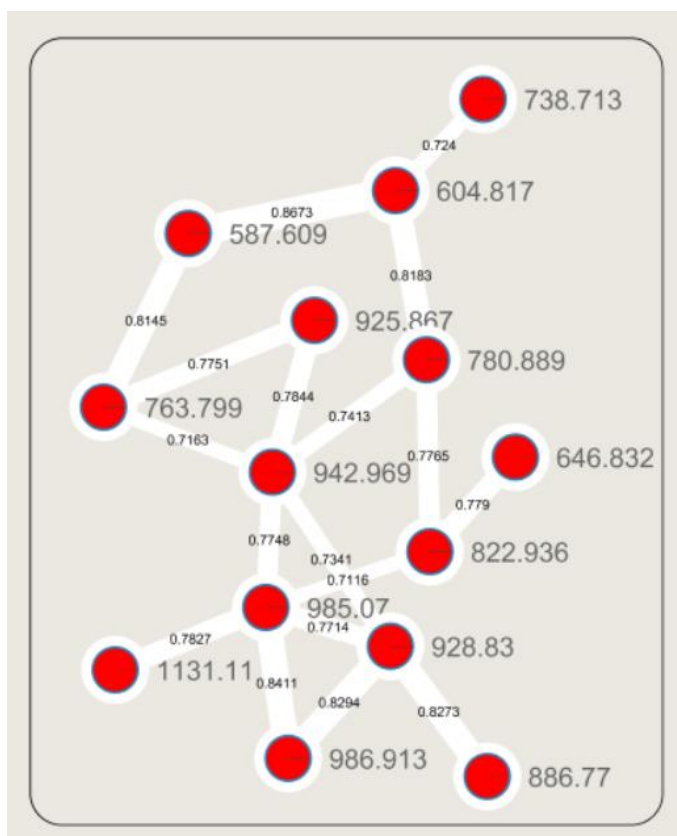
5.9 Espectroscopia de massas e Rede molecular

O resultado obtido, através dessa técnica foi analisado por comparação, com o composto de referência Jamacarusídeo B (BRITO, 2018), isolado anteriormente das hastes de *C. jamacaru*, e reunido de acordo com a rede molecular (Figura 33).

Foram propostas, a partir estrutura do composto 1 as principais fragmentações (Figura 34) que ocorrem pelos mecanismos de rearranjo de Mc–Lafferty e segmentação α , observadas no espectro e que também são comuns as demais estruturas, identificadas putativamente.

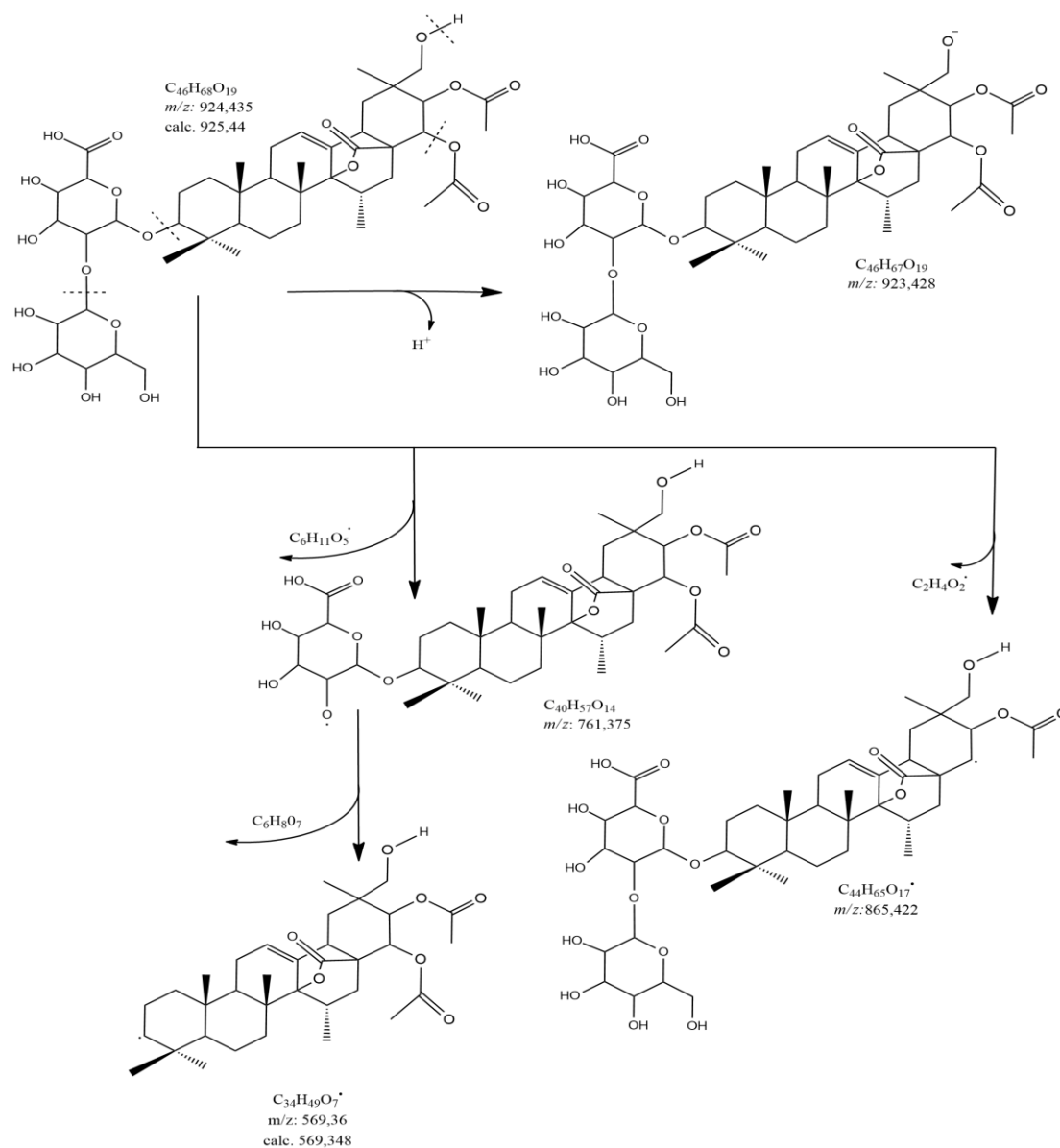
Os dados espectrais do EEB de *C. jamacaru* obtidos por análise em CLAE/EM² no modo positivo, foram submetidos a plataforma online The Global Natural Product Social Molecular Networking (GNPS) para obtenção da rede molecular a fim de visualizar o perfil de metabólitos contidos na fase. Os dados foram gerados e agrupados com base nas correlações de fragmentação de cada espectro (figuras 37 a 42) das moléculas, onde os 14 nodos representaram 14 precursores distinguíveis e detectados com m/z de 600 a 1200. Desses 14 nodos, 5 puderam ter suas estruturas sugeridas.

Figura 33 – Rede molecular



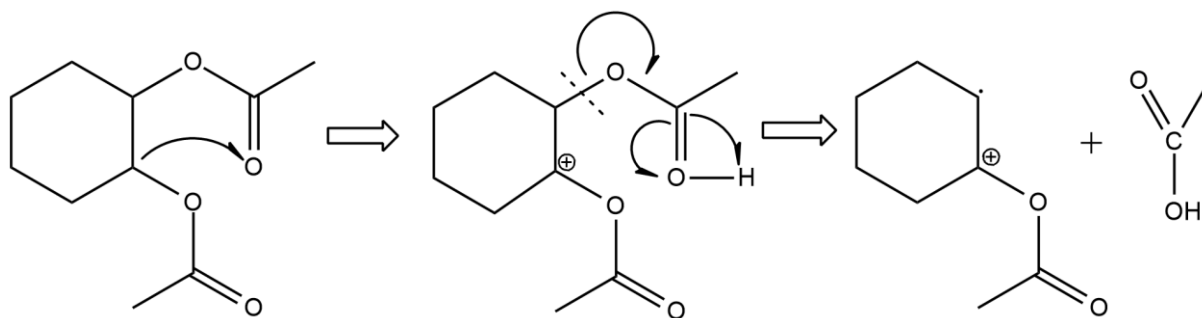
Fonte: GNPS. Legenda: ● - nodos

Figura 34 – Proposta das principais fragmentações para justificar os picos no ESI-MS, a partir da estrutura do composto 1.



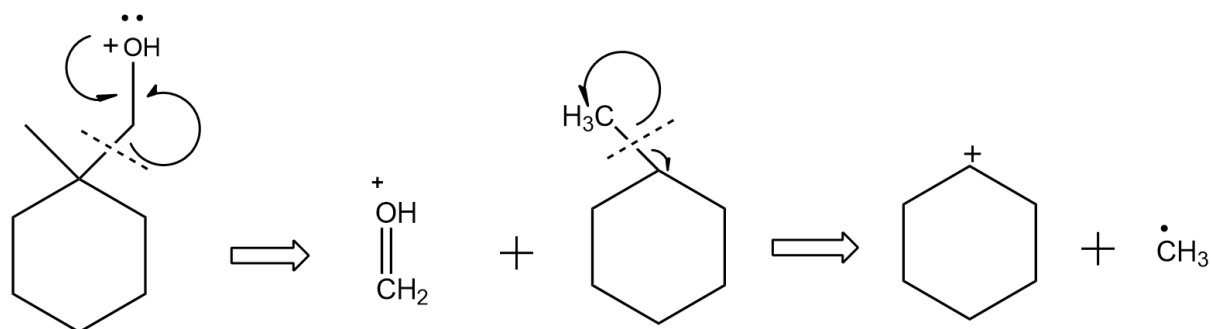
Fonte: dados da pesquisa.

Figura 35 – Mecanismo de fragmentação sugerido para os principais picos no ESI-MS

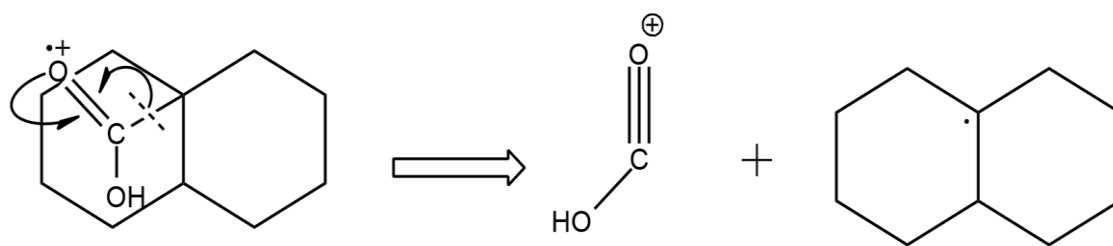


Fonte: dados da pesquisa. Rearranjo de Mc- Lafferty

Figura 36 – Mecanismo de fragmentação sugerido em duas etapas, para os principais picos no ESI-MS.



(1)



(2)

Fonte: dados da pesquisa. Segmentação α . Primeira e segunda etapas.

Figura 37 – Espectro de massas do composto 1

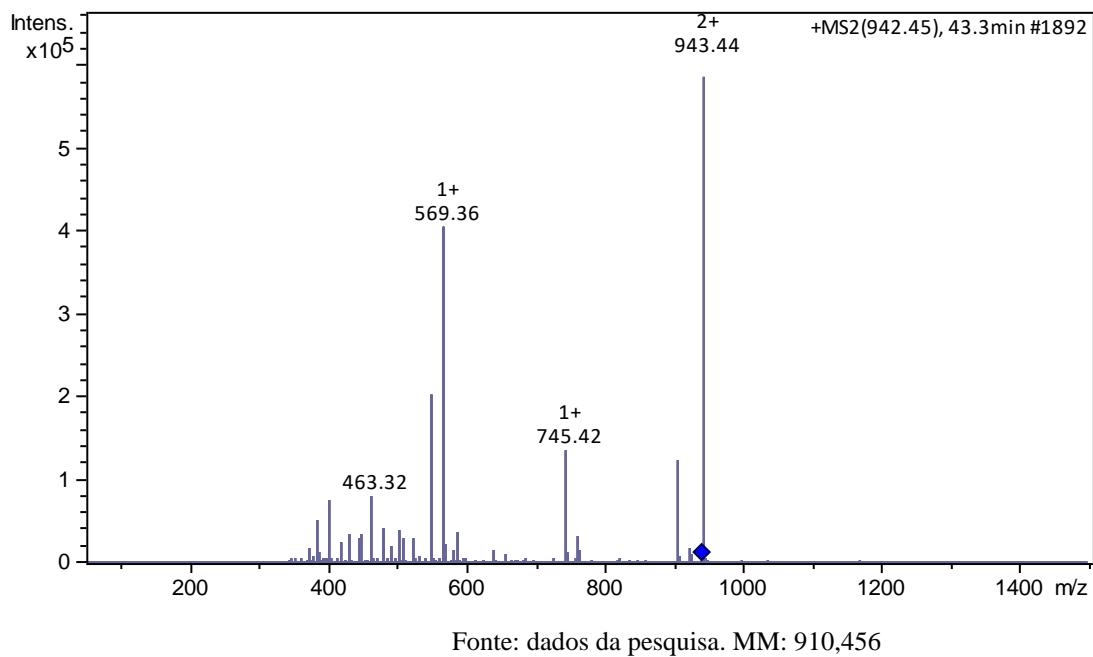


Figura 38 – Espectro de massas do composto 2

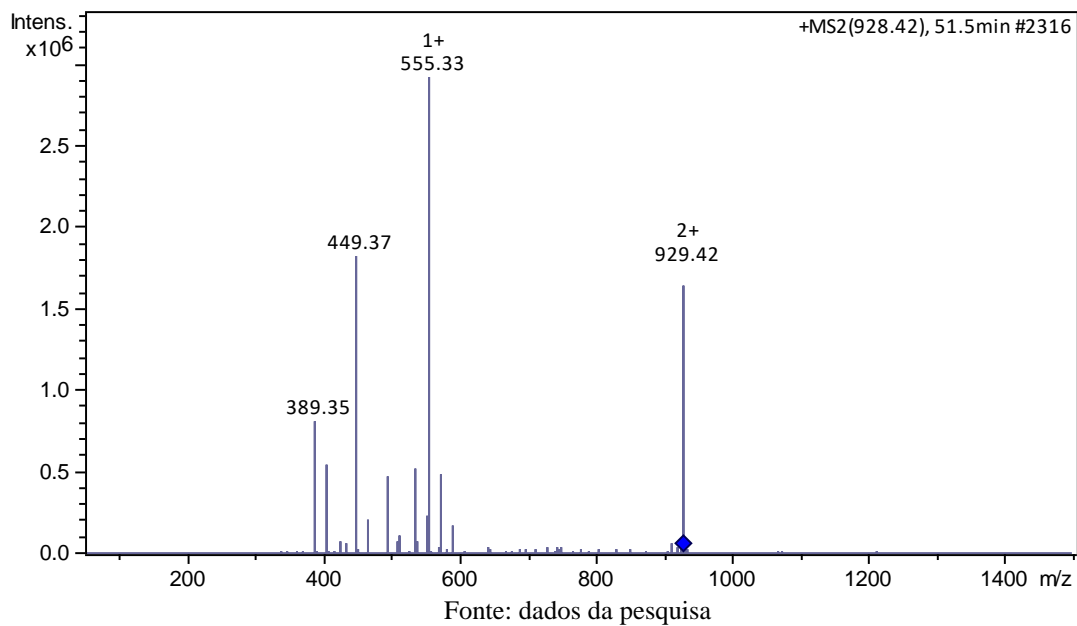
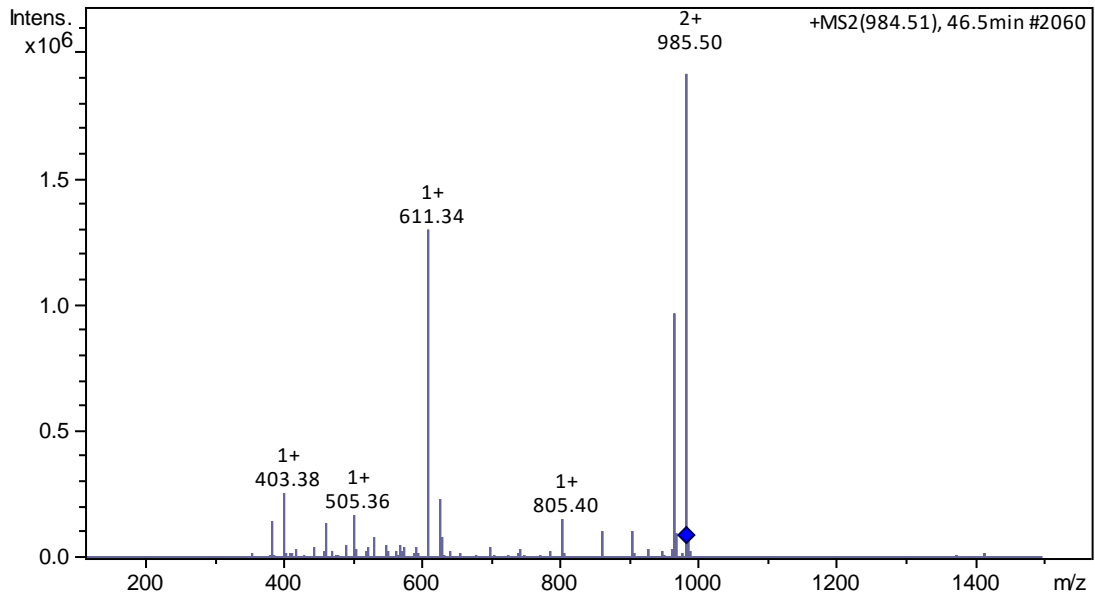
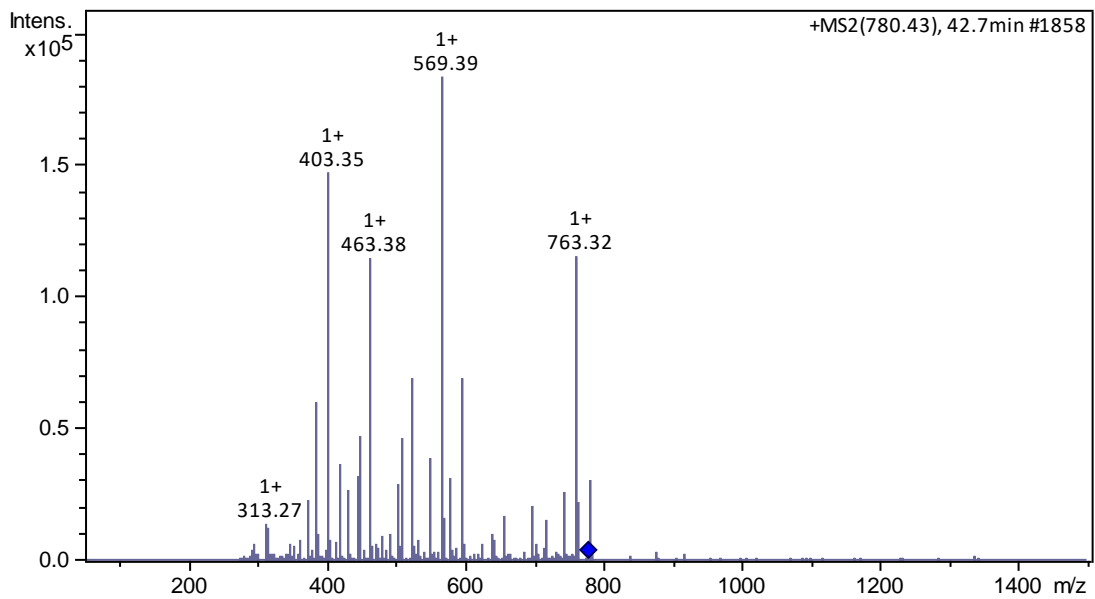


Figura 39 – Espectro de massas do composto 3



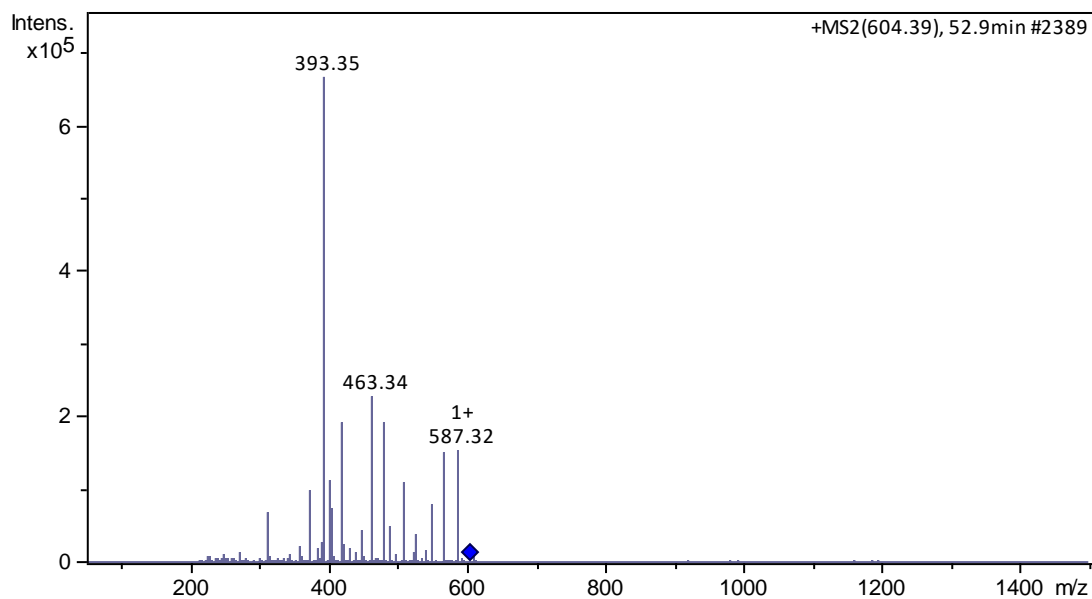
Fonte: dados da pesquisa. MM= 966,446

Figura 40 – Espectro de massas do composto 4



Fonte: dados da pesquisa

Figura 41 – Espectro de massas do composto 5

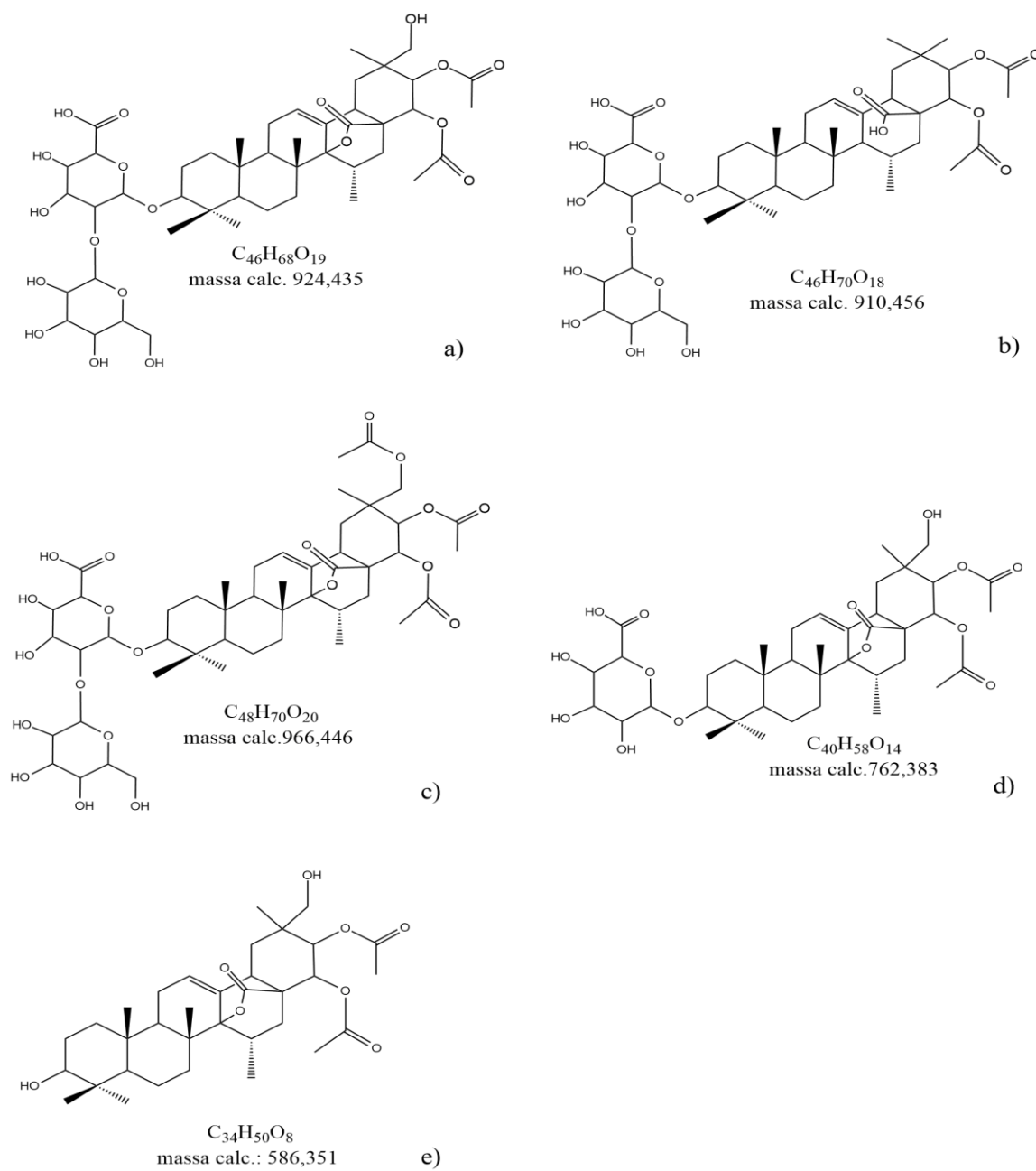


Fonte: dados da pesquisa.

Observou-se nos espectros de massa dos compostos de 1 a 5, que ocorrem fragmentações semelhantes e pode-se sugerir que as saídas dos grupamentos acetato ($C_3H_2O_2$), da molécula de açúcar e do ácido glicurônico são comuns as estruturas, pois apresentam substituintes que sofrem o mesmo padrão de fragmentação.

Dentro de plantas individuais, existem tipicamente diversas séries de correlações de saponinas contendo combinações variadas de cadeias de açúcar e sapogeninas específicas. Relacionado à sua similaridade estrutural, a identificação rápida é difícil e as investigações enfocando estudos sistemáticos são necessários para confirmação da estrutura (GADRILHAS et al., 2018).

Figura 42 – Estruturas dos compostos de 1 a 5



Fonte: dados da pesquisa. Legenda: a) composto 1, b) composto 2, c) composto 3, d) composto 4, e) composto 5.

6 CONSIDERAÇÕES FINAIS

O presente trabalho conseguiu cumprir e obter os resultados, propostos nos objetivos da pesquisa. Foi realizada a caracterização físico-química tanto da raiz, como do fruto do mandacaru, o isolamento e identificação de três compostos químicos das raízes dessa planta, além da identificação putativa de cinco saponinas, ressaltando a importância do estudo de *C. jamacaru*, que é uma planta medicinal bastante utilizada na região Nordeste com uso na medicina popular, porém com poucos estudos científicos, principalmente na área da fitoquímica.

Na parte nutricional, o estudo mostrou que os frutos são promissores para a dieta humana, pois são fontes ricas em fibras e nutrientes com um valor energético considerado satisfatório de acordo com os guias alimentares. Observou-se também que o fruto tanto *in natura* como na forma de extrato hidroalcoólico possuem uma boa quantidade de compostos fenólicos em sua composição, e também atividade antioxidante, sendo uma característica para aproveitamento industrial.

Na parte química, mostrou-se uma planta promissora para que estudos posteriores sejam realizados, visando o isolamento de mais metabólitos secundários, caracterização das outras fases particionadas e explorar as atividades biológicas, como por exemplo, testes farmacológicos com as substâncias já isoladas e conhecidas dessa planta.

REFERÊNCIAS

- ABBAS, K. A.; SALEH, A. M.; MOHAMED, A.; LASEKAN, O. The relationship between water activity and fish spoilage during cold storage: A review. **J. Food, Agri Environ**, v. 7, p, 86-90, 2009.
- ABUD, H. F.; GONÇALVES, N. R.; REIS R. de G. E.; PEREIRA, D. de S.; BEZERRA, A. M. E. Germinação e expressão morfológica de frutos, sementes e plântulas de *Pilosocereus pachycladus* Ritter. **Rev. Ciênc. Agron**, v. 41, n. 3, p. 468- 474, 2010.
- ABREU, W. C.; LOPES, C. O.; PINTO, K. M.; OLIVEIRA, L. A.; CARVALHO, G. B. M.; BARCELO, M. F. P. Características físico-químicas e atividade total de pitaias vermelha e branca. **Rev. Inst. Adolfo Lutz**, v. 71, n. 4, p. 656-661, 2012.
- AGRA, M. F.; BARACHO G. S.; BASÍLIO, I. J. D.; NURIT, K.; COELHO, V. P.; BARBOSA, D. de A. Sinopse da flora medicinal do cariri paraibano. **Oecologia Brasiliensis**, Rio de Janeiro, v. 11, n. 3, p. 323-330, 2007.
- AHMAD, N.; ZUO, Y.; LU, X.; ANWAR, F.; HAMEED, S. Characterization of free and conjugated phenolic compounds in fruits of selected wild plants. **Food Chem**, v. 190, p. 80–89, 2016.
- ALBUQUERQUE, U. P.; MEDEIROS de, P. M.; ALMEIDA de, A. L. S.; MONTEIRO, J. M.; NETO, E. M. de F. L.; MELO, J. G.; SANTOS dos, J. P. Medicinal plants of the caatinga (semi-arid) vegetation of NE Brazil: a quantitative approach. **J. Ethnopharmacol**, v. 114, p. 325-354, 2007.
- ALENCAR, N. L. M.; GOMES-FILHO, E.; INNECCO, *Cereus jamacaru* seed germination and initial seedling establishment as a function of light and temperature condition. **Scientia Agricola**, v. 69, n. 1, p.70-74, 2012.
- ALIMI, H.; HFAIEDH, N.; BOUONI, Z.; SAKLY, M.; RHOUMA, B. K. Evaluation of antioxidante and antiulcerogenic activities of *Opuntia ficus-indica* f. inermis flowers extract in rats. **Environ. Toxicol. Pharmacol**, v. 32, n. 3, 406–416, 2011.
- ALMEIDA, M. M.; SILVA, F. L. H.; CONRADO, L. de S.; MOTA, J. C.; FREIRE, R. M. M. Estudo cinético e caracterização da bebida fermentada do *Cereus jamacaru* D.C. **Rev.Verde Agroecologia Desenvolv. Sustent**, v. 6, n. 2, p. 10-12, 2011.
- ALMEIDA, M.M.; SILVA, F. L. H.; CONRADO, L. de S.; FREIRE, R. M.M.; VALENÇA, A.R. Caracterização física e físico-química de frutos do mandacaru. **Rev. Bras. Produtos agroindustriais**, v. 11, n. 1, p.15-20, 2009.
- ALVES, H. M. A diversidade química das plantas como fonte de fitofármacos. **Cadernos Temáticos de Química Nova na Escola**, v. 3, p. 10-15, 2001.

AMARAL, F. M. M.; COUTINHO, D.F.; RIBEIRO, M. N. S.; OLIVEIRA, M. A. Avaliação da qualidade de drogas vegetais comercializadas em São Luiz. **Rev. Bras. Farmacogn**, v. 13 (supl.1), p. 27-30, 2003.

AMERICAN ASSOCIATION OF CEREAL CHEMISTS. AACC. **The Definition of Dietary Fiber**. Report. Cereal Foods World, v. 46, n. 3, p.112-126, 2001.

ANDERSON, E. F. **The cactus family**. Portland: Timbre Press, 777 p, 2001.

ANDRADE, C. T. S.; MARQUES, J.G.W.; ZAPPI, D.C. Utilização medicinal de cactáceas por sertanejos baianos, **Rev. Bras. Pl. Med**, v. 8, n. 3, p. 36-42, 2006.

ANDRADE, S. F.; CARDOSO, L.G.; CARVALHO, J. C. T; BASTOS, J. K. Anti-inflammatory and antinociceptive activities of extract, fractions and populnic acid from bark wood of *Austroplenckia populnea*. **J. Ethnopharmacol**, v. 109, n. 3, p. 464-471, 2007.

ARABBI, P. R., GENOVESE, M. I.; LAJOLO, F. M. Flavonoids in Vegetable Food Commonly Consumed in Brazil and Estimated Ingestion by the Brazilian Population. **J. Agric. Food Chem**, v. 52, p. 1124-1131, 2004.

ARAÚJO, I. N. DA S. **Biometria de frutos do MANDACARU (*Cereus jamacaru*) plantados em áreas degradadas no seridó paraibano**. Trabalho de Conclusão de curso. Instituto Federal de educação, ciência e tecnologia da Paraíba, 2016.

ARAÚJO, M. G. F.; CUNHA, W. R.; VENEZIANI, R. C. S. Estudo fitoquímico preliminar e bioensaio toxicológico frente a larvas de *Artemia salina* Leach. de extrato obtido de frutos de *Solanum lycocarpum* A. St.-Hill (Solanaceae). **Rev. Ciênc. Farm. Básica Apl**, v. 31, n. 2, p. 205- 209, 2010.

ARUWA, C. E.; AMOO, S. O.; KUDANGA, T. *Opuntia* (Cactaceae) plant compounds, biological activities and prospects – A comprehensive review. **Food Res. Int**, v. 112, p. 328–344, 2018.

AYADI, M. A.; ABDELMAKSoud, W.; ENNOURI, M.; ATTIA, H. Cladodes from *Opuntia ficus indica* as a source of dietary fiber: effect on dough characteristics and cake making. **Ind Crop Prod**, v. 30, p. 40-47, 2009.

BAKKER, G. C. M.; VAN ERK, M. J.; PELLIS, L.; WOPEREIS, S.; RUBINGH, C. M.; CNUBBEN, N. H.; KOOISTRA, T.; VAN OMMEN, B.; HENDRIKS, H. F. An antiinflammatory dietary mix modulates inflammation and oxidative and metabolic stress in overweight men: a nutrigenomics approach. **Am. J. Clin. Nutr**, v. 91, p. 1044–59, 2010.

BAHIA, E. V. de A.; DE MORAIS, L. R. V.; DA SILVA, M. P.; DE LIMA O. B. V.; SANTOS, S. de F. **Estudo das características físico-químicas do fruto do mandacaru (*cereus jamacaru* p.dc.) cultivado no sertão pernambucano**. Instituto Federal, SERTÃO-PE. 2010.

BALASUNDRAM, N.; SUNDRAM, K.; SAMMAN, S. Phenolic compounds in plants and agri-industrial by-products: antioxidant activity, occurrence, and potential uses. **Food chem**, v. 99, p. 191-203, 2006.

BARBOSA, W. L.; QUIGNARD, E.; TAVARES, I. C. de C.; PINTO, L. do N.; DE OLIVEIRA, F. Q.; OLIVEIRA, R. M. **Manual para análise fitoquímica e cromatográfica de extratos vegetais**. Edição revisada, Belém. 19p, 2001.

BARUFFALDI, R.; OLIVEIRA, M. N. Fatores que condicionam a estabilidade de alimentos. In: BARUFFALDI, R.; OLIVEIRA, M. N. **Fundamentos de tecnologia de alimentos**. São Paulo: Atheneu, v. 3, p. 13-25, 1998.

BEVILAQUA, M. R. R.; FILHO, A. P. S.; MANGOLIN, C. A.; OLIVEIRA, A. J. B.; MACHADO, M. de F. P. S. Genetic and chemical diversity in seeds of cactus mandacaru (*Cereus* sp.) from two edaphoclimatic regions contrasting. **An. Acad. Bras. Cienc**, v. 87, n. 2, 2015.

BOEING, J. S.; BARIZÃO, E. O.; SILVA, E. B. C.; MONTANHER, P. F.; ALMEIDA, V. C.; VISENTAINER, J. V. Evaluation of solvent effect on the extraction of phenolic compounds and antioxidant capacities from the berries: application of principal component analysis. **Chemistry Central Journal**, v. 8, n. 1, p. 48, 2014.

BOMFIM, M. P.; LIMA, G. P. P.; VIANELO, F.; SÃO JOSÉ, A. R. Characterization of bioactive compounds in fruits and vegetables purchased in the padova – Itália. **Rev. Iber. Tecnología Postcosecha**, v. 18, n. 2, 2017.

BRASIL – **Instituto Chico Mendes de Conservação da Biodiversidade**. Programa de Monitoramento da Biodiversidade nas Unidades de Conservação Federais do Bioma Caatinga. Brasília: Ministério do Meio Ambiente. 2013.

BRAVO, L. Polyphenols: chemistry, dietary sources, metabolism, and nutritional significance. **Nutrition Reviews**, v. 56, p. 317-333, 1998.

BRAVO-FILHO; SOARES, E.; SANTANA, M. C.; SANTOS, P. A. A.; RIBEIRO, A. De. S. Levantamento etnobotânico da família Cactaceae no estado de Sergipe. **Rev. Fitos Eletrônica**, v. 12, n. 1, p. 41-53, 2018.

BRUNINI, M. A.; CARDOSO, S. S. Quality of white pulp pits stored at different temperatures. **Caatinga**, v. 24, n. 3, p. 78-84, 2011,

BULLÓ, M.; CASAS-AGUSTENCH, P.; AMIGÓ-CORREIG, P.; ARANCETA, J.; SALVADÓ-SALAS, J. Inflammation, obesity and comorbidities: the role of diet. **Public Health Nutrition**, v. 10, p. 1164–1172, 2007.

BURNS, J.; GARDNER, P.T.; MATTHEWS, D. DUTHIE, G.G.; LEAN, M.E.J.; CROZIER, A. Extraction of phenolics and changes in antioxidant activity of red wines during vinification. **J. Agric. Food Chem**, v. 49, p. 5797-5808, 2001.

BRITO, A. F. S. **Novas saponinas isoladas de *Cereus jamacaru***. 2018. 110 f. Dissertação. Mestrado em Produtos Naturais e Sintéticos e Bioativos. Univerisdade Federal da Paraíba, 2018.

BRHUN, J.; LINDGREN, J. Cactaceae Alkaloids XXIII: alkaloids of *Pachycereus pectinaboriginum* and *Cereus jamacaru*. **Lloydia**, v. 39, n. 2 -3, p. 175-177, 1976.

CAI, Y.; SUN, M.; XING, J.; LUO, Q.; CORKE, H. Structure-radical scavenging activity relationships of phenolic compounds from traditional Chinese medicinal plants. **Life Sciences**, v. 78, p. 2872–2888, 2006.

CAVALCANTI, N. B.; RESENDE, G. M. Efeito de diferentes substratos no desenvolvimento do mandacaru sem espinhos (*Cereus hildemannianus* K. Schum). **Rev. Caatinga**, v. 19, p. 255-260, 2006.

CAVALCANTE, J. M. S.; NOGUEIRA, T. B. S. S.; TOMAZ, A.C.A.; SILVA, D.A.; AGRA, M.F.; SOUZA, M.F.V.; CARVALHO, P.R.C.; RAMOS, S.R.; NASCIMENTO, S. C.; GONÇALVES-SILVA, T. Steroidal and phenolic compounds from *Sidastrum paniculatum* Fryxell and evaluation of cytotoxic and antiinflammatory activities. **Quim. Nova**, v. 33, p. 846-849, 2010.

CECCHI, H. M. Fundamentos teóricos e práticos em análise de alimentos. 2 edição. Campinas, SP: Editora da Unicamp, p. 39-42, 2003.

CHANDRA, S.; MEJÍA, E. G. Polyphenolic Compounds, Antioxidant Capacity, and Quinone Reductase Activity of an Aqueous Extract of *Ardisia compressa* in Comparison to Mate (*Ilex paraguariensis*) and Green (*Camellia sinensis*) Teas. **J. Agric. Food Chem**, v. 52, p. 3583-89, 2004.

CHAVES, E. M. F.; BARROS, R. F. M. Cactáceas: recurso alimentar emergencial no semiárido, Nordeste do Brasil. **Gaia Scientia**, v. 9, n. 2, p. 129-135, 2015.

CHO, S. S.; PROSKY, L.; DREHER, M. Complex Carbohydrates in Foods. **Marcel Dekker, Inc.**, pág. 10-15, 26, 327, 329, 340-344, 1999.

CRESPO, J. G., BRAZINHA, C. Membrane processing: Natural antioxidants from winemaking by-products. **Filtration & Separation**, v. 47, n. 2, p. 32 – 35, 2010.

CORREIA, L. P. **Avaliação da qualidade física, química e biológica de pós das drogas vegetais da Caraibeira (*Tabebuia caraíba*), Quixabeira (*Sideroxylon obtusifolium*) e Bom-nome (*Maytenus rígida*) em diferentes tamanhos de partículas**. 2015. 240 f. Tese. Doutorado em Ciências Farmacêuticas, Universidade Federal de Pernambuco, 2015.

COSTA, M. M. **Triagem fitoquímica e avaliação da atividade antioxidante da espécie *Hyptis pectinata***. 2016. 100 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Química). Universidade Federal de Pernambuco-UFPE, 2016.

COSTAMAGNA, M. S.; ZAMPINI, I. C.; ALBERTO, M. R.; CUELLO, S.; TORRES, S.; PÉREZ, J.; QUISPE, C.; SCHMEDA-HIRSCHMANN, G.; ISLA, M. I. Polyphenols rich

fraction from *Geoffroea decorticans* fruits flour affects key enzymes involved in metabolic syndrome, oxidative stress and inflammatory process. **Food chem**, v. 190, p. 392-402, 2016.

DAVET, A. **Estudo fitoquímico e biológico do cacto – *Cereus jamacaru* de candolle, cactaceae**. 2005. 121 f. Dissertação (Mestrado em Ciências Farmacêuticas). Universidade Federal do Paraná. Curitiba, 2005.

DE BRITO, V. S. **Avaliação da toxicidade e do potencial fotoprotetor e antioxidante do extrato hidroalcoólico bruto de hastes de *Cereus jamacaru* DC, cactaceae**. 2013. 69 f. Dissertação- (Mestrado em Biotecnologia). Universidade Federal do Ceará. Sobral, 2013.

DEMARQUE, D. P.; CROTTI, A.E. M.; VESSECCHI, R.; LOPES, J. L. C.; LOPES, N. P. Fragmentation reactions using electrospray ionization mass spectrometry: an important tool for the structural elucidation and characterization of synthetic and natural products. **Nat. Prod. Rep.**, v. 33, p. 432-455, 2016.

DEEVANHXAY, P.; SUZUKI, M.; MAESHIBU, N.; LI, HE.; TANAKA, K.; HIROSE, S. Simultaneous characterization of quaternary alkaloids, 8-oxoprotoberberine alkaloids, and a steroid compound in *Coscinium fenestratum* by liquid chromatography hybrid ion trap time-of-flight mass spectrometry. **J pharmaceut biomed**, v. 50, p. 413-425, 2009.

DEWICK, P. M. **Medicinal natural products: A biosynthetic approach**. New York: John Wiley e Sons, 466p. 2001.

DINIZ, M. E. R. **Uso da técnica de espectrometria de massas com ionização por eletrospray (ESI-MS) para o estudo do mecanismo de reações orgânicas e avaliação do perfil de fragmentação de bis-hidroxiiminas aromáticas**. 2011. 108 f. Dissertação (Mestrado em Química Analítica). Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, 2011.

DINIZ, L.R. L. **Efeito das saponinas triterpênicas isoladas de raízes da *Ampelozizyphus amazonicus* ducke sobre a função renal**. 2006. 116 f. Dissertação (Mestrado em Ciências Biológicas – Fisiologia e Farmacologia). Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, 2006.

DOS SANTOS, K. M.; OLIVEIRA, I. C.; LOPES, M. A. C.; CRUZ, A. P. G.; BURITI, F. C. A.; CABRAL, L. M. Addition of grape pomace extract to probiotic fermented goat milk: The effect on phenolic content, probiotic viability and sensory acceptability. **J. Sci. Food Agric**, v. 97, p. 1108–1115, 2017.

DOS SANTOS, F. M.; SIMÕES, J. C.; SILVA, J. R. A. otimização das condições de extração de saponinas em *Ampelozizyphus amazonicus* usando planejamento experimental e metodologia de superfície de resposta. **Quim. Nova**, v. 34, n. 9, p. 1629-1633, 2011.

ELLEUCH, M.; BEDIGIAN, D.; ROISEUX, O.; BESBES, S.; BLECKER, C.; ATTIA, H. Dietary fibre and fibre-rich by-products of food processing: Characterisation, technological functionality and commercial applications: A review. **Food Chem**, v. 124, p. 411-421, 2011.

EVERETTE, J. D.; BRYANT, Q. M.; GREEN, A. M.; ABBEY, Y. A.; WANGILA, G.W.;

WALKER, R. B. Thorough study of reactivity of various compound classes toward the Folin-Ciocalteu Reagent. **J. agric. food chem**, v. 58, p. 8139-8144, 2010.

FACCHINI, P. J.; LUCA, V. Opium poppy and Madagascar periwinkle: model non-model systems to investigate alkaloid biosynthesis in plants. **The Plant Journal**, v. 54, n. 4, p. 763-84, 2008.

FALLER, A. L. K.; FIALHO, E. Availability of polyphenols in fruits and vegetables consumed in Brazil. **Rev. Saúde Pública**, v. 43, n. 2, p. 211-218, 2009.

FANG, X.; YANG, C.Q.; WEI, YU-KUN; MA, QI-XIA.; YANG, L.; CHEN, XIAO-YA. Genomics grand for diversified plant secondary metabolites. **Plant Diversity**, v. 33, p. 53-64, 2011.

FARMACOPEIA BRASILEIRA, Agência Nacional de Vigilância Sanitária. Brasília: Anvisa, v. 2, 2010.

FOOD AND AGRICULTURE ORGANIZATION OF THE UNITED NATIONS. FAO. Statistical Pocketbook. World food and agriculture. p. 62, 2015). Disponível em: <http://www.fao.org/3/a-i4691e.pdf>. Acesso: 20 de junho de 2019.

GANZERA, M.; STURM, M. Recent advances on HPLC/MS in medicinal plant analysis – an update covering 2011-2016. **J. Pharm. Biomed. Anal**, v. 147 p. 211-233, 2018.

GRADILLAS, A.; MARTINEZ-ALCAZAR, M. P.; GUTIERREZ, E.; RAMOS-SOLANO, B.; GARCIA, A. A novel strategy for rapid screening of the complex triterpene saponin mixture present in the methanolic extract of blackberry leaves (*Rubus* cv. Loch Ness) by LC/QTOF-MS. **J. Pharm. Biomed Anal**, v. 164, p. 47-56, 2019.

GONÇALVES, A. L.; FILHO, A. A.; MENEZES, H. Estudo comparativo da atividade antimicrobiana de extratos de algumas árvores nativas. **Arq. Inst. Biol**, v. 72, n. 3, p. 353-358, 2005.

GUERRERO-BELTRÁN, J. A.; OCHOA-VELASCO, C. E. Figo da india—*Opuntia* spp. **Exotic fruits**, p. 187-201, 2018.

GUIMARÃES, A. C. G., **Potencial antioxidante de treze frutos de espécies de ocorrência no cerrado por diferentes metodologias**. 2016. 99 f. Tese. (Doutorado em Ciência dos Alimentos). Universidade Federal de Lavras, Minas Gerais, 2016.

GUTTERIDGE, J. M. C.; HALLIWELL, B. Antioxidants: Molecules, medicines, and myths. **Biochem. Biophys. Res. Commun**, v. 393, n. 4, p. 561-564, 2010.

HANSEN, O. A. de S.; CARDOSO, R. L.; FONSECA, A. A. O.; VIANA, E. de S.; HANSEN, D. de S.; BARRETO, N. S. E. Desenvolvimento e avaliação da estabilidade de néctar de mangaba. **Magistra**, v. 25, n. 2, p. 148-156, 2013.

HERRERA-HERNÁNDEZ, M. G.; GUEVARA-LARA, F.; REYNOSO-CAMACHO, R.;

GUZMÁN-MALDONADO, S. H. Effects of maturity stage and storage on cactus berry (*Myrtillocactus geometrizans*) phenolics, vitamin C, betalains and their antioxidant properties. **Food Chem**, v. 129, p. 1744–1750, 2011.

IGNAT, I.; VOLF, I.; POPA, V. A critical review of methods for characterization of phenolic compounds in fruits and vegetables. **Food Chem**, v. 126, n. 4, p. 1821–1835, 2011.

INSTITUTO ADOLFO LUTZ. **Normas Analíticas do Instituto Adolfo Lutz**. v. 1: *Métodos Químicos e físicos para análise de alimentos*, 4. ed. São Paulo: IMESP, 2008. p. 21-22.

INSTITUTO DE TECNOLOGIA DE ALIMENTOS. Tecnologia de pós-colheita de frutas tropicais. Campinas: ITAL, 1988. cap.1, p.1-17.

JUNIOR, O. R. D. **Qualidade e capacidade antioxidante total de frutos de genótipos de umbuzeiro oriundos do semi-árido nordestino**. 2008. 106 f. Tese (Doutorado em Agronomia) Universidade Federal da Paraíba, Areia, 2008.

KARAASLAN, M.; OZDEN, M.; VARDIN, H.; TURKOGLU, H. Phenolic fortification of yogurt using grape and callus extracts. **LWT-Food Sci. Technol**, v. 44, p. 1065–1072, 2011.

KIM, J. H.; LEE, H. J.; LEE, H.-S.; LIM, E.-J.; IMM, J.-Y.; SUH, H. J. Physical and sensory characteristics of fibre-enriched sponge cakes made with *Opuntia humifusa*. **LWT -Food Sci Technol**, v. 47, n. 2, p. 478 e 484, 2012.

KOBLITZ, M. G. B. **Matérias-primas alimentícias: Composição e controle de qualidade**. Rio de Janeiro: Guanabara Koogan, 2011. 301p.

KOLEVA, I. I.; VAN BEEK, T. A.; LINSSEN, J. P. H.; GROOT, A.; EVSTATIEVA, L. N. Screening of Plant Extracts for Antioxidant Activity: a Comparative Study on Three Testing Methods. **Phytochem. Anal**, v. 13, p. 8–17, 2002.

KUMAR, S.; PANDEY, A. K. Phenolic content, reducing power and membrane protective activities of *Solanum xanthocarpum* root extracts. **Vegetos**, v. 26, n. 1, p. 301-307, 2013.

LIMA, A. R.; PEREIRA, R. G. F. A.; ABRAHÃO, A. S.; DUARTE, S. M. S.; PAULA, F.B.A. Compostos bioativos do café: atividade antioxidante *in vitro* do café verde e torrado antes e após a descafeinação. **Quim. Nova**, v. 33, n. 1, 2010.

LIMA, A. L.A **Padrões fenológicos de espécies lenhosas e cactáceas em uma área do semi árido do Nordeste do Brasil**. 2007. 84 f. Dissertação. (Mestrado em Botânica). Universidade Federal Rural de Pernambuco, Recife, 2007.

LIMA, E. E.; QUEIROZ, A. J. M.; FIGUEIREDO, R. M. F.; SILVA, A. S. Estudo das polpas do facheiro em função da parte do ramo. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE ENGENHARIA AGRÍCOLA, 34, 2005. **Anais...** Canoas: SBEA, 2005. p. 34. CD-ROM.

LIMA, J. L. S. **Plantas forrageiras das caatingas – usos e potencialidades**. Petrolina: EMBRAPA- CPATSA- PNE-RBG-KEW, 1996.

LI, Y.; ZHANG, J. J.; XU, D. P.; ZHOU, T.; ZHOU, Y.; LI, S.; LI, H.B. Bioactivities and Health Benefits of Wild Fruits. **Int. J. Mol. Sci.**, v. 17, n. 8, p.1-27, 2016.

LI, X.; LONG, Q.; GAO, F.; HAN, C.; JIN, P.; ZENG, Y. Effect of cutting styles on quality and antioxidant activity in fresh-cut pitaya fruit. Postharvest **Biol. Technol.**, v. 124, p. 1-7, 2017.

LOPES, C. R.; ALMASSY JÚNIOR, A. A.; ARMOND, C.; SILVA, F.; CASALI, V. W. D. Folhas de Chá – Plantas Medicinais na Terapêutica Humana. 233p. Viçosa: UFV, 2005.

LUCENA, C. M.; COSTA, da. G. M.; SOUSA, R. F.; CARVALHO, T. K. N.; MARREIROS, N. de A.; ALVES, C. A. B.; PEREIRA, D. D.; LUCENA, R. F. P. Conhecimento local sobre cactáceas em comunidades rurais na mesorregião do sertão paraibano. **Biotemas**, v. 25. n. 3, p. 281-291, 2012.

LUCENA, C.M.; RIBEIRO, J. E. S.; NUNES, E.N.; MEIADO, M.V.; QUIRINO, Z.G.M.; CASAS, A.; LUCENA, R.F.P. Distribuição local de *Cereus jamacaru* DC. Subsp. *Jamacaru* e *Pilosocereus pachycladus*. F. Ritter subsp. *Pernambucoensis* (F. RITTER) ZAPPI (CACTACEAE) e sua relação com uma comunidade rural no Município do Congo, Paraíba. **Gaia Scientia**, v. 9, n. 2, p. 97- 103, 2015.

MACIEL, J. K. S.; FERNANDES, M. G. F.; BRITO- FILHO, S. G.; FERNANDES, P. D.; FÉLIX, L. P. SOUZA, M. F. V. 2013. First chemical constituents from *Pilosocerus gounellei* (FAC Weber) Cactaceae; **Molecules**, v. 21, n. 11, 2016.

MAKKAR, H. P. S.; BECKER, K. Vanilin-HCl method for condensed tannins. Effect of organic solvents used for extraction of tannins. **J Chem Ecol**, v. 19, n. 4, 1993.

MANDUJANO, M. D. C.; CARRILLO-ÁNGELES, I.; MARTÍNEZ-PERALTA, C.; GOLUBOV, J. Reproductive biology of Cactaceae. In: Ramawat, K.G. (Ed.), **Desert Plants**, Springer-Verlag, p. 197–230, 2010.

MARTINEZ, S. T.; DOS SANTOS, A. P.; PINTO, A. C. Structural determination of the Pyrrolizidine Alkaloid monocrotaline: an example of the challenges of the natural products chemistry until the 1960's. **Rev. Virtual Quim**, v. 5, n. 2, p. 300-311, 2013.

MARET, W. The metals in the biological periodic system of the elements: Concepts and conjectures. **Int. J. Mol. Sci.** v. 17, p. 66–73, 2016.

MEDA, A.; LAMIEN, C. E.; ROMITO, M.; MILLOGO, J.; NACOULMA, O. G. Determination of the total phenolic, flavonoid and proline contents in Burkina Fasan honey, as well as their radical scavenging activity. **Food Chem**, v. 91, n. 3, p. 571-577, 2005.

MEIADO, M. V.; ALBUQUERQUE, L. S. C.; ROCHA, E. A.; ARÉCHIGA, M. R.; LEAL, I. R. Seed germination responses of *Cereus jamacaru* D.C. ssp. *Jamacaru* Cactaceae) to environmental factors. **Plant Species Biology**, v. 25, n. 2, p. 120-128, 2010.

- MELO, E. A.; GUERRA, N. B. Ação antioxidante de compostos fenólicos naturalmente presentes em alimentos. **Bol. SBCTA**, v. 36, n. 1, p. 1-11, 2002
- MELO, E. A.; MACIEL, M. I. S.; LIMA, V. L. A. G. DE; NASCIMENTO, R. J. Antioxidant capacity of fruits **Rev. Bras. Ciênc. Farm**, v. 44, n. 2, p. 193- 201, 2008.
- MÉNDEZ, L. P; FLORES, F. T; MARTÍN, J. D.; RODRÍGUEZ, E. M. R; ROMERO, C. D. Physicochemical characterization of cactus pads from *Opuntia dillenii* and *Opuntia ficus indica*. **Food chem**, v. 188, p. 393-398, 2015.
- MENEZES, M. O. T.; TAYLOR, N. P.; MACHADO, M.C.; COELHO, P. J. A.; CORREIA, D. Diversity and distribution of Cactaceae in Ceará state, North-eastern Brasil. **Bradleya**, v. 29, p. 13-42, 2011.
- MESSIAS, B. J. *Cereus jamacaru* DC. **Efeito toxicológico sobre o desenvolvimento embrionário de *Rattus norvegicus***. 2010. 182 f. Tese (Doutorado em Ciências Farmacêuticas). Universidade Federal de Pernambuco- UFPE, 2010.
- MEYER, B, N.; FERRIGNI, N. R.; PUTNAM, L.B.; JACOBSEN, L. B.; NICHOLS, D.E.; MCLAUGHLIN, J. L; Brine shrimp: a convenient general bioassay for active plant constituents. **J. med. plant res**, v. 45, p. 31-34, 1982.
- MIZRAHI, Y, N. A.; NOBEL, P. S. Cacti as crops. **Hort Rev**, v. 18, p. 292-320, 1997.
- MOLYNEUX, P. The use of the stable free radical diphenylpicryl-hydrazyl (DPPH) for estimating antioxidant Activity. **Songklanakarín. J. Sci. Technol**, v. 26, n. 2, 2004.
- MORENO, L. R. **Caracterização físico-química e potencial funcional da polpa, suco e casca de *Myrciaria cauliflora* Berg (Jatuticaba Sabará)**. 2010. 88 f. Dissertação (Mestrado em Ciência e Tecnologia de Alimentos). Universidade Estadual de Ponta Grossa, 2010.
- MOUSSA-AYOUB, T. E.; EL-SAMAHY, S. K.; ROHN, S., KROH, L. W. Flavonols, betacyanins content and antioxidant activity of cactus *Opuntia macrorhiza* fruits. **Food res. Int**, v. 44, n. 7, p. 2169-2174, 2011.
- NASCIMENTO, V.T.; LACERDA, E.U.; MELO, J.G.; LIMA, C.S.A.; AMORIM, E.L.C.; ALBUQUERQUE, U.P. Controle de qualidade de produtos à base de plantas medicinais comercializados na cidade do Recife-PE: erva-doce (*Pimpinella anisum* L.), quebra-pedra (*Phyllanthus spp.*), espinheira santa (*Maytenus ilicifolia* Mart.) e camomila (*Matricaria recutita* L.). **Rev. Bras. Pl. Med**, v. 7, n. 3, p. 56-64, 2005.
- NASCIMENTO, V. T.; MOURA, N. P.; VASCONCELOS, M. A. S.; MACIEL, M. I. S.; ALBUQUERQUE, U. P. Chemical characterization of native wild plants of dry seasonal forests of the semi-arid region of northeastern Brazil. **Food Res Int**, v. 44, p. 2112-2119, 2011.
- NETALA, V. R.; GHOSH, S. B.; BOBBU, P.; DANDU, A.; TARTTE, V. Triterpenoid saponins: a review on biosynthesis, applications and mechanism of their action. **Int. J. Pharm. Pharm. Sci**, v. 7, n. 1, p. 24-28, 2015.

NEWMAN, D. J.; CRAGG, G.M. Natural products as sources of new drugs over the last 25 years. **J. nat. Prod.**, v. 70, n. 3, p. 461-477, 2007.

NOGUEIRA, R. C.; CERQUEIRA, H. F.; SOARES, M. B. P. Patenting bioactive molecules from biodiversity: The Brazilian experience. **Expert opin ther Pat**, v. 20, n. 2, p. 1-13, 2010.

OECD/Food and Agriculture Organization of the United Nations, **OECD-FAO Agricultural Outlook 2015-2024**, OECD Publishing, Paris. Disponível em: <<http://www.fao.org/3/a-i4738e.pdf>>. Acesso em: 01 out. 2018.

OLIVEIRA A. S.; FIGUEIRÊDO, R. M. F.; QUEIROZ, A. J. M.; BRITO, J.G., Estabilidade da polpa do *Cereus jamacaru* em pó durante o armazenamento. **Rev. Bras. Eng. Agríc. Ambi**, v. 19, n. 2, p. 147-153, 2015.

OLIVEIRA, H. B.; KFFURI, C. W.; CASALI, V. W. D. Ethnopharmacological study of medicinal plants used in Rosário da Limeira, Minas Gerais, Brazil. **Rev. Bras. Farmacogn**, n. 20, p. 256-260, 2010.

OLIVON, F.; ROUSSI, F.; LITAUDON, M.; TOUBOUL, D. Optimized experimental workflow for tandem mass spectrometry molecular networking in metabolomics. **Anal Bioanal Chem**, v. 409, p. 5767-5778, 2017.

ORDÓÑEZ, PEREDA, J.A. **Tecnologia de alimentos**. Componentes dos alimentos e processos. V, 1. Ed. Artmed, 2005.

PINHEIRO, T.S.; FERREIRA, A.C. Espécies de Cactaceae nas restingas do Nordeste Brasileiro: aspectos funcionais. **Gaia Scientia**, v. 9, n. 2, p. 193-201, 2015.

PARK, J. B. Isolation and Characterization of N-Feruloyltyramine as the P-selectine Expression Suppressor from Garlic (*Allium sativum*). **J. Agric. Food Chem**, v. 57, n. 19, 2009.

PASCOAL, A.; RODRIGUES, S.; TEIXEIRA, A.; FEÁS, X.; ESTEVINHO, L. M. Biological activities of commercial bee pollens: Antimicrobial, antimutagenic, antioxidant and anti-inflammatory. **Food Chem.Toxicol**, v. 63, p. 233-239, 2014.

PAVIA, D. L.; LAMPMAN, G. M.; KRIZ, G. S.; VYVYAN, J. R. **Introdução à espectroscopia** – 5ª edição. São Paulo: Cengage Learning, 2015.

PERES, L. E. P. **Metabolismo Secundário**. Piracicaba – São Paulo: Escola Superior de Agricultura Luiz de Queiroz. ESALQ/Universidade de São Paulo, 2004. p. 1-10.

PRADO, E. **Composição fenólica e atividade antioxidante de frutas tropicas**. Dissertação (Mestrado em Ciência e Tecnologia dos Alimentos). 2009. 107 f. Escola Superior de Agricultura Luis de Queiroz, Universidade de São Paulo. Piracicaba, 2009.

PRASANTH, S.; P. CHANDRAN. Phytochemical and antimicrobial analysis of leaf samples of different *Rubus* species, **International J. Chem Tech**, v. 10, n. 4, p. 359-368, 2017.

PROSKY, L.; ASP, N. G.; SCEWEIZER, T. F. Determination of insoluble, soluble and total fiber in food products: interlaboratory study. **J. Assoc Off Anal Chem**, v. 71, n. 5, p. 1017-1023, 1988.

PINHEIRO, T. S.; FERREIRA, A. C. Espécies de Cactaceae nas restingas do Nordeste Brasileiro: aspectos funcionais. **Gaia Scientia**, v. 9, n. 2, p. 193-201, 2015.

PORTO, M. R. A. **Caracterização físico-química e comportamento reológico da polpa do fruto de *Cereus hildmannianus* K. Schum.** 2009. 103 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Química). Universidade Federal de Santa Catarina, 2009.

RAHMAN, M. S. Handbook of Food Preservation, Second Edition. London, New York. **Food Sci Technol**, v. 167, pp.1088, 2007.

RAINA, R.; GARG, G.; SETHI, S. K.; SCHREIBER, M. J.; SIMON, J. F.; THOMAS, G. Phosphorus metabolism. **J. Nephrology Therap.** S3, 1–7, 2012.

RAZAVI, S. M.; NAZEMIYEH, H.; HAJIBOLAND, R.; KUMARASAMY, Y.; DELAZAR, A.; NAHAR, L.; SARKER, S. D. Coumarins from the aerial parts of *Prangos uloptera* (*Apiaceae*). **Braz. J. of Pharmacog.**, v. 18, n. 1, p. 1-5, 2008.

REIM, V.; SASCHA, R. Characterization of Saponins in Peas (*Pisum sativum* L.) by HPTLC coupled to Mass Spectrometry and a Haemolysis Assay. **Food Res Int**, v. 76, n. 1, p.3-10, 2014.

ROBERT, M. SILVERSTEIN; FRANCIS, X; WEBSTER, DAVID KIEMLE. Identificação Espectrométrica de Compostos Orgânicos, 7^a edição. **2006**.

ROCHA, E. A; AGRA, M. F. Flora do Pico do Jabre, Brasil. Cactaceae juss. **Acta Bot. Bras**, v. 1, n. 16, p. 15-21, 2002.

RODRIGUES, L. J. **Desenvolvimento e processamento mínimo de pitaia nativa (*Selenicereus setaceus* Rizz.) do cerrado brasileiro.** 2010. 177 f. Tese (Doutorado em Ciência dos Alimentos - Universidade Federal de Lavras). Lavras, 2010.

RUFINO, M. S. M.; ALVES, R. E.; DE BRITO, E. S.; DE MORAIS, S. M.; SAMPAIO, C. G.; PÉREZ- JIMÉNEZ, J.; CALIXTO, F. D. S. Metodologia científica: Determinação da atividade antioxidante total em frutas pela captura do radical livre DPPH. **Comunicado Técnico Embrapa**, v. 127, p. 1-4, 2008.

RUFINO, M. S. M.; ALVES, R. E.; BRITO, E. S.; PÉREZ-JIMÉNEZ, J. SAURA-CALIXTO, F. MANCINI-FILHO, J. Bioactive compounds and antioxidant capacities of 18 non-traditional tropical fruits from Brazil. **Food Chem**, v. 121, n. 4, p. 996–1002, 2010.

SÁ, R. R; CALDAS, J. da CRUZ.; SANTANA, D. de A.; LOPES, M. V.; SANTOS, W. N. L.; KORN, M. G. A.; JÚNIOR, A. de F. S. Multielementar/centesimal composition and determination of bioactive phenolics in dried fruits and capsules containing Goji berries (*Lycium barbarum* L.). **Food chem**, v. 273, p. 15-23, 2018.

SALES, M. de S. L.; MARTINS, L. do, V.; DE SOUZA, I.; DE DEUS, M.do S. M.; PERON, A. P. *Cereus Jamacaru* de Candolle (Cactaceae), O Mandacaru Do Nordeste Brasileiro. **Ci. Biol. Saúde**, v. 20, n. 2, p. 135-142, 2014.

SANTANA, A. F. **Composição química e atividades antioxidante e biológica das frações clorofórmica e hidrometanólica do extrato da raiz de *Cereus jamacaru* DC. (Cactaceae).** Dissertação (Mestrado em recursos genéticos vegetais). 2016. 116 f. Universidade Estadual de Feira de Santana, Bahia, 2016.

SANTOS, E. B.; DANTAS, G. S.; SANTOS, H. B.; DINIZ, M. F. F. M; SAMPA, F. C. Estudo etnobotânico de plantas medicinais para problemas bucais no município de João Pessoa, Brasil. **Rev. Bras. Farmacogn**, v. 19, n. 1, p. 321-324, 2013.

SEMEDO, A.C. J. **Compostos bioativos de *Opuntia ficus-indica*.** Master degree in Quality Control and Food Toxicology. 2012. 188 f. Portugal: Pharmacy Faculty. The University of Lisboa, 2012.

SHAHIDI, F.; JANITHA, P. K.; WANASUNDARA, P. D. Phenolics antioxidants. **Crit. rev. Food Sci. Nutr**, v. 36, p. 67-103, 1992.

SILVA, C. M. A. **Metabólitos secundários de plantas do semi-árido de Pernambuco- Uma inovação no controle de fitopatógenos.** 2013. 112 f. Dissertação (Mestrado em Bioquímica e Fisiologia). Universidade Federal de Pernambuco, 2013.

SILVA, J. P. R. **ESTUDO FITOQUÍMICO E ATIVIDADE BIOLÓGICA DA *Tacinga inamoena* (K. Schum.) N.P. Taylor & Stuppy.** 2016. 147 f. Dissertação (Mestrado em Ciências Farmacêuticas). Universidade Estadual da Paraíba-UEPB, 2016.

SILVA, L. R.; ALVES, R. E. Avaliação da composição físico-química de frutos de mandacaru (*Cereus jamacaru* P.). **Acta Agronômica**, v. 58, n. 4, p. 245-250, 2009.

SILVA, M. L.C.; COSTA, R. S.; SANTANA, A. dos S.; KOBLITZ, M. G. B. Phenolic compounds, carotenoids and antioxidant activity in plant products. **Semina: Ciências Agrárias**, v. 31, n. 3, p. 669-682, 2010.

SILVA, R. R.; DORRESTEIN, P. C.; QUINN, R. A. Illuminating the dark matter in metabolomics. **Proc. Natl Acad Sci USA**, v. 112, n. 41, p. 12549–12550, 2015.

SIMÕES, C. M. et al. (Org.). **Farmacognosia da planta ao medicamento.** 5. ed. Florianópolis: Editora da UFSC, 2003.

SOUSA, A. C. P. **Frutos de Cactáceas da Caatinga Piauiense: potencial bioativo e tecnológico.** 2017. 103 f. Dissertação. (Mestrado em Alimentos e Nutrição). Universidade Federal do Piauí - UFPI, Teresina, 2017.

SOUZA, C. A. S.; ALMEIDA, L. N.; CRUZ, E. S.; SILVA, C. M. L.; JÚNIOR, J. A. C. N.; AMARAL, F. S.; SERAFINI, M. R. Physical-chemical quality control and phytochemical characterization of the main medicinal plants marketed in fair-free of Lagarto-SE. **Rev. Scientia Plena**, v. 13, n. 9, 2017.

- SOUSA, C. M. M.; SILVA, H. R.; VIEIRA-JR, G. M. Fenóis totais e atividade antioxidante de cinco plantas medicinais. **Quim. Nova**, v. 30, n. 2, p. 351-355, 2007.
- SUCUPIRA, N. R. SILVA, A. B.; PEREIRA, G.; COSTA, J. N. Métodos para determinação da atividade antioxidante de frutos. **Cient. Cienc. Biol. Saúde**, v. 14, n. 4, p. 263 - 269, 2012.
- SUNDARAM, R.; KARUPPAIAHC, M.; SHANTHID, P.; SACHDANANDAM, P. Acute and sub acute studies of catechol derivatives from *Semecarpus anacardium*. **Toxicology Reports**, v. 5, p. 231-239, 2018.
- SPARKMAN, O. D. Mass spectrometry desk reference. Journal of chemical education, v. 78, n. 2 **Pittsburgh: Global View Pub.** 106 p. 2000.
- SZABO, M. E. **Estudo fitoquímico e atividades biológicas (antioxidante, antimicrobiana, tóxica e hemolítica in vitro) de *Cestrum intermedium* Sendth. Solanaceae.** 2015. 108 f. Dissertação (Mestrado em Ciências Farmacêuticas). Universidade Federal do Paraná, Curitiba, 2015.
- TABELA BRASILEIRA DE COMPOSIÇÃO DE ALIMENTOS – TACO.** 4ª edição revisada e ampliada. Campinas- SP, 2011.
- TAYLOR, N.P.; ZAPPI, D.C. Cacti of eastern Brazil. **Royal Botanic Gardens.** Kew, 499p, 2004.
- TERNENT, C. A.; BASTAWROUS, A. L.; MORIN, N. A.; ELLIS, C. N.; HYMAN, N. H.; BUIE, W. D. Practice parameters for the evaluation and management of constipation. **Dis Colon Rectum**, v. 50, p. 2013-2022, 2007.
- TERRA, N. N.; FREITAS, R. J. S.; CICHOSKI, A. J. Atividade de água, pH, umidade e desenvolvimento de *Staphylococcus xylosus* durante o processamento e armazenamento da paleta suína curada, maturada e fermentada. **Ciênc. Tecnol. Aliment**, v. 27, n. 4, p. 756-760, 2007.
- VALENTE, L. M. M; SANTOS, F. A. L.; CUNHA, A. G. **Estudo químico e farmacológico dos frutos de duas espécies de cactos brasileiros: *Cereus jamacaru* e *Opuntia stricta*.** In: JORNADA DE INICIAÇÃO CIENTÍFICA DA UFRJ. Anais.Rio de Janeiro: UFRJ, 2001.
- VASCO, C.; RUALES, J.; KAMAL-ELDIN, A. Total phenolic compounds and antioxidant capacities of major fruits from Ecuador. **Food Chem**, v. 111, p. 816-823, 2008.
- VEIGA-JUNIOR, V. F.; PINTO, A. C. Plantas medicinais: cura segura? **Quim. Nova**, v. 28, n. 3, p. 519-528, 2005.
- VERZELLONI, E.; TAGLIAZUCCHI, D. CONTE, A. Relationship between the antioxidante properties and the phenolic and flavonoid content in traditional balsamic vinegar. **Food Chem**, v. 105, p. 564-571, 2007.
- VIEIRA-JÚNIOR, G. M.; SOUZA, C. M. L.; CHAVES, M.H. Resina de *Protium heptaphyllum*: isolamento, caracterização estrutural e avaliação das propriedades térmicas. **Quim. Nova**, v. 28, n. 2, p. 183-187, 2005.

VINSON, J. A.; HAO, Y.; SU, X.; ZUBIK, L. Phenol Antioxidant Quantity and Quality in Foods: Vegetables. **J. Agric. Food Chem**, v. 46, p. 3630-3634, 1998.

WALLACE, R. S. Molecular systematic study of the Cactaceae: Using chloroplast DNA variation to elucidate Cactus phylogeny. **Bradleya**, v. 13, p. 1-12, 1995.

WANG, M.; CARVER, J. J.; PHELAN, V. V.; SANCHEZ, L. M.; GARG, N. et al. **Nature biotechnology**, v. 34, n. 8, 2016.

WORLD HEALTH ORGANIZATION. **Diet, nutrition and the prevention of chronic diseases**. Report of a Joint WHO/FAO Expert Consultation. Geneva: WHO; 2003. Technical Report Series, 916

WOOTTON-BEARD, P. C.; RYAN, L. Improving public health?: The role of antioxidant-rich fruit and vegetable beverages. **Food Res Internat**, v. 44, n. 10, p. 3135-3148, 2011.

WINK, M., SCHIMMER, O. Functions of Plant Secondary Metabolites and Their Exploitation in Biotechnology. **Annual plant reviews**, v. 3, p. 18-137, 1999.

ZAGO, M. F. C. **Aproveitamento de resíduos agroindustrial de jaboticaba no desenvolvimento de formulação de *cookie* para a alimentação escolar**. 2014. 124 f. Dissertação (mestrado em Ciência e Tecnologia de alimentos). Universidade Federal de Goiás, 2014.

ZAPPI, D. C.; SANTOS, M. R.; LAROCCA, J. **Cactaceae in Lista de Espécies da Flora do Brasil. Jardim Botânico do Rio de Janeiro**. 2015. Disponível em: <<http://floradobrasil.jbrj.gov.br/jabot/floradobrasil/FB1663>>. Acesso em: 18 set. 2018.

ZHENG, W.; WANG, S.Y. Oxygen radical absorbing capacity of phenolics in blueberries, cranberries, chokeberries, and lingonberries. **J Agric Food Chem**, v. 51, n. 2, p. 502-509, 2003.

ZIEGLER, J.; FACCHINI, P.J. Alkaloid Biosynthesis: Metabolism and Trafficking. **Annual review of plant biology**, v. 59, n. 1, p. 735-769, 2008.