



UNIVERSIDADE ESTADUAL DA PARAÍBA
CAMPUS I - CAMPINA GRANDE
PRÓ-REITORIA DE PÓS-GRADUAÇÃO E PESQUISA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM QUÍMICA
CURSO DE MESTRADO EM QUÍMICA

TIAGO DOS SANTOS SILVA

**QUANTIFICAÇÃO DE POLIFENÓIS, TANINOS E FLAVONOÍDES NA SEIVA DE
Jatropha mollissima (Pohl) Baill UTILIZANDO ESPECTROSCOPIA NO
INFRAVERMELHO E QUIMIOMETRIA**

CAMPINA GRANDE, PB
2022

TIAGO DOS SANTOS SILVA

**QUANTIFICAÇÃO DE POLIFENÓIS, TANINOS E FLAVONOÍDES NA SEIVA DE
Jatropha mollissima (Pohl) Baill UTILIZANDO ESPECTROSCOPIA NO
INFRAVERMELHO E QUIMIOMETRIA**

Trabalho de dissertação apresentada ao Programa de Pós- Graduação em Química da Universidade Estadual da Paraíba, como requisito parcial à obtenção do título de Mestre em Química.

Área de concentração: Química Analítica

Orientadora: Profa. Dra. Simone da Silva Simões

CAMPINA GRANDE
2022

É 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.

S586q Silva, Tiago dos Santos.

Quantificação de polifenóis, taninos e flavonoides na seiva de *Jatropha mollissima* (Pohl) Baill utilizando espectroscopia no infravermelho e quimiometria [manuscrito] / Tiago dos Santos Silva. - 2022.

91 p. : il. colorido.

Digitado.

Dissertação (Mestrado em Química - Mestrado) - Universidade Estadual da Paraíba, Centro de Ciências e Tecnologia, 2023.

"Orientação : Profa. Dra. Simone da Silva Simões, Departamento de Química - CCT."

1. Pinhão-Bravo. 2. Metabólitos secundários. 3. Calibração multivariada. 4. NIR. 5. MIR. 6. PLS. I. Título

21. ed. CDD 544

TIAGO DOS SANTOS SILVA

**QUANTIFICAÇÃO DE POLIFENÓIS, TANINOS E FLAVONOÍDES NA SEIVA DE
Jatropha mollissima (Pohl) Baill UTILIZANDO ESPECTROSCOPIA NO
INFRAVERMELHO E QUIMIOMETRIA**

Trabalho de dissertação apresentada ao Programa de Pós- Graduação em Química da Universidade Estadual da Paraíba, como requisito parcial à obtenção do título de Mestre em Química.

Área de concentração: Química Analítica

Aprovada em: 12/12/2022

BANCA EXAMINADORA

Documento assinado digitalmente



SIMONE DA SILVA SIMOES
Data: 27/01/2023 19:37:24-0300
Verifique em <https://verificador.iti.br>

Dra. Simone da Silva Simões
Universidade Estadual da Paraíba

Documento assinado digitalmente



PAULO HENRIQUE GONCALVES DIAS DINIZ
Data: 27/01/2023 13:21:12-0300
Verifique em <https://verificador.iti.br>

Dr. Paulo Henrique Gonçalves Dias Diniz
Universidade Federal do Oeste da Bahia

Dra. Liliana de Fátima Bezerra Lira de Pontes
Universidade Federal da Paraíba

Dedico esse trabalho a minha família, em especial a minha esposa, que esteve presente em todos os momentos dessa pesquisa. Sem seu incentivo e apoio não seria possível seguir adiante.

AGRADECIMENTOS

Agradeço primeiramente a Deus por todo o conforto que me deu ao longo desses anos, por não ter me deixado desistir, agradeço pelo dom da vida e por ter permitido que eu chegasse até aqui.

Aos meus pais, Terezinha Oliveira dos Santos Silva e Teodoro Francisco da Silva, por todo o carinho e apoio, sem vocês nada disso seria possível.

A minha orientadora e professora Dra. Simone da Silva Simões por toda confiança em mim depositada, pela paciência, compreensão, ensinamentos e valores morais que com certeza fazem de você um ser especial.

Agradeço também ao grupo de pesquisa que faço parte GMAQ, por todos os ensinamentos compartilhados e amizades criadas. Agradeço em especial a Caroline Lins Fernandes e José Filipe Bacalhau Rodrigues por toda parceria que tornou esse trabalho possível.

A Universidade Federal de Campina Grande (UFCG) e ao Laboratório de Avaliação e Desenvolvimento de Biomateriais do Nordeste (CERTBIO) pela parceria e análises realizadas.

Ao Laboratório de Síntese e Análise de Materiais Avançados (LabSAMA) pelo apoio na realização das análises no UV-Vis. Agradeço também ao Laboratório de Química Analítica e Quimiometria e ao Núcleo de Pesquisas em Alimentos – NUPEA pelo compartilhamento de equipamentos e materiais necessários para realização dessa pesquisa.

A Universidade Estadual da Paraíba (UEPB) e ao Programa de Pós-Graduação em Química (PPGQ) pelos anos de aprendizado. Obrigado a todos que forma direta ou indireta contribuíram para o desenvolvimento desse trabalho.

"Os livros não são feitos para que alguém acredite neles, mas para serem submetidos à investigação. Quando consideramos um livro, não devemos perguntar o que diz, mas o que significa."

(Umberto Eco)

RESUMO

O gênero *Jatropha* pertence à família Euphorbiaceae e possui cerca de 175 espécies que são amplamente distribuídas em regiões tropicais e subtropicais da África e Américas. A *Jatropha mollissima* (Pohl) Baill, conhecida popularmente no nordeste brasileiro como pinhão bravo, é uma planta utilizada tradicionalmente na medicina popular para o tratamento de várias doenças, por apresentar efeitos antibacterianos, antiofídico, antioxidante, entre outros. Dentre os metabólitos secundários encontrados nesta espécie estão os flavonoides, fenóis e taninos que podem variar em concentração dependendo de variáveis como o local de plantio, época de coleta da seiva, índice pluviométrico, entre outros. A quantificação destes, geralmente é realizada por espectroscopia no UV-visível e por Cromatografia Líquida de Alta Eficiência (CLAE), porém, apesar de bastante conhecidas e confiáveis, necessitam de diversas etapas de preparo das amostras. Diante do exposto, o objetivo deste trabalho foi desenvolver um método baseado na espectroscopia no infravermelho próximo (NIR) e médio (MIR) e métodos quimiométricos para a quantificação rápida e não destrutiva destes metabólitos em amostras da seiva da espécie *J. mollissima*, coletadas em 3 regiões diferentes do estado da Paraíba. Todas as amostras foram analisadas pelo método colorimétrico de referência (uv-vis) e tiveram seus espectros NIR e MID registrados. As análises das amostras pelos métodos colorimétricos indicaram teores de taninos totais variando de aproximadamente 18,4 a 597 $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$, flavonoides totais variando de 0,91 a 6,94 $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$, e o teor de polifenóis variando de aproximadamente 0,03 a 55,17 $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$. Para a construção do modelo de calibração multivariada, os conjuntos de dados (NIR e MID) foram divididos em calibração e predição utilizando o algoritmo SPXY. Os modelos de calibração multivariada por Mínimos Quadrados Parciais (PLS) foram construídos utilizando a extensão PLS-Toolbox do MATLAB. Para flavonoides o melhor modelo foi construído com os dados de infravermelho médio (RMSEP=0,75 $\mu\text{g mL}^{-1}$), já para tanino e polifenóis os melhores modelos foram obtidos para os dados NIR, RMSEP de 54,28 e 5,87 $\mu\text{g mL}^{-1}$, respectivamente. Todos os modelos foram construídos utilizando 7 variáveis latentes e validados por validação cruzada completa. Não foram encontrados na literatura trabalhos que realizassem a quantificação de polifenóis, flavonoides e taninos, utilizando a espectroscopia no infravermelho e métodos de calibração multivariada para a espécie *J. mollissima*. No entanto quando comparados com modelos PLS para determinação destes metabólitos em outras amostras de produtos naturais os erros foram comparáveis.

Palavras-Chave: Pinhão-bravo; seiva; metabólitos secundários; calibração multivariada.

ABSTRACT

The genus *Jatropha* belongs to the Euphorbiaceae family and has about 175 species that are widely distributed in tropical and subtropical regions of Africa and the Americas. *Jatropha mollissima* (Pohl) Baill, popularly known in northeastern Brazil as *Pinhão Bravo*, is a plant traditionally used in folk medicine for the treatment of several diseases, for its antibacterial, antiphidic, and antioxidant effects, among others. Among the secondary metabolites found in this species are flavonoids, phenols, and tannins, which can vary in concentration depending on variables such as planting location, sap collection season, rainfall rate, among others. The quantification of these substances is usually performed by UV-visible spectroscopy and High Performance Liquid Chromatography (HPLC), however, despite being well known and reliable, they require several steps of sample preparation. The objective of this work was to develop a method based on near and mid infrared spectroscopy (NIR) and chemometric methods for the fast and non-destructive quantification of these metabolites in samples of the sap of the species *J. mollissima*, collected in 3 different regions of the state of Paraíba. All samples were analyzed by the reference colorimetric method (Uv-vis) and had their NIR and MID spectra recorded. The analyses of the samples by colorimetric methods indicated total tannin contents ranging from approximately 18.4 to 597 $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$, total flavonoids ranging from 0.91 to 6.94 $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$, and polyphenols content ranging from approximately 0.03 to 55.17 $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$. To build the multivariate calibration model, the data sets (NIR and MID) were split into calibration and prediction using the SPXY algorithm. The multivariate calibration models by Partial Least Squares (PLS) were built using the PLS-Toolbox extension of MATLAB. For flavonoids the best model was built with the mid-infrared data (RMSEP=0.75 $\mu\text{g mL}^{-1}$), whereas for tannin and polyphenols the best models were obtained for NIR data, RMSEP of 54.28 and 5.87 $\mu\text{g mL}^{-1}$, respectively. All models were built using 7 latent variables and validated by full cross-validation. No work was found in the literature that performed the quantification of polyphenols, flavonoids and tannins using infrared spectroscopy and multivariate calibration methods for the species *J. mollissima*. However when compared with PLS models for determination of these metabolites in other natural product samples the errors were comparable.

Key-words: Pinhão-bravo; sap; secondary metabolites; multivariate calibration

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1 - Ocorrências confirmadas da <i>Jatropha mollissima</i> (Pohl) Baill.....	17
Figura 2 - Características morfológicas da <i>Jatropha mollissima</i> (A: Caule, B: Frutos)	18
Figura 3 - Flavonoides identificados na <i>Jatropha mollissima</i>	20
Figura 4 - Estrutura básica de um fenol.....	26
Figura 5 - Principais estruturas dos flavonoides.	29
Figura 6 - Estrutura de um tanino hidrolisável.....	31
Figura 7 - Unidades estruturais de taninos condensados (catequina - trans, epicatequina – cis)	31
Figura 8 - Organização matricial dos dados na construção do modelo PLS.....	34
Figura 9 - Faixa de radiação eletromagnética.....	36
Figura 10 - Teor de Flavonoides, Taninos e Polifenóis.	48
Figura 11 - Espectros NIR brutos de todas as amostras.....	51
Figura 12 - Espectros MIR brutos de todas as amostras.	52
Figura 13 - Espectros MIR com pré-processamentos para quantificação de flavonoides.....	53
Figura 14 - Ferramentas de validação para o modelo PLS-flav-MIR.....	54
Figura 15 - Espectros NIR pré-processados para quantificação de flavonoides... ..	55
Figura 16 - Ferramentas de validação para o modelo PLS-flav-NIR.....	55
Figura 17 - Espectros MIR pré-processamentos para quantificação de taninos.....	57
Figura 18 - Ferramentas de validação para o modelo PLS-tan-MIR.....	58
Figura 19 - Espectros NIR pré-processados para quantificação de taninos....	58
Figura 20 - Ferramentas de validação para o modelo PLS-tan-NIR.....	59
Figura 21 - Espectros MIR pré-processados para quantificação de polifenóis.....	61
Figura 22 - Ferramentas de validação para o modelo PLS-fen-MIR.....	61
Figura 23 - Espectros NIR pré-processados para quantificação de polifenóis.....	62
Figura 24 - Ferramentas de validação para o modelo PLS-fen-NIR.....	62
Gráfico 1 - Precipitação máxima dos municípios 01/11/2020 – 31/10/2021	46
Gráfico 2 - Médias históricas de temperatura das 3 regiões	47

LISTA DE QUADROS E TABELAS

Quadro 1 - Locais de coleta da seiva	41
Quadro 2 - Características Fisiográficas dos locais estudados.....	46
Tabela 1 - Figuras de mérito para os modelos PLS-flav-MIR e PLS-flav-NIR.....	56
Tabela 2 - Figuras de mérito para os modelos PLS-tan-MIR e PLS-tan-NIR.....	60
Tabela 3 - Figuras de mérito para os modelos PLS-fen-MIR e PLS-fen-NIR.....	63
Tabela 4 - Figuras de mérito dos modelos PLS – MIR e NIR para taninos, flavonoides e polifenóis	65

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

AESA	Agência Executiva de Gestão das Águas do Estado da Paraíba
CPRM	Serviço Geológico do Brasil
CPTEC	Centro de Previsão de Tempo e Estudos Climáticos
HCA	Hierarchical Cluster Analysis
IBGE	Instituto Brasileiro de Geografia e Estatística
INPE	Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais
IR	Infrared
<i>J. mollissima</i>	<i>Jatropha mollissima</i>
MATLAB	MATrix LABoratory
MIR	Middle Infrared Spectroscopy
NIR	Near Infrared Spectroscopy
PCA	Principal Component Analysis
PLS	Partial Least Squares Regression
RMSEC	Root Mean Square Error of Calibration
RMSEP	Root Mean Square Error of Prediction
RMSEV	Root Mean Square Error of validation
SIMCA	Soft independent modelling of class analogies
SPXy	Sample set Partitioning based on joint x–y distances
UV-Vis	Ultraviolet-Visible Spectroscopy

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	13
2 OBJETIVOS	15
2.1 Objetivo Geral	15
2.2 Objetivos Específicos	15
3 FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA	16
3.1 O gênero <i>Jatropha</i>	16
3.2 <i>Jatropha molíssima</i>	17
3.3 Metabólitos secundários e produtos naturais	22
3.3.1 Fenóis	25
3.3.2 Flavonoides	27
3.3.3 Taninos	30
3.4 Quimiometria	32
3.4.1 Regressão por mínimos quadrados parciais (PLS)	34
3.6 Espectroscopia no infravermelho	36
3.7 Métodos espectroscópicos aliados a quimiometria para quantificação de metabólitos em produtos naturais	38
4 METODOLOGIA	40
4.1 Local da pesquisa	40
4.2 Preparo das amostras	40
4.3 Caracterização das regiões de coleta das amostras de seiva da <i>Jatropha mollissima</i> . 40	
4.4 Identificação e quantificação dos metabólitos	41
4.4.1 Polifenóis	41
4.4.2 Flavonoides totais	42
4.4.3 Taninos condensados totais	44
4.5 Construção dos modelos multivariados	45
5 RESULTADO E DISCUSSÃO	46
5.1 Avaliação geográfica e dos dados meteorológicos das regiões estudadas	46
5.2 Avaliação das seivas coletadas em relação a concentração dos metabólitos estudados	48
5.3 Estudo dos espectros NIR e MID das seivas da <i>Jatropha mollissima</i>	50
5.4 Modelos de calibração multivariada para a quantificação de metabólitos	53
5.4.1 Quantificação multivariada de flavonoides nas seivas da <i>Jatropha molíssima</i>	53
5.4.2 Quantificação multivariada de taninos nas seivas da <i>Jatropha molíssima</i>	57
5.4.3 Quantificação multivariada de fenóis totais nas seivas da <i>Jatropha molíssima</i>	61

6 CONCLUSÕES.....	66
REFERÊNCIAS	67
ANEXO A - Espectros NIR. Coletas Nov./2020 – Out./2021	81
ANEXO B - Espectros MIR. Coletas Nov./2020 – Out./2021	83
ANEXO C – Pré-processamentos testados no MIR e NIR para quantificação de flavonoides, taninos e polifenóis.	85
ANEXO D – Currículo Lattes (versão resumida)	89

1 INTRODUÇÃO

Nos últimos anos têm-se observado uma crescente demanda por produtos naturais, sejam alimentos ou medicamentos industrializados ou de preparação caseira, que na maioria das vezes estão associados à busca por hábitos saudáveis que ajudam a melhorar a qualidade de vida das pessoas (ATANASOV et al., 2015). Essa demanda crescente por medicamentos de qualidade e alimentos saudáveis tem gerado uma necessidade de análises qualitativas e quantitativas de compostos bioativos em ervas, extratos de plantas, produtos alimentícios, entre outros.

Dentre vários objetivos, as análises em extratos vegetais apresentam o intuito de identificar e quantificar metabólitos secundários que possam estar associados a determinadas bioatividades dentro de uma classe, família, gênero ou espécie de plantas. Nesse contexto, os estudos envolvendo metabólitos vêm ganhando destaque em muitos campos, como toxicologia, nutrição, diagnóstico de doenças e descoberta de produtos naturais (SHEN et al., 2022).

Nos estudos envolvendo metabólitos secundários, alguns gêneros de plantas vêm se destacando, como por exemplo a *Jatropha*, que pertence à família Euphorbiaceae e possui cerca de 175 espécies que são amplamente distribuídas em regiões tropicais e subtropicais da África e Américas. Conhecida popularmente no nordeste brasileiro como pinhão-bravo, é uma planta utilizada tradicionalmente na medicina popular para o tratamento de várias doenças por apresentar efeitos antibacterianos, anti-helmínticos, hipotensor, antiofídico, entre outros (CAVALCANTE; SANTOS; ALMEIDA, 2020). Na medicina popular, a seiva da *Jatropha molissima* tem sido utilizada para controlar hemorragias e infecções (DE QUEIROZ NETO et al., 2019)

Os produtos naturais apresentam um grande potencial, porém as condições às quais as plantas estão expostas muitas vezes dificultam a identificação e quantificação de alguns compostos. São vários os desafios que existem nesse campo, afinal todas as condições bióticas e abióticas como temperatura, humidade, poluentes, índices pluviométricos, estresse nutricional, mutação e eventos transgênicos provocam alterações na presença e quantidade de metabólitos (SAMYNATHAN et al., 2021).

Diante do exposto, o uso da quimiometria em estudos envolvendo metabólitos secundários se apresentam como uma alternativa viável, pois acessam informações multivariadas para traçar o perfil de metabólitos da planta e identificar alterações quando expostas a diferentes fatores. Neste sentido, o uso de técnicas espectroscópicas associadas a

métodos quimiométricos permitem a quantificação de metabólitos secundários de forma rápida, precisa e não destrutiva (KUCHARSKA-AMBROŹEJ, KARPINSKA, 2020).

Uma das técnicas espectroscópicas não-destrutivas mais consolidadas é a espectroscopia no infravermelho, que se apresenta como uma técnica de análise rápida, não destrutiva, acessível, com recursos de alta precisão e possibilidade de caracterização simultânea para vários componentes (ÇATALTAŞ, TUTUNCU, 2021; HONG et al., 2021; KHODABAKHSHIAN, BAYATI, EMADI, 2021). Porém, em amostras complexas a seletividade da espectroscopia no IR é baixa devido à atividade dos sinais causados pelos diferentes componentes na amostra. Consequentemente, os métodos quimiométricos se tornam uma alternativa viável para sua análise (KUCHARSKA-AMBROŹEJ, KARPINSKA, 2020).

Com base nas informações apresentadas e tendo em vista o potencial do gênero *Jathopha* e estudos farmacológicos que demonstraram correlações entre metabólitos secundários e as diversas bioatividades em plantas desse gênero, o objetivo desta pesquisa foi estudar a espécie *Jatropha mollissima* no período de 12 meses, buscando quantificar polifenóis, taninos e flavonoides na seiva dessa planta, utilizando para isso técnicas quimiométricas associadas as espectroscopias UV-Vis, NIR e MIR, tendo em vista que tais metabólitos se apresentam como grupos importantes dentre os produtos naturais.

2 OBJETIVOS

2.1 Objetivo Geral

Desenvolver uma metodologia baseada na espectroscopia no infravermelho e de calibração multivariada para a quantificação de taninos, flavonoides e polifenóis na seiva da *Jatropha mollissima*, coletadas em 3 localidades diferentes do estado da Paraíba-PB.

2.2 Objetivos Específicos

- Observar as variações na concentração de metabólitos secundários presentes na seiva da *Jatropha mollissima* de acordo com sua localização geográfica e sazonalidade.
- Registrar espectros de *Jatropha mollissima* de 3 localidades diferentes no período de 12 meses.
- Analisar qual o melhor pré-processamento para a construção dos modelos de calibração multivariada.
- Desenvolver modelos de calibração multivariada para quantificar metabólitos secundários baseadas nas regiões do infravermelho médio (MIR) e próximo (NIR).
- Comparar a performance dos modelos construídos com os espectros registrados nas duas regiões do infravermelho (NIR e MIR).

3 FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA

3.1 O gênero *Jatropha*

Originária da América tropical, o gênero *Jatropha* pertence à família Euphorbiaceae que é considerada uma das maiores famílias de Angiospermas, abrangendo cerca de 7.800 espécies distribuídas em aproximadamente 300 gêneros e 5 subfamílias ao redor do mundo (FÉLIX-SILVA et al., 2018; GOMES et al., 2016). O gênero *Jatropha* possui cerca de 175 espécies que podem ser encontradas espalhadas pela Ásia, África e Américas onde são tradicionalmente utilizadas na medicina popular para o tratamento de várias enfermidades, sendo que, seu próprio nome está associado a finalidade medicinal, do grego “jatos” que significa “médico” e “trophe” que significa “comida” (CAVALCANTE; SANTOS; ALMEIDA 2020).

Segundo Cavalcante, Santos & Almeida (2020) diversas espécies desse gênero têm sido estudadas quanto às suas propriedades farmacológicas, entre as principais estão, *Jatropha curcas*, *Jatropha isabellei*, *Jatropha gossypifolia*, *Jatropha integerrima* e *Jatropha macrorhiza*. Ainda segundo os autores, os estudos farmacológicos desse gênero demonstraram correlações entre metabólitos secundários e algumas bioatividades, como efeito anti-leishmania, atividade antimicrobiana, atividade anti-helmíntica, atividade antitumoral, atividade antioxidante, atividades gastroprotetoras, entre outras.

Além dessas atividades citadas, outros efeitos são encontrados na literatura, segundo Félix-Silva et al. (2018), na medicina popular nordestina, as espécies de *Jatropha gossypifolia* L. (pinhão roxo) e *Jatropha mollissima* (pinhão bravo), são utilizadas no tratamento de picadas de cobra, por apresentarem efeito antiofídico. A *Jatropha gossypifolia* também é utilizada populamente com aplicações em sangramentos, úlceras, reumatismo, doenças venéreas e purgativos, sendo essa espécie umas das mais estudadas (DE QUEIROZ NETO et al., 2019). Várias outras espécies de *Jatropha* também são utilizadas na medicina tradicional para curar várias doenças, principalmente na África, Ásia e América Latina, sendo um remédio popular para 80% da população dessas localidades, tendo apresentado efeitos colaterais mínimos (SABANDAR et al., 2013). Além disso, no Brasil, a espécie *Jatropha gossypifolia* está incluída na Lista Nacional de Plantas Medicinais de Interesse do Sistema Único de Saúde que inclui 71 espécies de plantas medicinais com potencial de geração de produtos farmacêuticos de interesse do sistema público de saúde (FÉLIX-SILVA et al., 2018).

Algumas espécies dentro desse gênero também são utilizadas como plantas ornamentais na Índia, Austrália, Ilhas Havaianas, África do Sul, Moçambique, Zâmbia e partes mais quentes

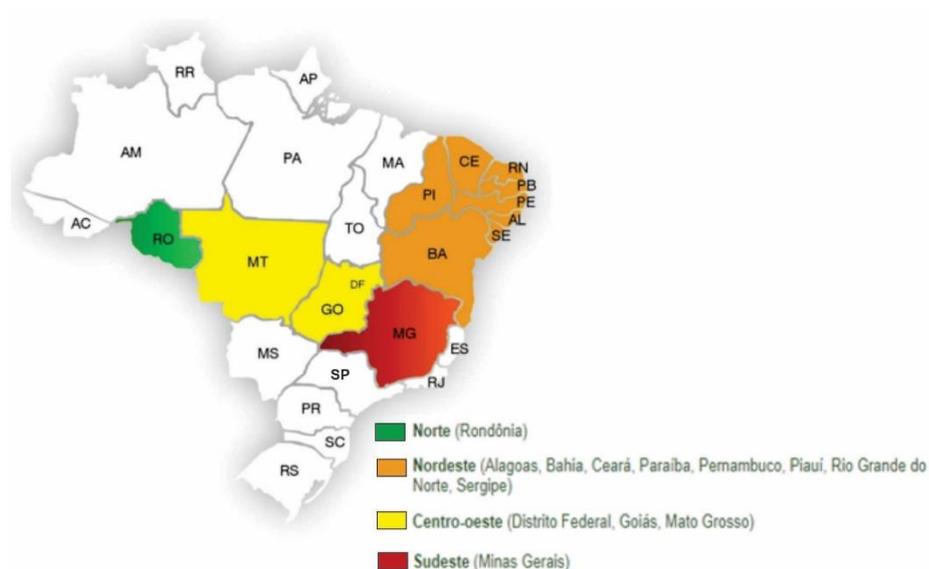
da Ásia. Dentre essas espécies, destacam-se a *Jatropha multifida*, *Jatropha podagrica* e *Jatropha integerrima*. Esta última é tradicionalmente utilizada como purgante, tratamento de verrugas, tumores, reumatismo, herpes, prurido, dor de dente, sarna, eczema e micose (SRIVASTAVA et al., 2015).

No Brasil, em 2010, foi iniciado o programa BrJatropha, cujo os objetivos eram avaliar as possibilidades de *Jatropha curcas* no Brasil criando um banco de germoplasma com as sementes de pinhão-mansão (*Jatropha curcas*) mais resistentes, e desenvolver sistemas de produção de biodiesel a partir da semente dessa espécie (SRIVASTAVA et al., 2015; EMPRAPA 2011).

3.2 *Jatropha molíssima*

A espécie *Jatropha mollissima* (Pohl) Baill., popularmente conhecida como pinhão-bravo, pertence à família Euphorbiaceae, sendo uma espécie endêmica do semiárido Brasileiro (BRAQUEHAIS, 2016 ; DIAS et al., 2019). No Brasil, a *Jatropha mollissima* tem ocorrências confirmadas nas regiões Norte, Nordeste, Centro-Oeste e Sudeste, abrangendo então Amazônia, Caatinga e Cerrado (CORDEIRO; SECCO 2015), conforme ilustrado na Figura 1.

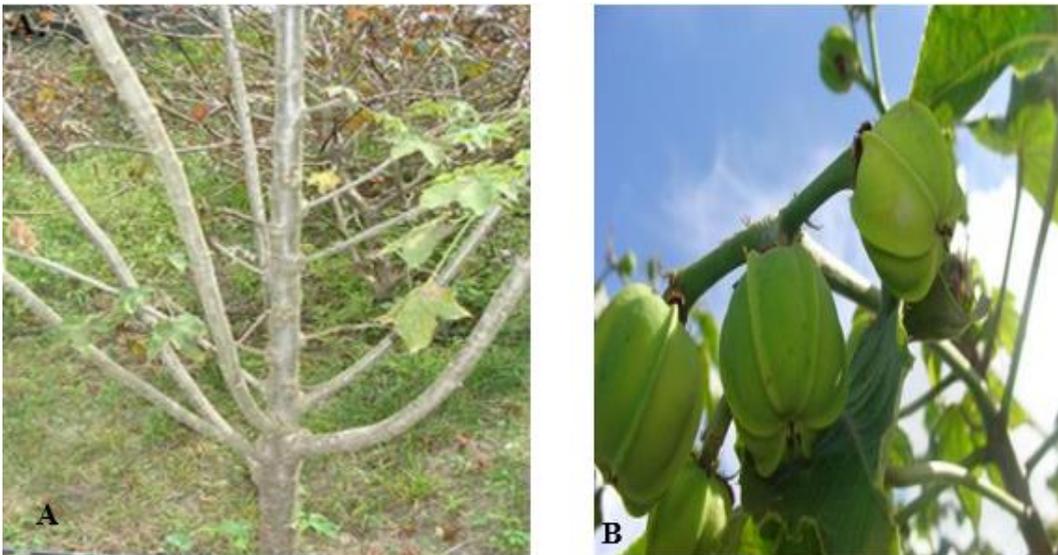
Figura 1 - Ocorrências confirmadas da *Jatropha mollissima* (Pohl) Baill



Fonte: Adaptado de Cordeiro e Secco (2015)

A espécie é classificada como um arbusto com ramificações por apresentar menos de 5 metros de altura. As ramificações surgem geralmente entre 50 cm a 1 m acima do nível do solo, seus frutos são simples e globosos com dimensões média de 2,14 cm de comprimento, largura de 2,12 cm e a espessura de 2,16 cm, escurecendo à medida que amadurecem (Figura 2) (VASCONCELO, 2014; DE SOUZA; CAVALCANTE, 2019). Quando ferida, a *Jatropha mollissima* produz uma seiva com aspecto leitoso (látex) que é utilizada pela população em feridas para controlar hemorragias e infecções, minimizando o processo inflamatório e promovendo a cicatrização (DE QUEIROZ NETO et al., 2019).

Figura 2 - Características morfológicas da *Jatropha mollissima* (A: Caule, B: Frutos)



Fonte: Vasconcelo, 2014

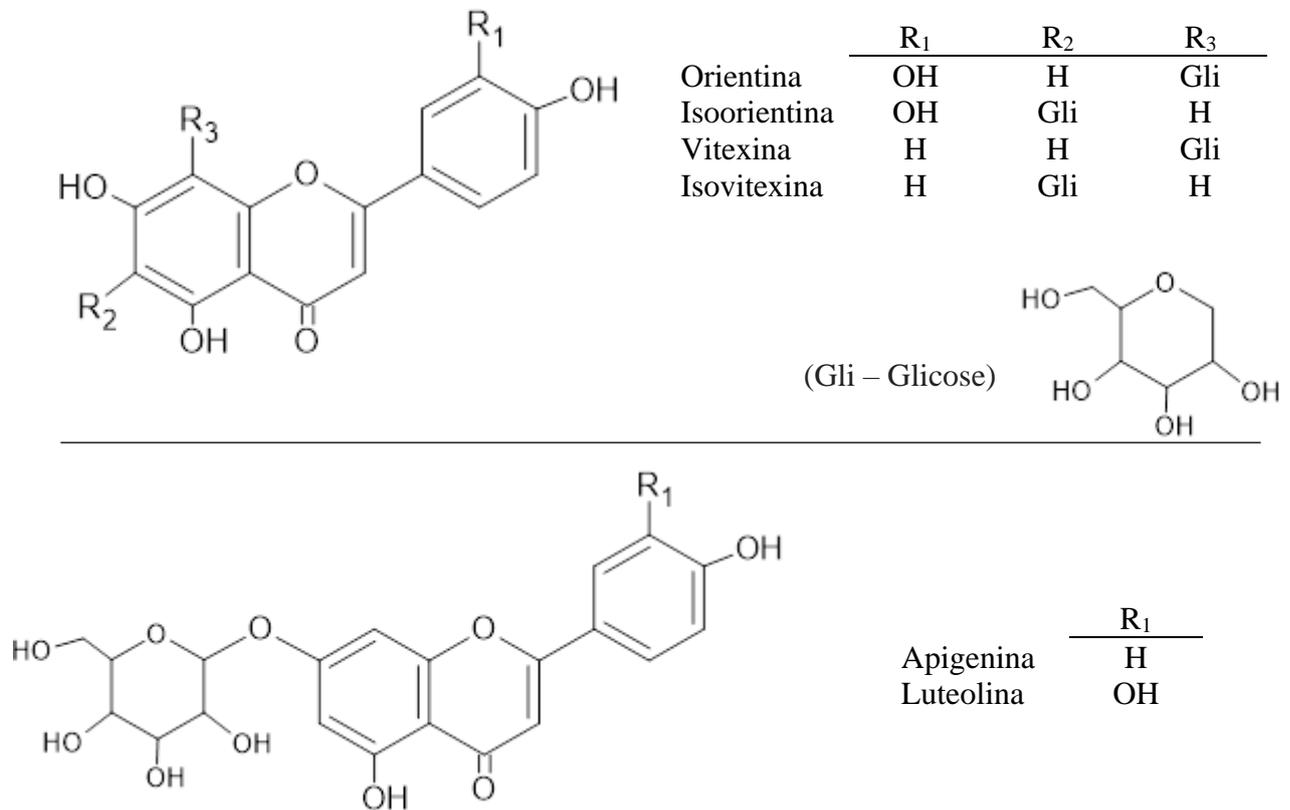
Na medicina popular, a *Jatropha mollissima* é usada em diversos países para vários fins, especialmente como remédios (IQBAL; YAHYA, 2021). Na pesquisa desenvolvida por Braquehais et al., (2016) sobre o perfil toxicológico, antibacteriano e fitoquímico do extrato etanólico das folhas de *Jatropha mollissima* foi possível constatar significativa atividade antimicrobiana contra a cepa *Enterococcus faecalis* ATCC 29212. Na análise fitoquímica os autores conseguiram identificar a presença das classes de metabólitos secundários cumarinas, taninos, flavonoides (flavanois, flavanonas), alcaloides e esteroides, sendo estes, os possíveis responsáveis pela atividade antimicrobiana.

Ribeiro et al., (2014), avaliaram a atividade anti-helmíntica do extrato etanólico do caule da *Jatropha mollissima* (Pohl) Baill contra o nematódeo *Haemonchus contortus* em ovinos e náuplios de *Artemia salina*. Os testes de toxicidade revelaram que o extrato de *Jatropha*

mollissima é tóxico mesmo em baixas concentrações, comprovando a ação bioativa do extrato. Os resultados finais comprovaram que o extrato na concentração de $660 \mu\text{g mL}^{-1}$ é tóxico para náuplios de *Artemia salina*, mas é eficaz nas concentrações de 660 e $1321,6 \mu\text{g mL}^{-1}$ sobre o nematódeo *Haemonchus contortus* de ovinos.

No trabalho desenvolvido por Gomes et al., (2016), sobre o extrato aquoso de folhas da *Jatropha mollissima* e suas propriedades inibitórias contra o veneno de cobra, foi possível constatar que o extrato possui substâncias que podem inibir ou inativar as toxinas apresentadas no veneno da Jararaca da seca (*Bothrops erythromelas*) e na Jararaca da mata (*Bothrops jararaca*), além de agir indiretamente sobre mediadores inflamatórios endógenos. A análise fitoquímica indicou através da cromatografia (CLAE-DAD) a presença de seis flavonoides, sendo eles isoschaftosídeo, schaftoside, isoorientina, orientina, vitexina e isovitexina. Ainda segundo os autores, esse resultado é compatível com revisões bibliográficas que apontam os flavonoides como compostos que têm atividades inibitórias significativas, contra algumas toxinas enzimáticas do veneno de cobra.

Nos estudos de Félix-Silva et al., (2018), os autores comparam os extratos foliares aquosos das espécies de *Jatropha gossypifolia* e *Jatropha mollissima* com base na análise fitoquímica, atividade antibacteriana e atividade inibitória contra o veneno de *Bothrops erythromelas*. Os flavonoides foram detectados como compostos majoritários em ambos os extratos, porém os autores destacam que na *Jatropha mollissima* também foram detectados outros metabólitos, sendo ele, compostos fenólicos e flavonoides e saponinas. Utilizando cromatografia em camada delgada (TLC, do inglês *Thin Layer Chromatography*) e cromatografia líquida de alta eficiência com detecção de arranjo de diodos (CLAE-DAD) os flavonoides identificados foram orientina e isoorientina, vitexina, luteolina, isovitexina e apigenina (Figura 3). Em relação a atividade antibacteriana a *Jatropha gossypifolia* foi capaz de inibir o crescimento de *Staphylococcus epidermidis*, *Staphylococcus aureus* e *Bacillus cereus*, enquanto nenhum desses microrganismos foi sensível a *Jatropha mollissima* nas concentrações testadas.

Figura 3 - Flavonoides identificados na *Jatropha mollissima*

Fonte: Adaptado de Ministério da Saúde, 2015

Iqbal et al. (2021) avaliaram os metabólitos secundários do extrato etanólico das folhas da *Jatropha mollissima* e suas atividades antioxidantes e citotoxicidade, bem como avaliaram a capacidade de reverter a nefrotoxicidade induzida pela cisplatina em ratos albinos. Os resultados das análises fitoquímicas do extrato etanólico demonstraram a presença de flavonoides, fenóis, taninos e saponinas, além de atividade antioxidante significativamente elevada. Os autores citam que tais propriedades podem tornar possível a aplicação e uso da *Jatropha mollissima* como agente anticâncer ou em aplicações de cicatrização de feridas. Sobre a nefrotoxicidade, os resultados indicam que o extrato bruto da *Jatropha mollissima* apresenta um grande potencial na reversão dessa condição, porém mais estudos seriam necessários para indicar quais metabólitos a essa reversão.

De Queiroz Neto et al. (2019) avaliaram a composição química e as atividades farmacológicas em diferentes extratos da *Jatropha mollissima* a fim de associar seus possíveis

efeitos terapêuticos aos metabólitos secundários. Os testes fitoquímicos indicaram a presença de compostos fenólicos, taninos, flavonoides e saponinas. Dos diferentes tipos de extratos testados os autores concluem que o extrato etanólico apresentou quantidades expressivas dos metabólitos citados, bem como, moderada atividade antioxidante e baixa toxicidade em ratos. Além disso, os extratos etanólicos e hidroalcóolicos apresentaram bons resultados como agentes antibacterianos. Em levantamento bibliográfico realizado pelos autores constatou-se que os compostos fenólicos, como taninos e flavonoides atuam como cicatrizantes e anti-inflamatórios, sendo que, aos taninos também são atribuídas outras propriedades como antioxidantes e antineoplásicas.

Da Silva Araújo et al. (2018) avaliaram o efeito larvicida do extrato aquoso de folhas de *Jatropha mollissima* nas larvas de *Aedes aegypti* e sua atividade citotóxica e genotóxica. Os resultados do teste larvicida indicam taxa de mortalidade das larvas, no terceiro estágio, de forma significativa ao utilizar o extrato aquoso nas concentrações 0,08 e 0,1 mg mL⁻¹, apresentando resultados superiores a 75%. Em levantamento bibliográfico realizado pelos autores, alguns metabólitos como taninos, saponinas, cumarinas e alcaloides identificadas nas folhas da *Jatropha mollissima* podem estar associados à sua atividade larvicida. Também é destacado ao final do trabalho que nenhuma concentração apresentou atividade citotóxica, genotóxica e /ou mutagênica, porém, é destacado que mais estudos devem ser realizados para o isolamento e identificação dos compostos derivados da *Jatropha mollissima* que mostram propriedades larvicidas.

Na pesquisa desenvolvida por Dias et al. (2019) sobre a *Jatropha mollissima* avaliou-se o potencial antioxidante, efeito citogenotóxico e realizada a triagem fitoquímica das folhas com extratos em hexano, acetato de etila e metanol. A triagem fitoquímica indicou diferentes metabólitos nos diferentes extratos. No extrato hexânico foi indicado as presenças de triterpenos e esteroides, os quais também foram observados no extrato de acetato de etila, juntamente com flavonoides. O extrato metanólico indicou a presença de saponinas, catequinas, fenóis, taninos, flavonoides, flavonas, flavonóis e xantonas. Em relação à atividade antioxidante os autores constatam que tal atividade sofreu variações de acordo com as concentrações de metabólitos das frações estudadas, podendo a atividade antioxidante ser atribuída à presença e concentração de compostos fenólicos das classes taninos e flavonoides. Os autores concluem que os extrato metanólicos nas concentrações de 0,01 e 0,1 mg/mL foram os mais promissores como antioxidante, uma vez que não apresentaram efeito citogenotóxico.

3.3 Metabólitos secundários e produtos naturais

Os estudos envolvendo metabólitos secundários tem se destacado na identificação e quantificação desses compostos presentes em diferentes tipos de amostras, afinal são esses metabólitos que constroem um “perfil” ou identidade para o objeto de estudo. Nas plantas os metabólitos são definidos como primários e secundários. Os primários estão envolvidos com o crescimento, desenvolvimento e reprodução das plantas, enquanto os secundários apresentam funções relacionadas com a defesa, adaptação e sobrevivência (VILLATE et al., 2020; PILON et al., 2020).

Scogings et al. (2015) destacam que os metabólitos secundários, principalmente os baseados em carbono, como taninos e polifenóis, são compostos importantes para as plantas por estarem ligados a proteção contra herbívoros, patógenos ou radiação UV. Além disso, segundo Jamloki et al. (2021) os metabólitos secundários são usados pelas pessoas para várias aplicações, como por exemplo, agroquímicos, corantes, fragrâncias, aromatizantes, aditivos alimentares e biopesticidas, além do uso para o desenvolvimento de medicamentos. Sobre o uso como medicamentos, os metabólitos secundários são alvo de vários estudos por estarem associados a funções biológicas, como propriedades antioxidantes (BABAHMAD et al., 2018), antimicrobianas (RAHU et al., 2021), antivirais (MOTHANA et al., 2006), anti-inflamatórias (SILVA et al., 2013) e entre outros, tornando-se objeto de estudos na busca por produtos naturais. Além disso, nos últimos anos, tem ocorrido um aumento crescente na venda desses produtos que são baseados ou derivados de compostos naturais (DE ABREU; MAZZAFERA, 2005).

Os estudos e aplicações envolvendo os metabólitos são antigos e fazem parte da história da humanidade, porém com o aprimoramento de técnicas analíticas o estudo desses compostos vem ganhando destaque (BOURGAUD et al., 2001). Na literatura é possível encontrar menções que datam de 2000 a.C. sobre a utilização de técnicas para identificar determinados metabólitos, como por exemplo, o uso de formigas na medicina chinesa para identificação de altas doses de glicose na urina de pacientes com diabetes (VAN DER GREEF; SMILDE, 2005). É interessante observar que a identificação dos metabólitos sempre esteve presentes na história da humanidade e por consequência tornou-se objeto de estudo de diferentes áreas do conhecimento, sendo que, nos dois últimos séculos áreas como Bioquímica e Química têm buscado compreender a função específica desses metabólitos, tanto nos organismos de origem, como também para uso e bem-estar da humanidade (PILON et al., 2020).

A identificação e quantificação dos metabólitos ajuda a compreender todas as alterações que um ser vivo sofre ao longo da vida. Devido a isso, essa área de estudo vem sendo aplicada em diferentes áreas do conhecimento, como análises clínicas, alimentos e nutrição, esportes, ambiental, toxicologia forense, ou análise de organismos patológicos (parasitas, bactérias, fungos) (CANUTO et al., 2018).

São várias as possibilidades que existem no estudo dos metabólitos, principalmente em vegetais. Segundo Fukusaki e Kobayashi (2005) foi descoberto recentemente que pequenas mudanças no metaboloma podem ser explicadas por perturbações impostas às plantas, sejam essas perturbações bióticas ou abióticas. Os autores defendem que os estudos envolvendo metabolômica apresentam como objetivo final determinar a relação entre recursos úteis e seus genes correspondentes, dessa forma, entendendo as perturbações que uma planta sofre ao longo de um período e relacionar tais perturbações com a presença e quantidade desses metabólitos, poderia nos dar uma relação útil, por exemplo, para gerar plantas transgênicas disponíveis comercialmente, (FUKUSAKI; KOBAYASHI, 2005) ou propor formas de lidar com a seca, melhorando a tolerância das plantas ao estresse hídrico (ASHRAFI et al., 2018).

A partir do perfil criado no estudo dos metabólitos, pode-se identificar, isolar e quantificar compostos responsáveis por um determinado fator, dessa forma, pode-se identificar por exemplo, quais são os metabólitos responsáveis pela frutificação de uma planta e a partir dessa identificação propor técnicas de manuseio e melhorias dessas plantas (VILLATE et al., 2020). Canuto et al. (2018) cita que existem mais de 200.000 metabólitos, o que torna o estudo dos metabólitos uma abordagem interessante, pois tal estudo poder auxiliar no entendimento desses seres vivos, como também, propor melhorias em termos de rendimento nos cultivos.

Braquehais et al. (2016) destacam que nas últimas décadas o interesse pelo potencial terapêutico das plantas vem aumentando, alcançando resultados promissores na investigação de substâncias bioativas, entre elas moléculas antimicrobianas naturais presentes nas plantas. Na literatura já é possível encontrar diversos artigos que relacionam os metabólitos secundários com várias funções biológicas (FAKHI et al., 2021). Também foi mencionado por Fakhi et al., (2021) através de levantamento bibliográfico, que os metabólitos secundários das plantas possuem várias funções biológicas, citando os compostos fenólicos, alcaloides, terpenos/terpenóides e estruturas contendo enxofre com atividades biológicas específicas, incluindo propriedades neuroprotetoras, anti-inflamatórias, antimicrobianas, antioxidantes e cardioprotetoras. Pode-se afirmar que as plantas são fábricas químicas vivas de metabólitos secundários. De fato, são esses metabólitos que formam a base de muitos medicamentos

farmacêuticos comerciais, bem como de remédios fitoterápicos derivados de plantas medicinais (LI et al., 2020).

São vários os desafios que existem no estudo dos metabólitos, principalmente em vegetais. Jogawat et al. (2021) através de levantamentos bibliográficos, avaliam como o estresse hídrico altera a quantidade de metabólitos primários e secundários presentes em culturas como arroz, trigo, milho e algodão e apontam que o estresse hídrico resulta na produção de espécies reativas de oxigênio, que inclui radicais livres, como superóxido, alcóxi e hidroxilas, e não radicais como, oxigênio singleto e peróxido de hidrogênio, os qual são tóxicos e resultam na interrupção da homeostase celular por danificar proteínas, carboidratos e lipídios, provocando alterações na planta, como altura, desenvolvimento da raiz e o índice de área foliar. Em outras palavras, as plantas biossintetizam metabólitos especializados para se adaptarem aos estresses ambientais, sendo eles bióticos e abióticos (NAKABAYASHI; SAITO, 2015).

Dos Santos et al. (2013) avaliaram como a *Jatropha curcas* reage a climas distintos no estado de Alagoas, sendo as regiões do agreste com clima tropical semiárido e zona florestal com clima tropical semiúmido, no período de abril de 2006 a fevereiro de 2007, constando que, as localizadas na zona florestal apresentaram melhor desempenho fotossintético, com menores quedas nas taxas de fotossíntese, condutância estomática e transpiração.

Torna-se evidente que ao longo de um determinado período, sobre determinadas condições, uma espécie pode produzir metabólitos que não seriam perceptíveis sobre outras condições. Com isso a sazonalidade tem papel fundamental, estando diretamente ligada, a quantificação desses compostos (SCOGINGS et al., 2015). Além disso, ao compreender a relação entre metabólitos e resposta das plantas às condições ambientais, estaremos dando o primeiro passo para aplicar tal conhecimento em diversas áreas, como por exemplo, na geração de plantas com tolerância a estresses abióticos (SHARMA et al., 2018), ou entender como os mesmos metabólitos responsáveis por aumentar o desempenho da produção das plantas podem se tornar perigosos e indesejáveis para o consumo humano (OLIVOTO et al., 2017).

Ibrahim e Jaafar (2012) citam fatores como temperatura, exposição a luz, CO₂ atmosférico e fornecimento de nutrientes como fatores que provocam influência nos níveis de fenólicos totais e flavonoides. Dessa forma, mudanças nas temperaturas e aumento das concentrações de CO₂ atmosférico em decorrência das mudanças climáticas podem afetar diretamente o crescimento e a produtividade das plantas, problema que estaria diretamente ligado com a qualidade e a quantidade dos metabólitos secundários como fenólicos totais, flavonoides e taninos condensados (JAMLOKI et al., 2021).

No estudo desenvolvido por Ibrahim e Jaafar (2012) sobre o impacto do dióxido de carbono nos metabólitos primários e secundários da espécie *Elaeis guineenses* foi constatado que o aumento nos níveis de CO₂ (considerando as concentrações de 400, 800 e 1200 µmol mol⁻¹) provocaram um aumento de até 132% de flavonoides totais e 91% de fenólicos totais nas folhas da espécie estudada. Naghiloo et al. (2012), ao estudar as variações dos fenólicos totais em raízes, folhas e flores de *Astragalus compactus* Lam, constataram que as folhas apresentaram maior quantidade de compostos fenólicos, principalmente em comparação com as raízes, fator que pode estar ligado a exposição à radiação solar já que os fenólicos são produzidos como forma de reduzir a fotodestruição dos tecidos expostos. Isto corrobora com o trabalho desenvolvido por Bach et al. (2018) sobre a importância da qualidade da luz no processo de produção de compostos fenólicos e carboidratos, no qual os autores expõem a espécie *Lachenalia sp* a diferentes faixas de luz (brancas - 390-760 nm; vermelho 647-770 nm e azul 450-492 nm) e constatando que em cada faixa ocorre variação na quantidade dos metabólitos. Dessa forma torna-se evidente que a luz é um dos fatores que mais influenciam o metabolismo de uma planta (BACH et al., 2018).

Portanto, é necessário que sejam desenvolvidas abordagens eficientes e inovadoras para entender os metabólitos secundários e como os fatores ambientais alteram sua quantidade. Afinal, para desenvolver produtos, como medicamentos, é necessário entender como as condições bióticas e abióticas como a temperatura e as secas provocam alterações na quantidade desses compostos, só assim será possível potencializar a produção de metabólitos secundários (SHARMA et al., 2018; JOGAWAT et al., 2021).

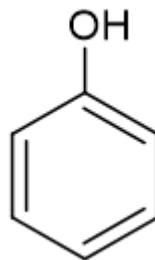
3.3.1 Fenois

Os fenois (Figura 4) e seus derivados são compostos de alto interesse comercial por serem utilizados como matéria prima para uma série de aplicações, sendo utilizados na fabricação de diversos produtos como plásticos, papel, corantes, pigmentos, adesivos e produtos farmacêuticos (DAS; PRAVEEN; LOH, 2017). Eles também fazem parte de nossa alimentação, sendo encontrados em frutas, legumes, vegetais, chá, vinho, café e outros, proporcionando características organolépticas a tais alimentos. (ALARA; ABDURAHMAN; UKAEGBU, 2021). Nas plantas desempenham papéis que estão diretamente ligados a defesa e adaptações como exposição à radiação ultravioleta (UV), patógenos e outros predadores (ALARA; ABDURAHMAN; UKAEGBU, 2021). Além disso, desempenham papéis que são de

considerável importância morfológica e fisiológica como crescimento, desenvolvimento, pigmentação, reprodução, resistência, antioxidantes, ações de eliminação de radicais livres e muitas outras funções (MECHRI, et al., 2020).

De forma geral, a estrutura dos compostos fenólicos compreende um ou mais anéis aromáticos, com uma ou mais hidroxilas como substituintes, variando de moléculas fenólicas simples (por exemplo, vanilina, ácido gálico, ácido caféico) a compostos polifenólicos como estilbenos, flavonoides e estruturas altamente polimerizados (BALASUNDRAM; SUNDRAM; SAMMAN, 2006; CHEYNIER, 2012). Os fenóis representam um grande grupo de compostos que podem ser divididos em cinco subgrupos, sendo eles, cumarinas, ligninas, flavonoides, ácidos fenólicos e taninos (OLIVOTO et al., 2017).

Figura 4 - Estrutura básica de um fenol



Fonte: Elaborada pelo autor, 2021.

Os compostos fenólicos são metabólitos secundários encontrados em todas as plantas, sendo alguns extremamente difundidos, enquanto outros são específicos de certas famílias ou encontrados apenas em certos órgãos ou em certos estágios de desenvolvimento, resultando em mais de 8000 compostos conhecidos apenas do grupo dos flavonoides (CHEYNIER, 2012; ZHANG et al., 2020).

Nos últimos anos os compostos fenólicos têm sido alvo de vários estudos por estarem ligados a diversas bioatividades, apresentando indícios que o consumo de alimentos com altas concentrações desses compostos podem reduzir o risco de doenças, sobretudo devido ao seu potencial efeito antioxidante. (MOURA et al., 2021). Segundo Naghiloo et al. (2012) a atividade antioxidante dos compostos fenólicos está diretamente ligada as suas propriedades redox que proporcionam a capacidade desses compostos atuarem como agentes redutores, doadores de hidrogênio e supressores de oxigênio, além de atuarem como agentes antibacterianos, anticarcinogênicos, antiinflamatórios, antivirais, antialérgicos, estrogênicos e imunoestimulantes.

Sabe-se que a sazonalidade é um dos fatores que levam a mudanças nas concentrações dos metabólitos secundários, podendo variar ao longo de um período (PACIFICO et al. 2015; RIBEIRO et al. 2020; YAO et al. 2016). Assim, torna-se necessário estudos que relacionem os fatores bióticos e abióticos a quantificações desses compostos. Sobre isso, Yao et al. (2016) avaliaram as mudanças na concentração de fenólicos totais em diferentes épocas da colheita da espécie *Pyrola incarnata*, e os resultados demonstram que entre os meses de maio a agosto ocorrem variações significativas na concentração desses compostos, concluindo que o mês de agosto é o mês mais adequado para a colheita. Nesse caso, os autores atribuíram tal resultado às elevadas temperaturas e baixas precipitações pluviométricas, fatores que podem estar diretamente ligados às variações de metabólitos nas plantas (YAO et al., 2016).

Outros trabalhos citam como a sazonalidade altera a quantidade de fenólicos nas plantas. Mandim et al. (2021) ao estudar as variações sazonais no perfil dos compostos fenólicos na espécie *Cynara cardunculus var. altilis* coletadas no centro da Grécia em diferentes estágios de maturação, constataram que os compostos fenólicos apresentam alta concentração no estágio inicial de maturidade, porém tendem a diminuir ao longo do processo de maturação. Ralepele et al. (2021), ao investigar o efeito da sazonalidade sobre os compostos polifenólicos presentes nas folhas da *Moringa oleifera* cultivadas na província de Gauteng (África do Sul), verificaram que a concentração de polifenóis mais alta foi medida no outono, seguido pelo inverno, verão e primavera, indicando que tais variações decorrem das respostas das folhas para neutralizar o estresse ambiental sazonal, como temperatura, luz, precipitação e umidade. Ko et al. (2018) estudaram como a sazonalidade altera o teor de compostos fenólicos nas folhas e caule de *Sasa quelpaertensis* colhidos de maio a dezembro de 2015 no Monte Halla na Ilha de Jeju, República da Coreia e verifica que as folhas continham compostos fenólicos em abundância durante o outono e inverno, ou seja, de outubro a dezembro, constatando também que essa é a melhor época do ano para colheita, visto que, os compostos fenólicos se mantinham relativamente constantes nesse período.

3.3.2 Flavonoides

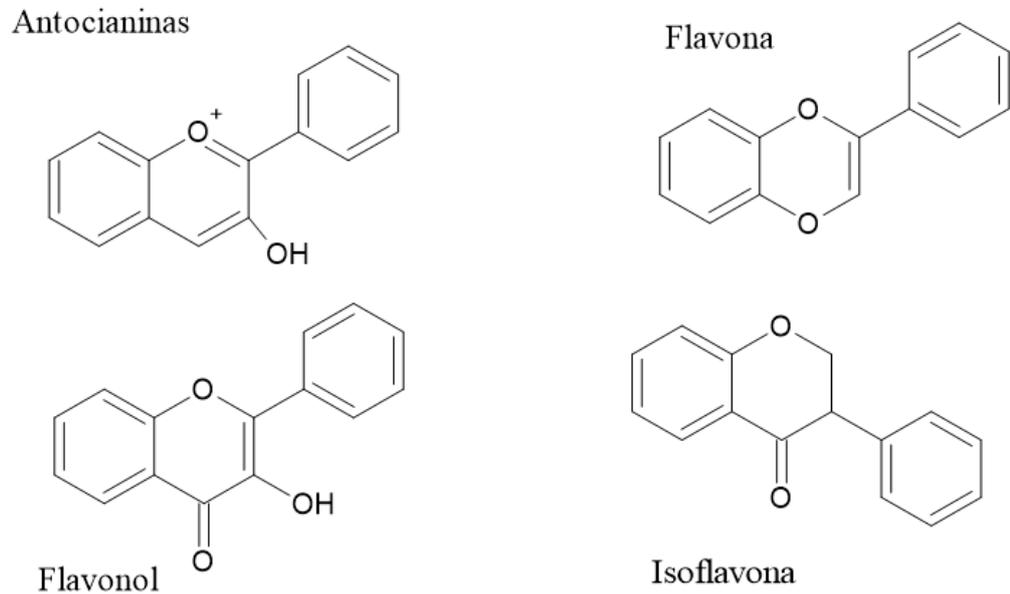
Segundo Santos e Rodrigues (2017), os flavonoides representam um dos grupos de compostos fenólicos mais importantes e diversificados entre os produtos de origem natural, apresentando propriedades antivirais, antitumoral, anti-inflamatória, antioxidante e atividade hormonal. Além dessas propriedades Lopes et al. (2010) destacam que os flavonoides

apresentam efeito vasodilatador; ação antialérgica; anti-hepatotóxica, antiulcerogênica; atuação antiplaquetária, bem como ações antimicrobianas. Eles também mencionam que alguns flavonoides atuam na inibição da replicação viral do agente causador da Síndrome da Imunodeficiência Humana (HIV). Pesquisas recentes também encontraram associações entre a ingestão alimentar de flavonoides e a saúde óssea (WELCH; HARDCASTLE, 2014).

Apesar desses compostos apresentarem uma série de propriedades farmacológicas importantes e benéficas para a saúde, infelizmente na espécie humana não ocorre sua síntese. Porém, eles estão presentes em grandes proporções na dieta humana por meio de vegetais, legumes, frutas, chás de ervas e mel (LOPES et al., 2010). O vinho, por exemplo, apresenta alto teor de flavonoides e tem sido recomendado por nutricionistas de destaque por sua influência favorável na saúde cardiovascular (HAVSTEEN, 2002).

Basicamente os flavonoides são constituídos por três anéis, 2 anéis de benzeno ligados por um grupo pirano, apresentando 15 átomos de carbono (C15) no seu esqueleto básico, sendo compostos fenólicos, que possuem na estrutura anéis aromáticos C6 -C3 - C6 (SILVA et al., 2015; MAMEDE; PASTORE, 2004; LOPES et al., 2010). Porém, a estrutura dos flavonoides pode sofrer várias modificações, como adição (ou redução) de grupos hidroxila, metilação de grupos hidroxila ou do núcleo do flavonoide, metilação de grupos hidroxila na posição orto, dimerização, formação de bissulfatos, glicosilação de grupos hidroxila, entre outros (CARTAYA E REYNALDO 2001; WILLIAMS; GRAYER, 2004). Além disso segundo Williams e Grayer (2004), cada grupo hidroxila, como também alguns carbonos, podem ser substituídos por uma variedade de açúcares diferentes, no qual, cada açúcar pode ser acilado com uma variedade de ácidos fenólicos ou alifáticos diferentes, chegando à conclusão que o número de estruturas de flavonoides que são teoricamente possíveis é enorme.

São várias os compostos que estão inseridos dentro do grupo dos flavonoides, porém os mais comuns são: antocianinas, flavonas, flavanois, auronas, chalconas, isoflavonas, flavanonas, flavanonois, leucoantocianidinas, desoxiantocianidinas, antocianinas, catequina, pterocarpano e rotenoide (CALEGARI, 2018; ARORA; ITANKAR, 2018; CAMPO FERNÁNDEZ; CUESTA RUBIO; MÁRQUEZ HERNÁNDEZ, 2015). De forma geral, devido a sua grande variabilidade os flavonoides são classificados em apenas quatro subgrupos, caracterizados pelo grau de oxidação da cadeia de carbono, sendo eles, antocianinas, flavonas, flavonóis e isoflavonas (Figura 5) (OLIVOTO et al., 2017).

Figura 5 - Principais estruturas dos flavonoides

Fonte: Adaptado de Campo Fernández; Cuesta Rubio; Márquez Hernández, 2015.

Os flavonoides são metabólitos secundários conhecidos por estarem ligados a promoção da saúde humana, uma vez que há correção entre o acúmulo de flavonoides e a atividade antioxidante (HERNÁNDEZ, et al., 2009). Nas plantas, representam a principal classe de compostos fenólicos e se tornam alvo de inúmeros estudos por responderem facilmente a quase todos os estresses bióticos ou abióticos, conferindo às plantas determinadas propriedades como, pigmentação das flores, proteção contra os raios UV, além de promoverem a atração de agentes polinizadores e dispersores de sementes (NAKABAYASHI; SAITO 2015; OLIVOTO et al., 2017).

O teor de flavonoides nas plantas e vegetais sofrem variações que dependem inclusive na parte da planta a ser analisada. Pérez-Gregorio (2010) ao avaliar o teor de flavonóis nas escamas das cebolas vermelhas e brancas, constatou que as escamas externas apresentam maior quantidade de flavonóis que as da parte interna, constatando que o envelhecimento das células estaria diretamente ligado a quantidade desses compostos, fato que também pode ser explicado ao considerar que os flavonoides possuem função de proteger as células vegetais da luz ultravioleta. Tal resultado corrobora os resultados encontrados por Duan et al. (2015) e Sagar, Pareek e Gonzalez-Aguilar (2020), em que a casca da cebola apresentou maior quantidade de flavonoides em relação ao seu interior, sendo indicado inclusive para o consumo, pois os

flavonoides promovem benefícios à saúde, como a redução do risco de doenças cardiovasculares e câncer.

3.3.3 *Taninos*

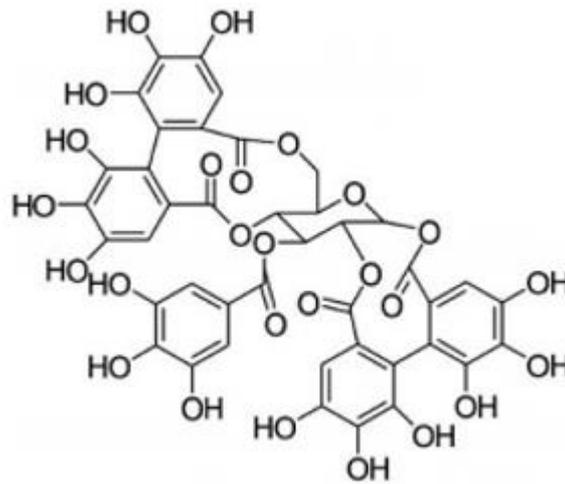
Devido às suas propriedades bioquímicas e moleculares, os taninos são considerados um dos grupos de metabólitos secundários mais importantes na defesa das plantas, protegendo-as contra herbívoros, micróbios patogênicos, insetos e animais, além de apresentarem atividade antifúngica e antiviral (YOSHIDA; HATANO; ITO, 2005; OLIVOTO et al., 2017). Possuem uma série de aplicações, como o uso para curtir peles de animais para a produção de couro, no tingimento de lã, tinturas de cabelo pretos, no tratamento de queimaduras e febres, tratamento de amigdalite, laringite, hemorroidas e problemas de pele, como também, são usados na produção de vinho e cerveja para melhorar a estabilidade coloidal e na indústria farmacêutica (CHOWDHURY et al., 2004). Na realidade, o próprio nome “tanino” vem da utilização desses materiais para o curtimento de peles para a produção do couro (PIZZI, 2021).

Os taninos representam o quarto constituinte vegetal mais abundante depois da celulose, hemicelulose e lignina (CHOWDHURY et al., 2004), são um grupo heterogêneo de biomoléculas polifenólicas adstringentes que interagem e podem precipitar moléculas como proteínas, polissacarídeos e alcaloides (GIRARD; BEE, 2020), sendo normalmente subdivididos em 2 grupos: taninos hidrolisáveis e condensados (ALARA; ABDURAHMAN; UKAEGBU, 2021).

Os taninos hidrolisáveis (Figura 6) contêm um núcleo de açúcar (geralmente glicose), em uma forma esterificada com ácido gálico (galotaninos) e ácido elágico (elagitaninos) que são prontamente hidrolisados por ácidos ou enzimas em produtos monoméricos (SHARMA, 2019; DAS et al., 2020). São encontrados em poucas espécies de plantas ocorrendo apenas em angiospermas dicotiledôneas (YOSHIDA; HATANO; ITO, 2005).

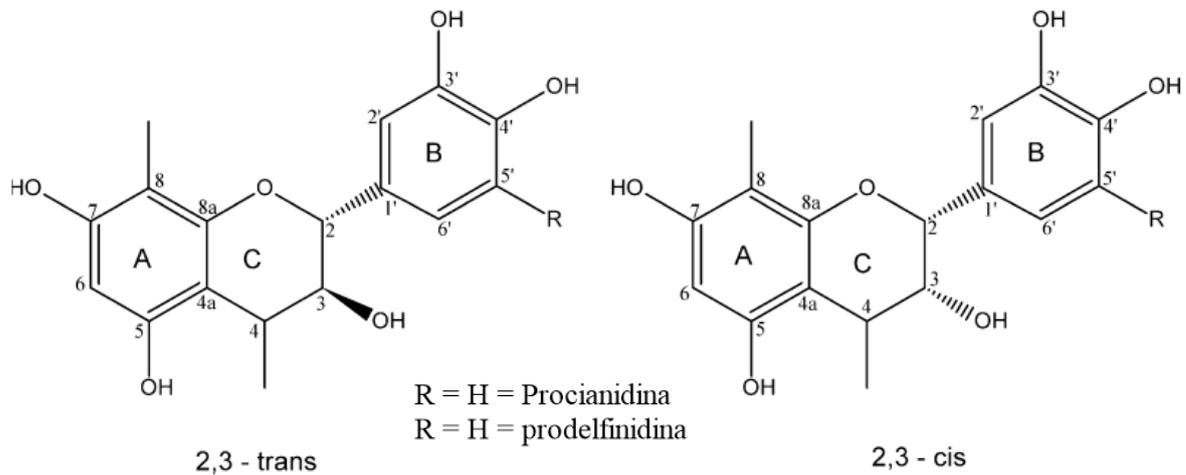
Os taninos condensados, também chamados de proantocianidinas são oligômeros e polímeros de unidades de flavan-3-ol (SCHOFIELD; MBUGUA; PELL, 2001), compreendendo então, um grupo de polihidroxi-flavan-3-ol ligados por ligações carbono-carbono entre subunidades de flavanol (ROMANI et al. 2006), sendo comumente incluídos nesse grupo catequina, epicatequina, galocatequina e epigalocatequina com as proporções relativas diferindo entre os tipos de plantas (PENG et al., 2018).

Figura 6 - Estrutura de um tanino hidrolisável.



Fonte: Raja et al., 2014

Figura 7 - Unidades estruturais de taninos condensados (catequina - trans, epicatequina - cis)



Fonte: Adaptado de Norris et al., 2011

Os taninos condensados (Figura 7) provavelmente compreendem os compostos mais comuns em plantas, sendo encontrados em samambaias e gimnospermas a angiospermas (YOSHIDA; HATANO; ITO, 2005). Apresentam vários benefícios para a nutrição e saúde humana e animal, se destacando devido seu potencial oxidante e apresentando atividades antibacteriana, antiviral e de ligação de proteínas (SHI et al., 2020). Além disso, estudos indicam a influência positiva da adição de tanino na dieta de ruminantes para reduzir a produção de metano no rúmen provocada pela fermentação de alimentos ricos em proteínas, sendo alfafa o melhor exemplo (PIZZI, 2021).

3.4 Quimiometria

A Quimiometria pode ser definida como uma subárea da Química que utiliza de métodos estatísticos e matemáticos multivariados para explicar dados químicos (MATERO, 2010). É uma técnica que tem sido amplamente utilizada em diversas áreas, como qualidade dos alimentos (DALIPI et al., 2018), biociências (SAIDEMBERG; BAPTISTA-SAIDEMBERG; PALMA, 2011), petróleo (LOVATTI et al., 2019), indústrias farmacêuticas (PANDA et al., 2020) e identificação e quantificação de metabólitos (DE MAGALHÃES et al., 2020).

O primeiro artigo com o termo “quimiometria” foi publicado no ano de 1972 na revista *Kemisk Tidskrift* pelo químico Svante Wold. Porém, desde o final da década de 60, Jurs, Kowalski, Isenhour e Reilly apresentaram um enfoque inovador sobre o tratamento de dados químicos utilizando métodos multivariados. Mais tarde, Kowalski e Wold tornaram-se os fundadores da *International Chemometric Society*, cujo objetivo era viabilizar e consolidar o uso da matemática e estatística na área da química (FERREIRA, 2015).

A Quimiometria se destaca por usar uma abordagem ampla, que diferentemente da abordagem clássica (que se preocupa principalmente em entender quais fatores são dominantes ou desprezíveis), busca agora fazer previsões, reconhecer padrões, realizar classificações, quantificações, entre outros. (HÉBERGER, 2008). Além disso, os instrumentos analíticos atuais nos permitem produzir uma grande quantidade de informações para um grande número de amostras que podem ser analisadas em um tempo curto utilizando quimiometria, conseguindo extrair com eficiência o máximo de informações úteis dos dados (BERRUETA; ALONSO-SALCES; HÉBERGER, 2007).

A Quimiometria engloba análises qualitativas (reconhecimento de padrões) e quantitativas (calibração multivariada) que podem ser realizadas por métodos lineares ou não lineares (BERRUETA; ALONSO-SALCES; HÉBERGER, 2007; RIAHI et al., 2009). De forma geral, o reconhecimento de padrões supervisionados requer amostras devidamente conhecidas para compor um conjunto de treinamento e a partir disso aplicar o modelo para a identificação de amostras desconhecidas (TAHIR et al., 2021). Os métodos não supervisionados, por sua vez, não requerem categorias específicas de amostras, os padrões ou tendências entre as amostras são identificados sem informações prévias (ESTEKI; SHAHSAVARI; SIMAL-GANDARA, 2018), sendo essa técnica, comumente usada como uma primeira etapa para monitorar um grupo de amostras (YAN et al., 2021).

O método multivariado de regressão linear possui o objetivo geral de quantificar a relação entre várias variáveis independentes (ou preditoras) e uma variável dependente, podendo ser representado pela seguinte equação (ARKAN et al., 2010):

$$y = a_0 + a_1x_1 + a_2x_2 + a_3x_3 + \dots + a_nx_n + \beta \quad \text{Equação (1)}$$

Sendo n o número de variáveis independentes, $a_1... a_n$ os coeficientes de regressão, β é o erro e y é a variável dependente.

Os modelos de regressão não-lineares são baseados no conhecimento do tipo de relação entre as variáveis e geralmente sua escolha está associada à conhecimento prévio sobre a relação a ser modelada (ZEVIANI; RIBEIRO, 2013), na qual pelo menos um dos seus parâmetros não aparece de forma linear (MAZUCHELI; ACHCAR, 2012).

Quando se trata de produtos e extratos vegetais a variabilidade se torna um grande desafio no estudo dessas espécies por condições já mencionadas anteriormente. Devido a isso, várias técnicas computacionais associados a modelos de reconhecimento de padrões e regressão, como a Análise de Componentes Principais (PCA, do inglês *Principal Component Analysis*), a Modelagem Independente e Flexível por Analogia de Classe (SIMCA, do inglês *Soft Independent Modeling of Class Analagy*) e a Regressão por Mínimos Quadrados Parciais (PLS, do inglês *Partial Least Squares*) têm sido usados para identificação de espécies e quantificação de metabólitos respectivamente.

A PCA é um método não supervisionado que analisa intercorrelações entre muitas variáveis para condensar os dados originais em um conjunto menor de fatores e consequentemente melhorar a sua visualização, com perda mínima de informações (GARCIA, 2019; FORCHETTI, 2017). O SIMCA consiste em uma técnica de reconhecimento de padrão supervisionado que assume que os valores medidos para um grupo de amostras parecidas tenderão para uma distribuição uniforme e modelável (FERREIRA, 2015). Para isso, o modelo faz uso da PCA para modelar a forma e posição do objeto no espaço, utilizando um conjunto de treinamento contendo amostras de todas as classes cuja a identidade de cada uma é conhecida, após isso, o modelo construído conseguirá definir a qual classe cada amostra de teste pertence (MELO, 2013). Por fim, o PLS apresenta-se como uma técnica multivariada desenvolvida para realizar a regressão no caso de respostas multivariadas quando a multicolinearidade, redundância e ruído afetam os preditores, seu desempenho é normalmente

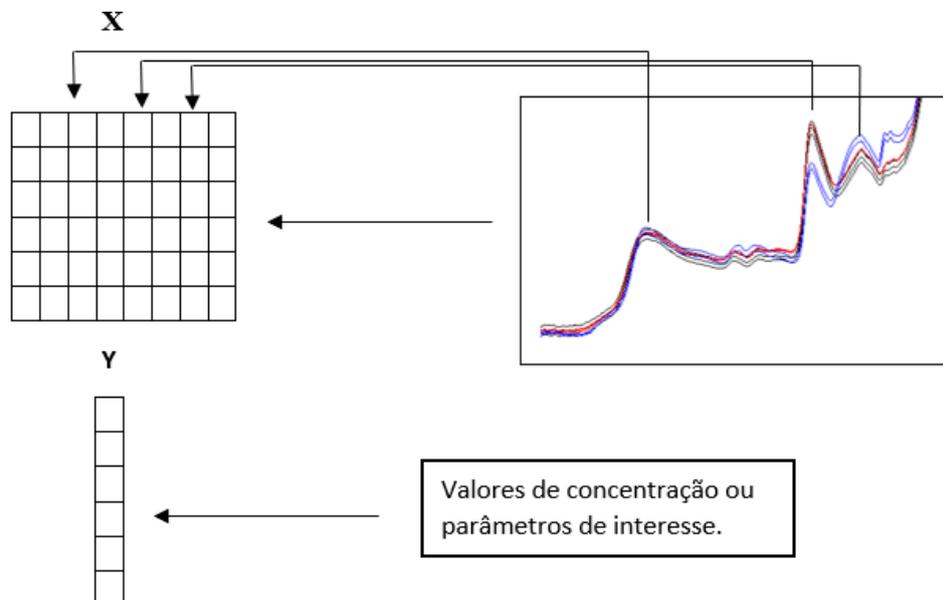
comparável ao de métodos convencionais, como a cromatografia (COOK, 2021; STOCCHERO, 2021).

3.4.1 Regressão por mínimos quadrados parciais (PLS)

Idealizado por Herman Wold, a abordagem PLS teve suas origens em 1966, quando Herman apresentou dois procedimentos iterativos usando estimativa de mínimos quadrados (LS) para modelos de componentes únicos e multicomponentes, com aplicação voltada para as ciências sociais, em especial a economia. Porém foi apenas em 1977 que surgiu de fato o algoritmo PLS, um algoritmo iterativo para encontrar variáveis latentes (MATEOS-APARICIO, 2011).

Apesar de ser uma técnica recente, o PLS se destaca por ser uma técnica que relaciona e combina recursos de análise de componentes principais e regressão múltipla, tendo objetivo de analisar ou prever um conjunto de variáveis dependentes, denominada matriz \mathbf{Y} , a partir de um conjunto de variáveis independentes, denominada matriz \mathbf{X} , utilizando um conjunto de fatores ortogonais chamados de variáveis latentes (ABDI, 2003), como ilustrado na Figura 8.

Figura 8 - Organização matricial dos dados na construção do modelo PLS



Fonte: Adaptado de Gomes, 2012.

Na modelagem PLS, as matrizes \mathbf{X} e \mathbf{Y} são decompostas em um produto com duas matrizes menores, mais uma matriz de erro, conforme as equações abaixo (PEREIRA, 2020; (GELADI, 1986).

$$\mathbf{X} = \mathbf{TP}' + \mathbf{E}_x \quad \text{Equação (2)}$$

$$\mathbf{Y} = \mathbf{UQ}' + \mathbf{E}_y \quad \text{Equação (3)}$$

Nas equações 2 e 3, \mathbf{P}' e \mathbf{Q}' correspondem aos pesos (do inglês *loadings*), \mathbf{T} e \mathbf{U} estão correlacionados com a matriz de escores (do inglês *scores*), \mathbf{E}_x e \mathbf{E}_y são as matrizes de erro de \mathbf{X} e \mathbf{Y} respectivamente. Com isso, uma relação linear é estabelecida entre os escores de \mathbf{X} e os escores de \mathbf{Y} .

$$u_k = b_k t_k \quad \text{Equação (4)}$$

onde \mathbf{b}_k é o vetor dos coeficientes de regressão para cada um dos fatores.

Durante o processo de construção do modelo de regressão multivariada, o conjunto de amostras e dados são divididos em conjuntos de calibração, validação e predição. Os conjuntos de calibração e validação “treinam” o modelo com parâmetros que serão usados posteriormente na etapa de predição.

Após a definição dos parâmetros de regressão e aplicação do método PLS, é necessário avaliar o modelo. Para isso, são utilizadas as figuras de méritos: cálculo do erro quadrático médio de calibração (RMSEC, do inglês *root mean square error of calibration*), erro quadrático médio de predição (RMSEP, do inglês *root mean square error of prediction*), erro sistemático (do inglês *bias*) e coeficiente de determinação (R^2).

O RMSEC e RMSEP, são calculados a partir do RMSE.

$$RMSE = \sqrt{\frac{1}{z} \sum_{i=1}^z (y_i - \hat{y}_i)^2} \quad \text{Equação (5)}$$

com z predições, y_i o valor medido e \hat{y}_i o valor predito pelo modelo. RMSEC quando os dados se referem ao conjunto de calibração, e RMSEP quando são empregados os dados do conjunto

de predição (DAMASCENO et al., 2015). De forma geral, o ideal é que o RMSEP apresente valores menores que o RMSEC, embora isto nem sempre ocorra.

O erro sistemático (Bias) pode ser calculado por:

$$bias = \frac{\sum(y_i - \hat{y}_i)}{m} \quad \text{Equação (6)}$$

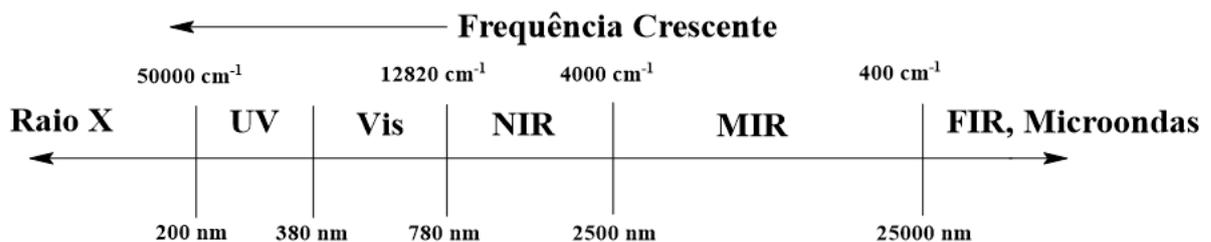
sendo m a quantidade de objetos de calibração. Em uma situação ideal, o resultado da equação 6 deve ser zero, porém como os valores preditos também são afetados por flutuações aleatórias este valor deve estar próximo de zero (ALMEIDA, 2017).

Por fim, também podemos avaliar a qualidade de um modelo ajustando uma reta entre o valor predito e o valor real ou de referência. Através desse método pode-se estimar alguns parâmetros como coeficiente de determinação (R^2), coeficiente angular e coeficiente linear. O modelo é considerado ideal quando os valores de r^2 estão próximos a 1, o coeficiente angular próximo a 1 e o coeficiente linear próximo a zero, entre outros (ROSSI; LOZANO, 2020; ALMEIDA, 2017).

3.6 Espectroscopia no infravermelho.

A espectroscopia no infravermelho é uma técnica com grande potencial e que tem sido amplamente empregada em diversas áreas das ciências, principalmente em análises descritivas, avaliação de adulterações e, em conjunto com métodos quimiométricos para análises quantitativas (BORBA; GÓMEZ-ZAVAGLIA, 2022). A região do infravermelho pode ser dividida em próximo (NIR), médio (MIR) e distante (FIR) (Figura 9).

Figura 9 - Faixa de radiação eletromagnética



Fonte: Adaptado de Aenugu et al., 2021.

A radiação infravermelha não é suficientemente energética para causar transições eletrônicas, porém pode induzir transições nos estados vibracionais e rotacionais que estão associado com o estado eletrônico fundamental da molécula (SKOOG et al., 2006).

O espectro NIR é uma consequência da absorção da luz devido às vibrações moleculares (sobretons, deformações angulares e combinações de vibrações fundamentais) de ligações com hidrogênio como C - H, N - H, O - H, grupos aromáticos e também grupos funcionais importantes como os C-O, grupos carbonila, C-N, C-C, entre outros que sofrem estiramento (LUYPAERT, MASSART, VANDER HEYDEN, 2007; GRANGEIRO JÚNIOR, 2011). Essa técnica mede a interação do material com a luz, que por sua vez é determinada pela vibração das ligações químicas, sendo considerado então um método espectroscópico vibracional que está próximo a região do visível (780 nm a 2500 nm) onde a maioria dos compostos orgânicos (e alguns inorgânicos) apresentam boas propriedades de refletância ou transmissão (AENUGU et al., 2021).

A espectroscopia no infravermelho médio (MIR) é resultado da interação de fótons com moléculas orgânicas e inorgânicas por meio da excitação dos modos vibracional e rotacional, fornecendo informações características das espécies e que podem ser usados para desenvolver métodos analíticos para a avaliação de diversas matrizes distintas (LÓPEZ-LORENTEI; MIZAIKOFF, 2016; CARBAS et al., 2020).

Na análise de compostos orgânicos, a espectroscopia no infravermelho oferece várias vantagens, como alta resposta, não destruição da amostra, baixo custo analítico, não poluente e requer pouca ou nenhuma preparação da amostra (DE BRITO et al., 2022; BORBA; GÓMEZ-ZAVAGLIA, 2022). Devido a isso, a espectroscopia no infravermelho tem sido utilizada em diversas aplicações em análises químicas, como agricultura, análise de solos e indústrias, sendo o setor agrícola o primeiro a fazer uso intensivo da espectroscopia NIR (SOUZA et al., 2017).

De forma geral, na espectroscopia, o espectro de uma amostra corresponde a soma dos espectros dos constituintes multiplicados por suas concentrações, ou seja, existe uma relação direta entre uma propriedade de uma amostra e seu espectro, o que permite a quantificação de seus constituintes. Esta relação pode ser estabelecida aplicando a lei de Lambert–Beer, fornecendo então, uma relação entre absorbância e concentração (WOLD; SJÖSTRÖM; ERIKSSON, 2001). Essa relação pode ser construída por:

$$y = f(x)$$

Equação (7)

onde y é a concentração desejada e o vetor x é o espectro. Dessa forma se a função $f(x)$ puder ser encontrada, então a concentração pode ser calculada a partir do espectro medido da amostra (GELADI, 2003).

A aplicação de técnicas quimiométricas juntamente com a espectroscopia no infravermelho fornece uma ferramenta poderosa para desenvolver métodos capazes de classificar (GRASEL; FERRÃO, 2016), caracterizar (PETRAKIS; POLISSIOU, 2017) ou quantificar amostras (FRIZON et al., 2015) sendo aplicadas em diferentes pesquisas.

3.7 Métodos espectroscópicos aliados a quimiometria para quantificação de metabólitos em produtos naturais.

No trabalho desenvolvido por Souza et al. (2017) foi possível prever teores de fenóis e flavonoides nas espécies *Secale cereale* L., *Avena strigosa* L. e *Raphanus sativus* utilizando espectroscopia UV-Vis e NIR e métodos quimiométricos. Para isso, foram realizados pré-processamentos, sendo suavização por segunda derivada para a construção do modelo de fenólicos, e 1ª derivada (Savitzky-Golay) e variação normal padrão (SNV, do inglês *standard normal variation*) para flavonoides totais, sendo obtidos modelos de predição para compostos fenólicos e flavonoides com erros (RMSEP) associados em média de 10%, havendo uma exceção para flavonoides em uma amostra que apresentou erro entre 22 e 32%. Os autores associaram os maiores erros as menores concentrações pois quaisquer erros obtidos nas menores concentrações são mais perceptíveis do que quando comparados com valores mais altos.

Shi et al. (2012) utilizaram a espectroscopia NIR e o algoritmo PLS para determinar o teor de flavonoides totais nas folhas de *Ginkgo biloba* em estágios diferentes. O teor de flavonoides totais determinados pelo método de referência (espectroscopia UV-Vis) foi de 2,73 a 36,68 mg g⁻¹. Para construção do modelo calibração utilizando o PLS foi empregado o pré-processamento SNV. O primeiro modelo construído foi utilizado folhas verde, verde-amarelado e amarelo, obtendo r² de calibração e predição de 0,77 e 0,67 respectivamente, RMSEC 4,22 mg g⁻¹ (29,82%) e RMSEP de 5,58 mg g⁻¹ (36,4%). O segundo modelo utilizando dados espectrais apenas de folhas verde-amarelado e amarelo obtiveram r² de calibração e predição de 0,80 e 0,72 respectivamente, RMSEC 3,13 mg g⁻¹ (15,4%) e RMSEP de 3,51 mg g⁻¹ (16,07%).

Carbas et al. (2020) compararam as espectroscopias NIR e MIR na determinação de teores de taninos no feijão. Os teores de taninos totais apresentaram uma variabilidade de 0,17 a 1,77 g por 100 g. Os autores apresentam como melhores resultados no NIR, com R^2 de calibração de 0,99, de validação de 0,91 e de predição 0,700, além de erro residual da soma dos quadrados de 0,700, enquanto no MIR, os melhores resultados foram obtidos com R^2 de 0,660 para a predição, e 0,79 e 0,78 para a calibração e validação, respectivamente, e erro residual de 0,660. Com isso, constatou-se que o modelo de regressão PLS construído com os dados NIR apresentam melhor desempenho.

Na pesquisa desenvolvida Fragozo et al. (2011), o teor de fenólicos totais e taninos condensados foi determinado em uvas vermelhas através da espectroscopia no infravermelho médio em conjuntos com o PLS. Para fenóis totais, ao utilizar a região espectral completa (979-2989 cm^{-1}), são obtidos R^2 de calibração e validação de 0,976 e 0,946 respectivamente, o RMSEC foi calculado em 3,5% e o RMSEP em 4,5%. Para taninos condensados R^2 de calibração foi 0,947 e validação 0,905, o RMSEC 5,7% e RMSEP 7.6%. Com esses resultados os autores concluem que a espectrometria MIR combinada com calibração multivariada permite uma determinação simultaneamente rápida e precisa das concentrações de fenólicos e taninos.

Na pesquisa desenvolvida por Páscoa, Teixeira e Sousa (2019) foi determinado o teor de fenólicos e flavonoides na *Camellia japonica* utilizando as espectroscopias de infravermelho próximo e médio. Para fenóis totais, utilizando a região espectral no NIR foram obtidos R^2 de calibração e predição de 0,95, o RMSEC igual 6,8% e o RMSEP 7,4%. No MIR foram obtidos R^2 de calibração e predição de 0,91 e 0,89 respectivamente, o RMSEC igual 8,1% e o RMSEP 9,8%. Para flavonoides utilizando o NIR foram obtidos R^2 de calibração e predição de 0,95 e 0,93 respectivamente, RMSEC igual 7,8% e o RMSEP 8,3 %. No MIR foram obtidos R^2 de calibração e predição de 0,93, RMSEC igual 8,5% e o RMSEP 9,0%. Os autores constaram que os resultados obtidos indicam que os modelos PLS desenvolvido são aceitáveis para calibração para controle de qualidade.

4 METODOLOGIA

4.1 Local da pesquisa

A aquisição dos espectros das seivas de *J. mollissima* por Infravermelho Próximo (NIR) e Médio (MIR) foi realizada no Laboratório de Avaliação e Desenvolvimento de Biomateriais do Nordeste – CERTBIO, que se localiza na Universidade Federal de Campina Grande – UFCG. As quantificações por UV-vis foram realizadas no Laboratório de Síntese e Análise de Materiais Avançados (LabSAMA), enquanto os padrões, soluções e modelos quimiométricos foram realizados no Laboratório de Síntese Inorgânica e Quimiometria (LabSiQ), ambos localizados no complexo de laboratórios Prof. Edvaldo de Oliveira Alves (Mará) na Universidade Estadual da Paraíba (UEPB). A atividade de acesso ao Patrimônio Genético foi cadastrada no SisGen, em atendimento ao previsto na Lei nº 13.123/2015 e seus regulamentos, sob o número AD5B98B.

4.2 Preparo das amostras.

Para obtenção do pó da seiva bruta (SBP) das 36 amostras de *Jatropha mollissima* (12 coletas x 3 regiões), parte da seiva foi congelada em um ultra freezer a -86 °C por 24 horas e liofilizada por 72 horas, em seguida as amostras foram armazenadas em recipiente de vidro, o qual foi identificado e lacrado com plástico filme, embrulhado com papel alumínio e armazenado protegido da luz até as leituras no NIR. As leituras no MIR foram realizadas com parte da amostra que não foi liofilizada, na qual foi armazenada em ultra freezer a -86 °C.

4.3 Caracterização das regiões de coleta das amostras de seiva da *Jatropha mollissima*.

As coletas foram realizadas durante o período de 12 meses (Nov/2020 – Out/2021). A coleta da seiva bruta líquida (SBL) foi realizada provocando incisões transversais no caule da *J. mollissima*. obtendo a seiva por meio de gotejamento. Em seguida, foi filtrada com peneira em aço inox (malha fina) e armazenada em seringas protegidas da luz, com temperatura controlada para o transporte até o laboratório, onde foram transferidas para tubos falcon identificados e armazenados em geladeira a 4°C.

A seiva de *J. mollissima* foi coletada de diferentes espécies selvagens de 2 regiões geográficas do estado da Paraíba (Sertão e Agreste), em 3 localidades diferentes, cujo coordenadas geográficas podem ser encontradas no Quadro 1.

Quadro 1 - Locais de coleta da seiva.

Local da coleta	Referência	Coordenadas Geográficas	Mesorregião
Localidade A	Sítio Valente, localizado na cidade de Boa Vista – PB	Lat 7° 20' 18.29" S Long 36°14' 17.11" O	Agreste Paraibano
Localidade B	Próximo à cidade de Campina Grande – PB	Lat 7° 14' 15" S Long 35° 50' 59" O	Agreste Paraibano
Localidade C	Próximo à cidade de Cacimba de Areia – PB	Lat 7° 07' 31" S Long 37° 08' 59" O	Sertão Paraibano

Fonte: Elaborada pelo autor, 2021.

Para caracterização das regiões foram realizadas pesquisas bibliográficas em artigos e sites governamentais, como o Instituto Brasileiro de Geografia e Estatística (IBGE), o Serviço Geológico do Brasil (CPRM), a Agência Executiva de Gestão das Águas do Estado da Paraíba (AESA), o Centro de Previsão de Tempo e Estudos Climáticos (CPTEC), Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais (INPE) e o Climate-Data.org. Com isso, foi possível indicar fatores como bioma, altitude, clima, índice pluviométrico e temperatura de cada uma das 3 áreas estudadas.

4.4 Identificação e quantificação dos metabólitos

Os espectros no Infravermelho Próximo (NIR) e Médio (MIR) foram obtidos em um Espectrômetro FTIR Frontier da PerkinElmer com faixa de varredura de 8000-4000 cm^{-1} e 4000-600 cm^{-1} respectivamente, foram utilizadas 32 varreduras e resolução de 4 cm^{-1} .

As absorvâncias na região espectral UV-Vis foram registradas utilizando um equipamento UV 1800 da marca Shimadzu com uma faixa de varredura entre 200nm a 1100 nm. Todas as leituras foram realizadas, em triplicata, utilizando uma Cubeta de quartzo retangular de volume 3,5 mL, passo 10mm, com 4 faces polidas - modelo Q-204.

4.4.1 Polifenóis

A quantificação de compostos fenólicos totais foi baseada na utilização do reagente Folin-Ciocalteu (CALABRIA et al., 2020), que em contato com polifenóis ocorre a redução do molibdenio (Mo^{6+}) para estados de oxidação inferiores (Mo^{5+} , Mo^{4+}), provocando mudança da

coloração do Folin-Ciocalteu do amarelo para o azul, sendo possível ser avaliado a absorbância na faixa de 750 nm. Foram utilizados os seguintes reagentes: Folin Ciocalteu 50% em água deionizada da marca Reatec, Carbonato de sódio 20% da marca Neon em água deionizada (m/v) e uma solução padrão de ácido gálico da marca Neon em água deionizada a $100 \mu\text{g mL}^{-1}$.

Para a construção da curva de calibração foram preparadas soluções de ácido gálico por meio da diluição da solução padrão, em balões volumétricos de 10 mL nas concentrações de 1; 5; 10; 20; 30 e $40 \mu\text{g mL}^{-1}$. Em tubos de ensaio foram distribuídos 1 mL da solução do reativo Folin-Ciocalteu e em seguida acrescentado em cada tubo 1 mL do ácido gálico, deixando-os em repouso por 2 minutos a temperatura ambiente. Em seguida foram adicionados, em cada tubo, 2 mL da solução de carbonato de sódio a 20%, deixando-os em repouso por 10 minutos.

Após essa etapa, foram realizadas as medidas da absorbância em um equipamento UV 1800 da marca Shimadzu trabalhando em uma faixa de varredura entre 400 a 1100 nm, sendo observado o comprimento de onda em 770 nm, selecionado previamente em varredura. O equipamento foi zerado utilizando uma amostra de branco, na qual, o ácido gálico foi substituído por água deionizada. Todas as medidas foram feitas em triplicada.

O preparo das amostras procedeu-se da seguinte forma: foram pesados 0,0010g (1mg) das amostras de cada região e diluídas com água deionizada em balões volumétricos de 10 mL. Inicialmente, algumas amostras apresentaram dificuldade de solubilização em água, sendo necessário submetê-las em banho ultrassom em temperatura ambiente até a solubilização da amostra, para isso foi utilizado uma Cuba ultrassônica da marca Cristófoli. O preparo das soluções das amostras para leitura no UV se deu de forma similar ao preparo das soluções de ácido gálico, porém com a substituição do ácido pela solução de *Jatropha mollissima* a $100 \mu\text{g mL}^{-1}$.

As amostras foram separadas por mês da coleta e as leituras foram realizadas de forma aleatória para cada uma das 3 regiões. As leituras no UV foram realizadas sobre as mesmas condições da solução padrão de ácido, sendo as concentrações de polifenóis obtidas em função da concentração equivalente de ácido gálico (EGA). Todas as leituras foram realizadas em triplicatas.

4.4.2 Flavonoides totais

Para a determinação de flavonoides a técnica de espectroscopia UV-Vis por meio do método colorimétrico do Cloreto de Alumínio (MÜLLER et al., 2005; HAYAT et al., 2020) foi

utilizada. As classes de flavonoides, podem ser caracterizadas através da análise dos espectros de absorção característicos no ultravioleta, determinados pelo núcleo comum da benzopirona, com dois máximos de absorção: um ocorrendo entre 240 - 285 nm e outro entre 300 - 560 nm (Perfeito, 2018; Gierschner et al., 2012). Para determinação de flavonoides foi utilizada a metodologia proposta por Ordonez et al., (2006) com algumas alterações.

Para a análise de flavonoides foram utilizados os seguintes reagentes: metanol P.A da marca Vetec, solução metanólica de cloreto de alumínio (AlCl_3) 2% da marca Neon e uma solução padrão de quercetina $31 \mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$ da marca Sigma, em metanol.

Para a construção da curva de calibração foram preparadas soluções quercetina por meio da diluição da solução padrão, em balões volumétricos de 10 mL, nas concentrações de 3,1; 6,2; 9,3; 11,4; 15,5; 18,6; 21,7; 24,9; 28 e $31 \mu\text{g mL}^{-1}$. Foram distribuídos, em tubos de ensaio, 3 mL da solução de cloreto de alumínio e, em seguida, acrescentado em cada tubo 3 mL de quercetina, deixando-os em repouso por 10 minutos a temperatura ambiente.

Em seguida, foi realizada as medidas da absorbância em um equipamento UV 1800 da marca Shimadzu trabalhando em uma faixa de varredura entre 400 nm a 800 nm, sendo observado o comprimento de onda em 445 nm, selecionado previamente em varredura. O equipamento foi zerado utilizando uma amostra de branco, sendo a quercetina substituída por metanol. Todas as amostras foram feitas em triplicada.

Para o preparo das amostras contendo a seiva da *Jatropha mollissima* foram pesados 0,0100g (10mg) das amostras de cada região e diluídas com metanol em balões volumétricos de 10 mL. Algumas amostras apresentaram dificuldade de solubilização em metanol, sendo necessário submetê-las a banho ultrassom em temperatura ambiente, para isso foi utilizado uma Cuba ultrassônica da marca Cristófoli. O preparo das soluções contendo *Jatropha* para leitura no UV se deu de forma similar ao preparo das soluções de quercetina, porém, com a substituição da quercetina, pela solução de *Jatropha mollissima* a $1000 \mu\text{g mL}^{-1}$.

As amostras foram separadas por mês da coleta e as leituras foram realizadas de forma aleatória para cada uma das 3 regiões. As leituras no UV foram realizadas sobre as mesmas condições da solução padrão de quercetina, sendo as concentrações de flavonoides obtidas em função da concentração equivalente de quercetina (EQ). Todas as leituras foram realizadas em triplicatas.

4.4.3 Taninos condensados totais

Para a determinação da concentração total de taninos condensados o método de vanilina-Ácido Clorídrico descrito por Palacios et al. (2021) foi utilizado. Nesse método ocorre a reação em meio ácido da vanilina com os taninos condensados onde são formados complexos que proporcionam a solução uma coloração vermelho brilhante, sendo as absorbâncias registrados em comprimentos de onda próximos a 500 nm.

Para a análise de taninos condensados foram utilizados os reagentes: metanol P.A., solução metanólica de vanilina 4% da marca Neon, ácido clorídrico P.A. (HCl) da marca Dinâmica e uma solução padrão de catequina a $514 \mu\text{g.mL}^{-1}$ da marca Sigma em metanol.

Para a construção da curva de calibração foram preparadas soluções catequina por meio da diluição em metanol da solução padrão, em balões volumétricos de 10 mL, nas concentrações de 10,28; 51,4; 102,8; 205,6; 308,4; 411,2; $514 \mu\text{g.mL}^{-1}$. Foram distribuídos, em tubos de ensaio, 3 mL da solução de vanilina e em seguida acrescentado em cada tubo 0,5 mL de catequina. Após homogeneizar a solução foram adicionados, em cada tubo, 1,5 mL de ácido clorídrico deixando-os em repouso por 20 minutos, imersos em água a $\cong 22^\circ\text{C}$.

Após essa etapa, foi realizada as medidas da absorbância em um equipamento UV 1800 da marca Shimadzu trabalhando em uma faixa de varredura entre 400 nm a 800 nm, sendo observado o comprimento de onda em 500 nm, selecionado previamente em varredura. O equipamento foi zerado utilizando uma amostra de branco, na qual, a catequina foi substituída por metanol. Todas as amostras foram feitas em triplicada.

As amostras contendo a seiva da *Jatropha molíssima* foram as mesmas preparadas para o estudo de flavonoides, apresentando massa de 0,0100g em 10mL de metanol. O preparo das soluções contendo *Jatropha* para leitura no UV se deu de forma similar ao preparo das soluções de catequina, porém, com a substituição da catequina, pela solução de *Jatropha molíssima* a $1000 \mu\text{g.mL}^{-1}$.

As amostras foram separadas por mês da coleta e as leituras foram realizadas de forma aleatória para cada uma das 3 regiões. As leituras no UV foram realizadas sobre as mesmas condições da solução padrão de catequina, sendo as concentrações de taninos obtidas em função da concentração equivalente de catequina (EC). Todas as leituras foram realizadas em triplicatas.

4.5 Construção dos modelos multivariados

A construção dos modelos de calibração multivariada foi realizada utilizando os espectros no Infravermelho Próximo e Médio. Para isso, o software MATLAB versão 9.8.0.1302590 (R2020a) foi empregado em conjunto com o pacote PLS_Toolbox 9.0, que se qualifica como uma ferramenta multivariada e de aprendizado para aplicações quimiométricas, com ela foi possível realizar os pré-processamentos dos espectros e construção dos modelos PLS.

Para isto dividiu-se o conjunto dos 108 espectros (3 regiões x 12 meses x 3 porções distintas da seiva) em conjunto de calibração (70 espectros) e predição (38 espectros), a partir do algoritmo SPXy (do inglês Sample set Partitioning based on joint X–y distances) (GALVAO et al., 2005). A capacidade preditiva dos modelos foi avaliada a partir do conjunto de predição, sendo observado o RMSEC, RMSEP, R^2 , bias e o desvio padrão calculado.

5 RESULTADO E DISCUSSÃO

5.1 Avaliação geográfica e dos dados meteorológicos das regiões estudadas

As informações referentes as caracterizações meteorológicas dos 3 locais de coleta em relação ao bioma, altitude e clima podem ser visualizadas no quadro abaixo.

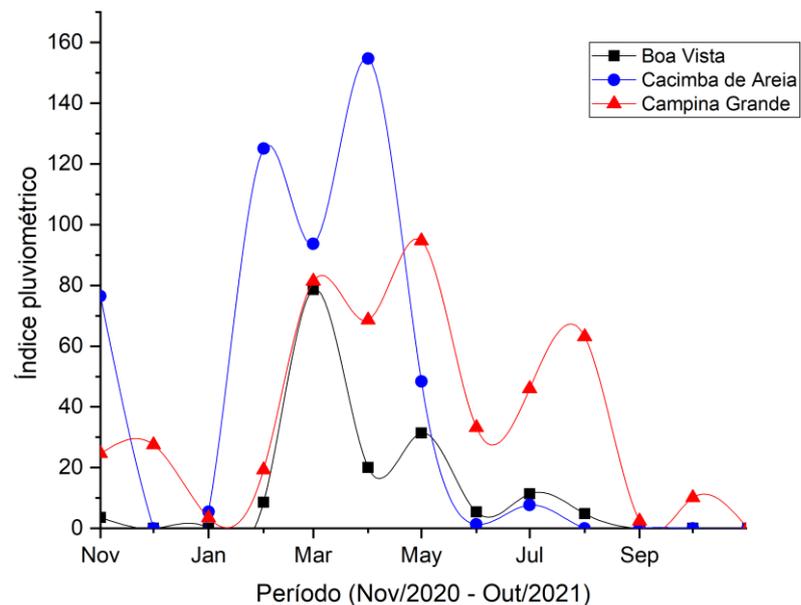
Quadro 2 - Características Fisiográficas dos locais estudados

Cidade/Estado	Bioma	Altitude	Clima
Boa Vista – PB	Caatinga	493 metros	Tropical Chuvoso
Cacimba de Areia – PB	Caatinga	280 metros	Semiárido
Campina Grande – PB	Caatinga	551 metros	Tropical Chuvoso

Fonte: IBGE (2019); CPRM/PRODEEM (2005)

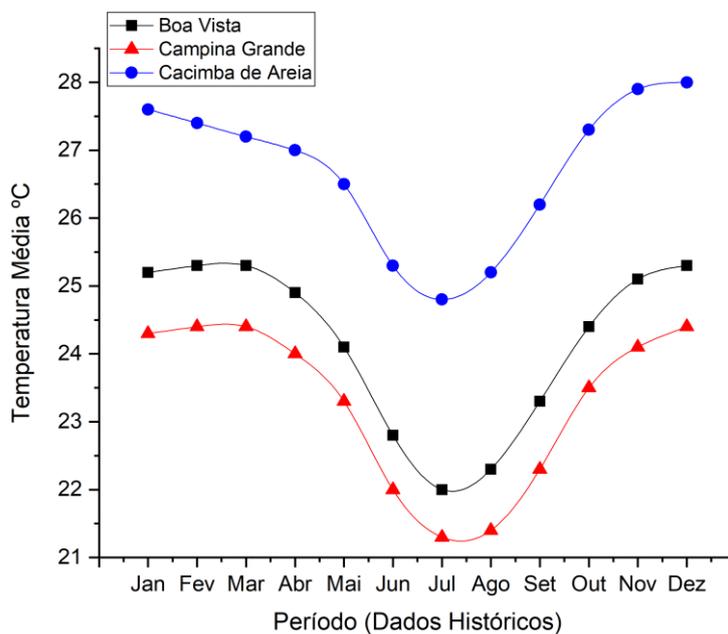
No gráfico 1 podemos visualizar as informações referentes ao índice pluviométrico dos municípios no período de 01/11/2020 a 31/10/2021. No gráfico 2 as médias históricas de temperatura das referidas regiões.

Gráfico 1 - Precipitação máxima dos municípios 01/11/2020 – 31/10/2021



Fonte: AESA (2022)

Gráfico 2 - Médias históricas de temperatura das 3 regiões



Fonte: Adptado de Climate-Data

A partir dos dados fisiográficos e climáticos pode-se observar diferenças significativas nas 3 regiões de estudo, e como já citado, a sazonalidade é um fator responsável por alterar a quantidade e presença de metabólitos secundários nas plantas. Dos Santos et al., (2013) ao estudar as variações sazonais e as respostas bioquímicas da *Jatropha curcas* (sobretudo nos níveis de açúcares, aminoácidos solúveis e prolina) constata variações significativas na concentração destes, principalmente entre as estações seca e chuvosa. Dessa forma podemos constatar que o estresse hídrico pode ser considerado um fator importante ao analisar os metabólitos secundários.

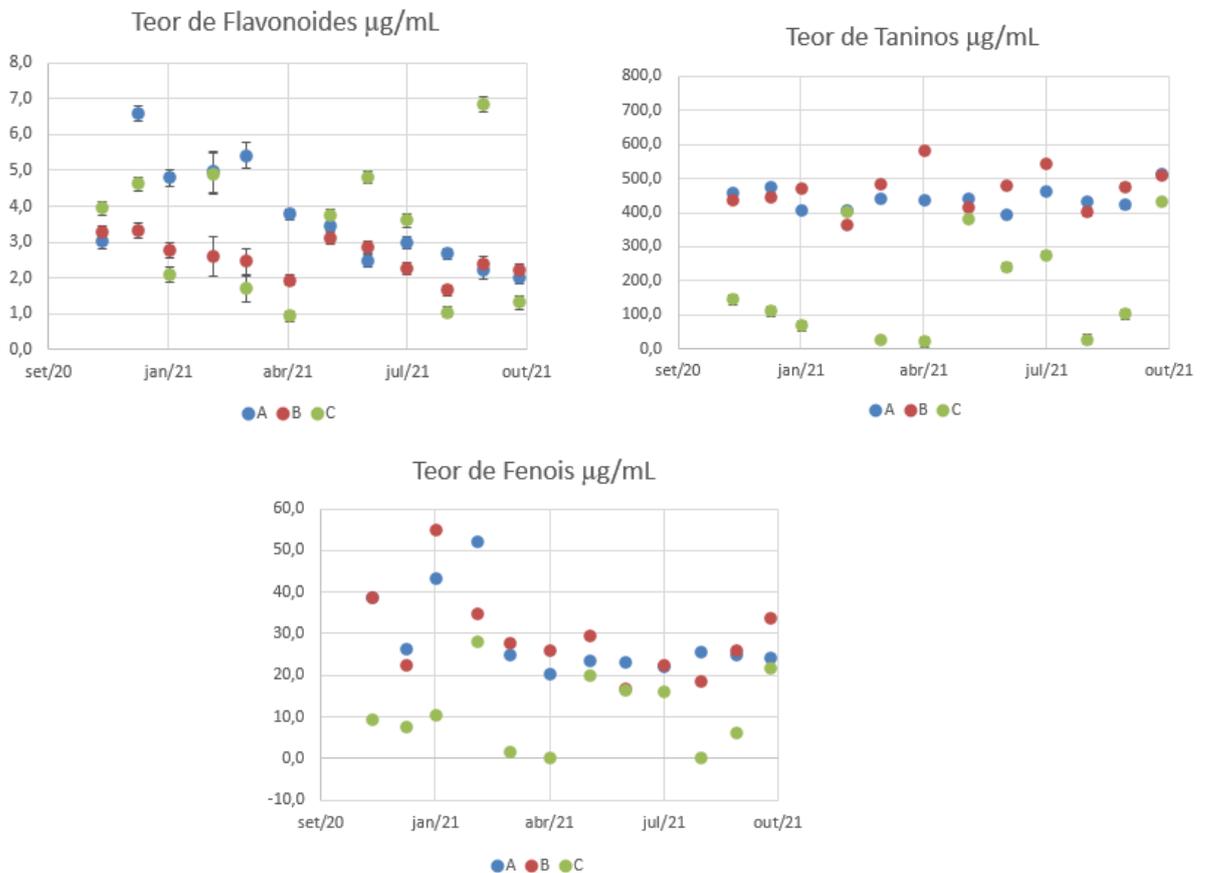
Ao analisarmos o gráfico 2 podemos observar grandes variações pluviométricas, sendo a maior no município de Cacimba de Areia, apresentando precipitação entre 0 mm e 150 mm, no gráfico 3 pode-se observar que as temperaturas médias históricas mais elevadas também são para esse município. Dessa forma, espera-se que a quantidade dos compostos fenólicos, taninos e flavonoides também sejam afetados por essas variações, assim como é observado em outras espécies de plantas (KUMARI et al., 2022; LIAO et al., 2017; PINHEIRO et al., 2021; HODAEI et al., 2018).

5.2 Avaliação das seivas coletadas em relação a concentração dos metabólitos estudados.

As seivas coletadas das três localidades (A, B e C) durante os 12 meses, foram analisadas quanto a concentração de taninos condensados, flavonoides e polifenóis. Os valores referentes a quantificação dos metabólitos para as três regiões ao longo do período de coleta estão descritos nos gráficos da figura 10.

Para calcular a quantidade de fenóis foi usada a equação obtida a partir da curva de calibração: $Y = 0,0304x + 0,0152$, $R^2 = 0,9977$. A quantidade de taninos foi definida a partir da equação: $Y = 0,0023x + 0,0357$, $R^2 = 0,9972$. Para a quantificação de flavonoides foi usada a equação obtida a partir da curva de calibração: $Y = 0,0461x - 0,0062$, $R^2 = 0,9973$, em que **Y** corresponde aos valores da absorbância registrada em cada análise e **x** corresponde a concentração experimental ($\mu\text{g mL}^{-1}$) do metabólito de interesse.

Figura 10 - Teor de Flavonoides, Taninos e Polifenóis.



Fonte: Elaborada pelo autor, 2022.

De forma geral, o teor de taninos nas amostras foi superior aos demais metabólitos estudados em todas as coletas. Na figura 10 pode-se observar que a variação no teor de taninos condensados nas amostras variou de $18,39 \pm 14,26$ a $597,52 \pm 5,18 \mu\text{g.mL}^{-1}$, sendo o menor valor registrado na região C em abril de 2021, e o maior valor registrado na região B em abril de 2021, o valor médio da concentração de taninos foi de $364,51 \pm 9,77 \mu\text{g.mL}^{-1}$. Já o teor de flavonoides totais variou de $0,91 \pm 0,14$ a $6,94 \pm 0,45 \mu\text{g.mL}^{-1}$, ambas para região C em abril e setembro de 2021 respectivamente, a média no teor de flavonoides foi de $3,18 \pm 0,20 \mu\text{g.mL}^{-1}$. O teor de polifenóis variou de aproximadamente $0,03 \pm 0,48$ a $55,17 \pm 0,34 \mu\text{g.mL}^{-1}$, sendo o menor valor registrado na região C em agosto de 2021, e o maior valor na região B em janeiro de 2021, o teor médio foi de $23,25 \pm 0,28 \mu\text{g.mL}^{-1}$.

Em relação aos taninos, a região C apresentou os menores teores, exceto para os meses de fevereiro, maio e outubro de 2021, onde se equiparam às outras regiões de coleta. As regiões A e B tem valores similares de taninos ao longo dos meses de coleta. No entanto a região B tende a apresentar valores maiores que a região A. No mês de fevereiro, os teores de taninos são muito próximos para as regiões A, B e C, com concentrações de aproximadamente 405,5; 365,8; 401 $\mu\text{g.mL}^{-1}$ respectivamente. Já o mês de abril foi o que apresentou mais discrepância entre as 3 regiões, apresentando os valores máximo (597 $\mu\text{g.mL}^{-1}$ – região B) e mínimo (18,4 $\mu\text{g.mL}^{-1}$ região C) de taninos entre todos as coletas estudadas.

Para a quantificação de flavonoides, pode-se observar que durante os meses de dezembro de 2020, janeiro, fevereiro e março de 2021 as amostras da região A apresentaram os maiores teores de flavonoides, com 6,57; 4,8; 4,95 e 5,42 $\mu\text{g.mL}^{-1}$ respectivamente. Já para os meses de abril, maio, junho, julho e setembro de 2021 a região C tendeu a apresentar os maiores teores, sendo o mês de setembro de 2021 o que apresentou o maior teor durante o período estudado. O mês de dezembro de 2020 foi o mês com maior teor de flavonoide para a região A. Já a região B exibiu as menores variações no teor de flavonoides, em comparação com as regiões A e C, apresentando concentrações na faixa de 1,7 a 3,5 $\mu\text{g.mL}^{-1}$.

Em relação à quantificação dos polifenóis, é possível observar que a região C apresentou os menores teores, sendo os valores mais baixos registrados nos meses de março, abril e agosto de 2021 com valores de 1,59; 0,20 e 0,03 $\mu\text{g.mL}^{-1}$ respectivamente, além disso, os meses de novembro e dezembro de 2020, janeiro e setembro de 2021, apresentaram grandes diferenças em relação aos teores de polifenóis se comparados com as regiões A e B. Os meses de maio, junho, julho e outubro de 2021 são caracterizados por valores similares para todas as regiões estudadas, enquanto o mês de janeiro apresentou a maior variação entre as 3 regiões, com 55,17

$\mu\text{g.mL}^{-1}$ para região B e $10,48 \mu\text{g.mL}^{-1}$ para região C. De forma geral, a região B tendeu a apresentar os maiores teores.

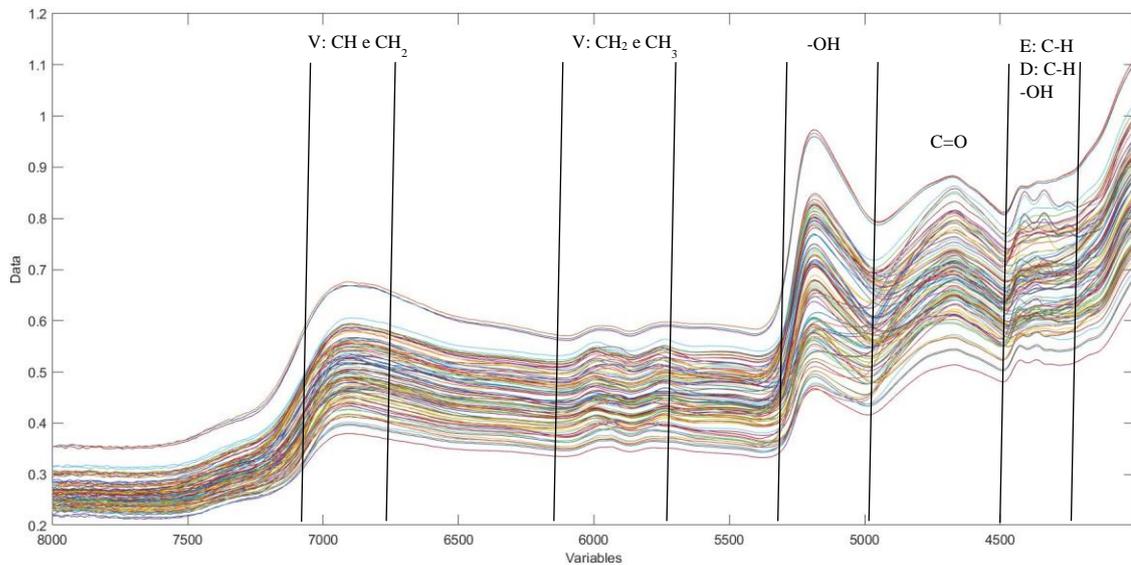
Entre os poucos trabalhos encontrados na literatura sobre a *J. mollissima*, temos o de Dias et al., (2019), no qual ao estudar as folhas da *J. mollissima* foi encontrado um teor de fenóis totais no extrato metanólico de $245,12 \mu\text{g EGA mg}^{-1}$. De Queiroz Neto et al., (2019) ao realizar a caracterização química da seiva da *J. mollissima* encontra teores diferentes de fenólicos totais por diferentes métodos, para o extrato aquoso o teor de fenóis foi $0,82 \mu\text{g EGA g}^{-1}$, extrato hidroalcolico $45,68 \mu\text{g EGA g}^{-1}$, extrato etanólico $50,0 \mu\text{g EGA g}^{-1}$ e seiva bruta $58,07 \mu\text{g EGA mg}^{-1}$.

Trabalhos sobre a quantificação de metabólitos secundários em outras plantas do gênero *Jatropha* também apresentam diferentes resultados, como por exemplo, a pesquisa desenvolvida por Honoré, Bayoi e Darman (2022), que ao realizar a análise quantitativa de fenólicos nas folhas da *Jatropha gossypifolia* em extrato hidroetanólico encontram um teor de polifenóis de $21,3 \text{ mg EGA.g}^{-1}$, flavonoides $12,53 \text{ mg EQ g}^{-1}$ e taninos condensados $7,13 \text{ mg EC g}^{-1}$. Dubey, Rajhams e Mankad (2020) estimam o teor de fenóis totais e flavonoides de *Jatropha gossypifolia* (L.) em diferentes partes da planta, nas folhas o teor de fenóis totais (TPC) foi de $0,357 \text{ mg g}^{-1}$ enquanto o de flavonoides (TFC) foi de $0,21 \text{ mg g}^{-1}$, o conteúdo de fenólicos totais e flavonoides totais da flor foi calculado como $0,54$ e $0,086 \text{ mg g}^{-1}$ respectivamente, enquanto nos frutos foi calculado um TPC de $0,30$ e TFC de $0,13 \text{ mg g}^{-1}$.

Os resultados em termos de concentração de metabólitos encontrados nesse trabalho e na literatura tendem a ser diferentes, visto que, como já citado e constatado, o teor de metabólitos em uma espécie sobre variações de acordo com os fatores na qual a espécie está inserida.

5.3 Estudo dos espectros NIR e MID das seivas da *Jatropha mollissima*.

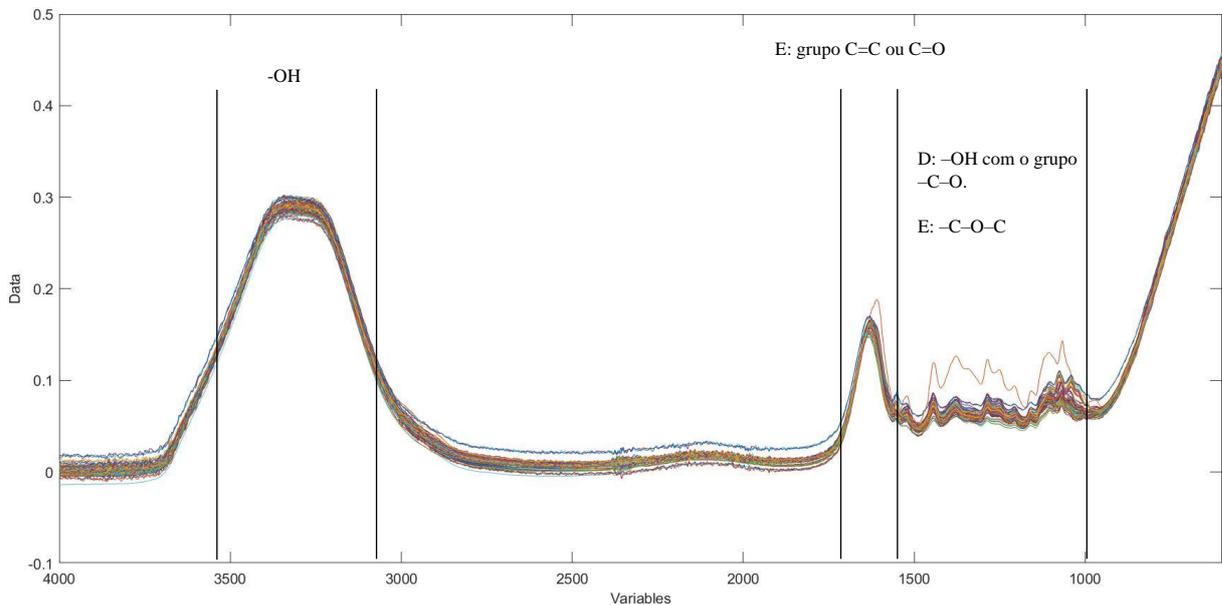
A caracterização da seiva entre os meses de novembro de 2020 e outubro de 2021 utilizando a espectroscopia no infravermelho próximo (NIR) foram registrados na região de 4002 a 8000 cm^{-1} . Na figura 11 é possível visualizar os espectros NIR de todas as amostras coletadas durante o período de estudo. Os espectros separados por mês da coleta e região podem ser visualizados no anexo A.

Figura 11 - Espectros NIR brutos de todas as amostras

Fonte: Elaborada pelo autor, 2021.

As amostras apresentaram espectros NIR semelhantes, com aparecimento de bandas em regiões entre $7000 - 6800 \text{ cm}^{-1}$; $6090 - 5650 \text{ cm}^{-1}$; $5400 - 4950 \text{ cm}^{-1}$; $5400 - 4950 \text{ cm}^{-1}$; $4900 - 4484 \text{ cm}^{-1}$; $4468 - 4160 \text{ cm}^{-1}$. Na literatura é possível encontrar autores que citam bandas próximas às encontradas como regiões que podem ser atribuídas a presença de compostos fenólicos como flavonoides e taninos condensados, são elas $7067 - 6614 \text{ cm}^{-1}$, $6061 - 5714 \text{ cm}^{-1}$, $5115 - 4914 \text{ cm}^{-1}$ e $5000 - 4000 \text{ cm}^{-1}$ (TOLEDO-MARTÍN et al., 2018; DYKES et al., 2014; MENEZES, MARDER, COSTA, 2013). Segundo Menezes et al. (2014), bandas entre 4450 e 4300 cm^{-1} , podem ser atribuídos a fenóis devido as vibrações de estiramento C-H, e a deformação C-H que ocorrem entre 4648 e 4046 cm^{-1} , além disso a região entre 4476 e 4370 cm^{-1} pode ser atribuída ao grupo funcional -OH presente em compostos fenólicos, como taninos, e/ou à combinação de vibrações de estiramento C-H e deformação C-H. Além disso, regiões entre 6090 e 5775 cm^{-1} corresponde aos grupos CH_2 e CH_3 , bandas em torno de 5350 podem ser atribuídas ao grupo carbonila, sendo a vibração do grupo carbonila e as vibrações CH e CH_2 ($7000 - 6800 \text{ cm}^{-1}$) causadas por compostos fenólicos, alcaloides, proteínas, ácidos e compostos aromáticos (CARVALHO et al., 2021, AENUGU et al., 2021).

A caracterização da seiva utilizando a Espectroscopia no infravermelho médio (MIR) para todas as amostras de seiva bruta coletadas durante os 12 meses foram registrados na região de 600 a 4000 cm^{-1} . A figura 12 mostra os espectros MID brutos de todas as amostras. Os espectros separadores por mês da coleta podem ser visualizados no anexo B.

Figura 12 - Espectros MIR brutos de todas as amostras

Fonte: Elaborada pelo autor, 2021.

A presença da banda de -OH entre $3400\text{--}3300\text{ cm}^{-1}$ se destaca. Além disso, a banda em 1439 cm^{-1} está associada ao estiramento do grupo -C-N de amidas primárias (Aung et al., 2008; Silverstein et al., 2014). As bandas presentes entre $1440\text{--}1280\text{ cm}^{-1}$ podem estar associadas à fenóis na seiva e as vibrações em 1439 e 1371 cm^{-1} podem ser consequência da interação entre a deformação do -OH com o grupo -C-O em fenóis (Ribeiro e Souza, 2007; Silverstein et al., 2014; Aung et al., 2008). A banda de vibração em 1603 cm^{-1} está relacionada ao estiramento do grupo C=C ou C=O de amidas, indicando a presença de aminoácidos ou prováveis deformações no anel aromático de flavonoides (Kuzniarz, 2014; Wang et al., 2021). A vibração em 1523 cm^{-1} é característica do estiramento da banda -NH pertencente ao grupo de amidas secundárias e da deformação de C=C pertencente também a anéis aromáticos de flavonoides (MOT, SILAGHI-DUMITRESCU, SARBU 2011; Aung et al., 2008). As vibrações no intervalo de $1250\text{--}1060\text{ cm}^{-1}$ são comumente relacionadas ao estiramento do grupo -C-O-C , que pode ser associado a saponinas, fenóis, éteres aromáticos, álcoois e polióis, como flavonoides e hidroxiflavonoides (Almutairi e Ali, 2015; Oliveira et al., 2016).

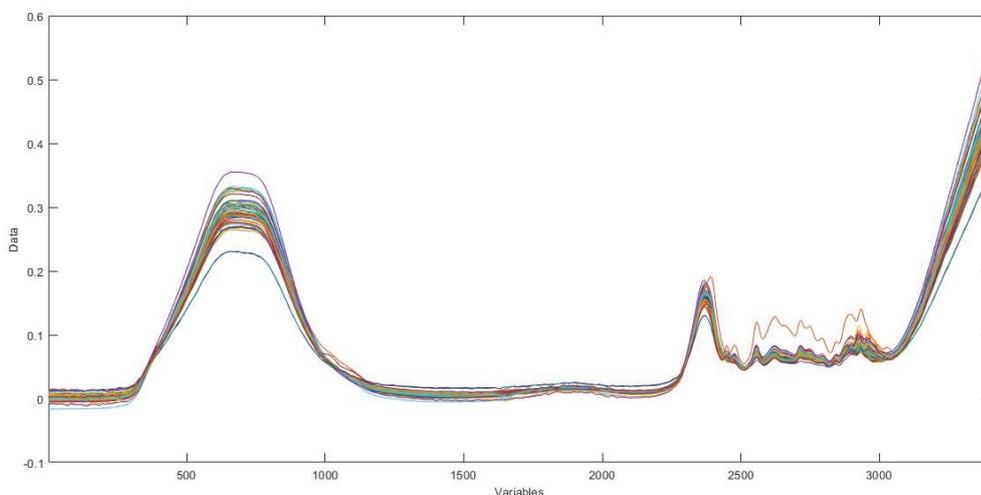
5.4 Modelos de calibração multivariada para a quantificação de metabólitos.

Após a quantificação dos metabólitos secundários, foram construídos modelos de calibração multivariada utilizando o PLS, com o objetivo de prever a concentração dos flavonoides, taninos e polifenóis nas amostras da seiva coletadas da *J. molíssima*. Para construção dos modelos por regressão em mínimos quadrados parciais (PLS), o conjunto de dados foi dividido em calibração e predição. Foram testados diversos pré-processamentos para cada metabólito estudado, com o intuito de remover ou minimizar características espectrais não relacionadas ao problema de interesse. Os dados referentes a alguns dos pré-processamentos testados para as quantificações de flavonoides no infravermelho médio e infravermelho próximo podem ser encontrados no anexo C.

5.4.1 Quantificação multivariada de flavonoides nas seivas da *Jatropha molíssima*.

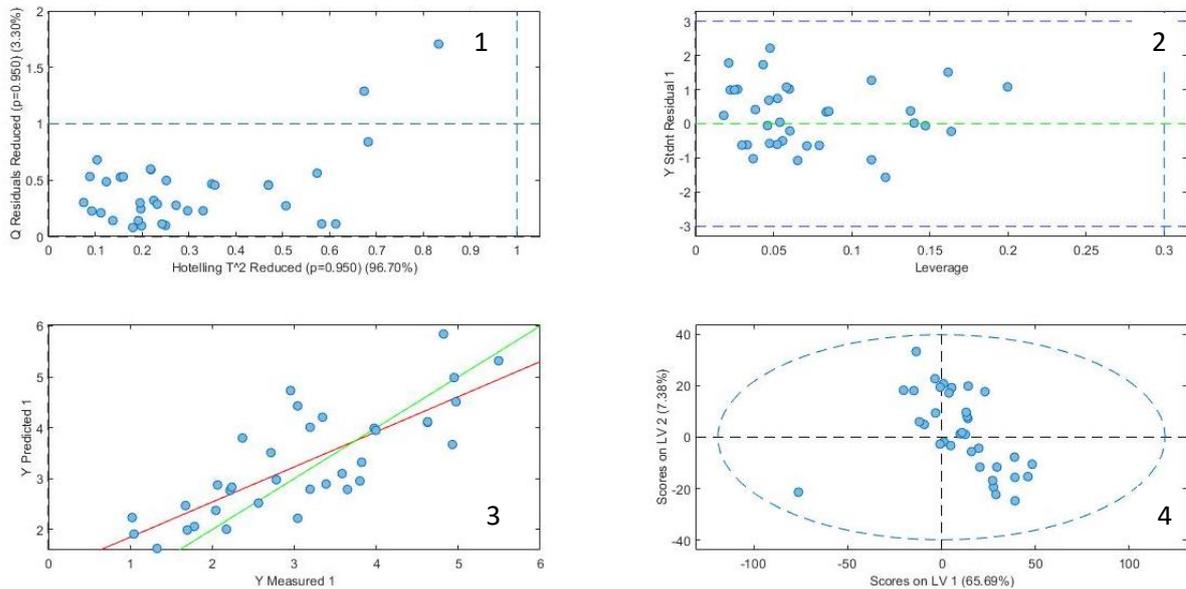
Para a construção do modelo para a quantificação de flavonoides nas seivas utilizando os espectros MIR (PLS-flav-MIR) o pré-processamento que apresentou melhor resultado foi a suavização com polinômio Savitzky-Golay com janela de 31 pontos e polinômio de 2ª ordem mais Correção de dispersão multiplicativa (MSC - Multiplicative Scatter Correction), sendo retirada do modelo três amostras que aparecem como outlier. Na figura 13 podemos visualizar o espectro após o pré-processamento e na figura 14 os gráficos das ferramentas de validação.

Figura 13 - Espectros MIR pré-processados para quantificação de flavonoides.



Fonte: Elaborada pelo autor, 2022.

Figura 14 - Ferramentas de validação para o modelo PLS-flav-MIR.

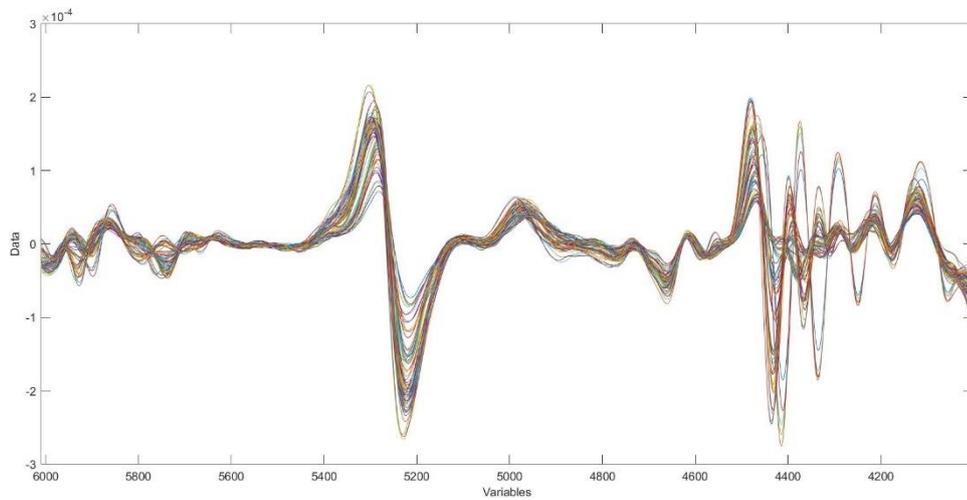


Fonte: Elaborada pelo autor, 2022.

Na figura 14 o gráfico T² de Hotelling vs Q residual (1) não apresenta amostras anômalas, ou seja, amostras com alto resíduo e alta influência, o que é confirmado pelo gráfico de leverage (2). No gráfico de scores (4), todas as amostras se encontram dentro da elipse de confiança. O gráfico 14 - 3 mostra os valores medidos vs os valores preditos para a concentração de flavonoides nas amostras estudadas.

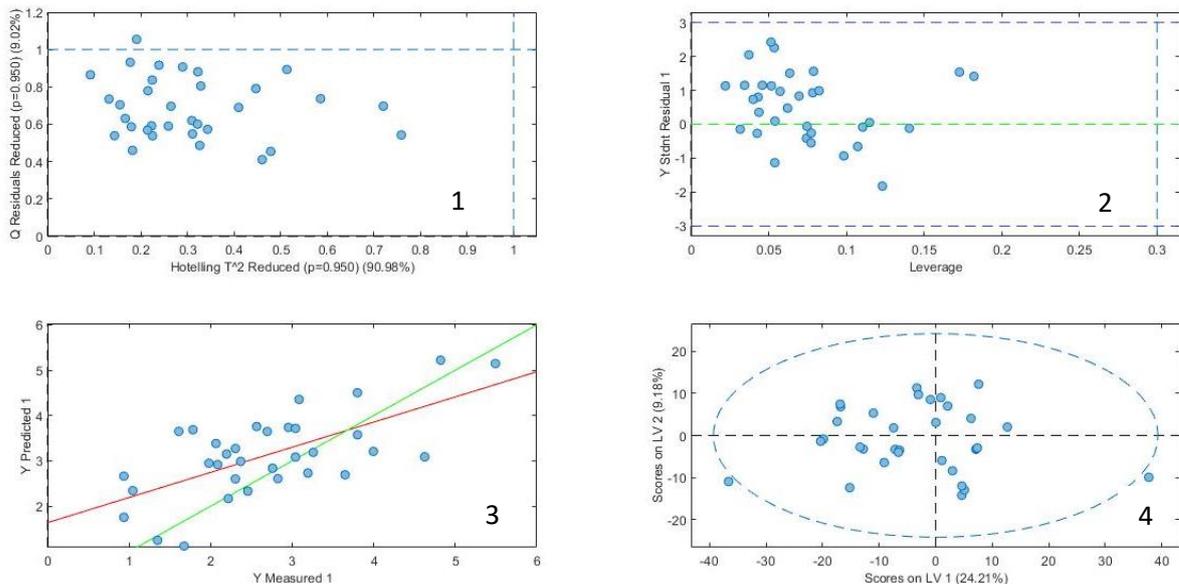
Já para o modelo construído com os espectros no infravermelho próximo (PLS-flav-NIR), o melhor pré-processamento foi a 2^a derivada com polinômio de ordem 2 e janela de 31 pontos, sendo identificada e excluída do modelo uma área ruidosa entre 8000 e 6010cm⁻¹ e 5 amostras que foram identificadas como outliers. Na figura 15 podemos visualizar o espectro após o pré-processamento e na figura 16 os gráficos das ferramentas de validação.

Figura 15 - Espectros NIR pré-processados para quantificação de flavonoides.



Fonte: Elaborada pelo autor, 2022.

Figura 16 - Ferramentas de validação para o modelo PLS-flav-NIR.



Fonte: Elaborada pelo autor, 2022.

Na figura 16 o gráfico T^2 de Hotelling vs Q residual (1) não indica amostras anômalas, ou seja, com valores altos de T^2 de Hotelling e Q residual de forma simultânea, o que é confirmado pelo gráfico de leverage (2), onde todas as amostras estão dentro dos limiares aceitáveis. O gráfico de scores (4), indica que duas amostras estão fora da elipse de confiança, porém, ao retirá-las do modelo não foram obtidos melhores resultados, com isso foram mantidas. O gráfico 16 - 3 mostram os valores medidos vs os valores preditos.

Os modelos foram construídos e validados de acordo com as ferramentas apresentadas nos gráficos da figura 14 e 16. A performance dos modelos para quantificação de flavonoides foi avaliada de acordo com a sua capacidade preditiva representada pelas figuras de mérito listadas na tabela 1, que compara os modelos construídos com os espectros MIR e NIR brutos e pré-processados.

Tabela 1 - Figuras de mérito para os modelos PLS-flav-MIR e PLS-flav-NIR

Metabólito		Dados Brutos	Dados Pré-processados
Flavonoides (MIR)	RMSEC ($\mu\text{g.mL}^{-1}$)	0,6408 (20,0%)	0,7618 (23,2%)
	RMSEV ($\mu\text{g.mL}^{-1}$)	0,8034 (25,0%)	1,0943 (33,3%)
	RMSEP ($\mu\text{g.mL}^{-1}$)	0,8180 (26,1%)	0,7593 (25,0%)
	r^2 (calibração)	0,806	0,72
	r^2 (predição)	0,617	0,62
	VL	7	7
	Bias de predição ($\mu\text{g.mL}^{-1}$)	0,2887	0,1937
Flavonoides (NIR)	RMSEC ($\mu\text{g.mL}^{-1}$)	1,3434 (41,1%)	0,8006 (24,5%)
	RMSEV ($\mu\text{g.mL}^{-1}$)	1,4379 (43,9%)	1,3153 (40,0%)
	RMSEP ($\mu\text{g.mL}^{-1}$)	1,3088 (43,2%)	0,9400 (31,0%)
	r^2 (calibração)	0,139	0,694
	r^2 (predição)	0,072	0,434
	VL	4	7
	Bias de predição ($\mu\text{g.mL}^{-1}$)	0,0789	0,4372

Fonte: Elaborada pelo autor, 2022.

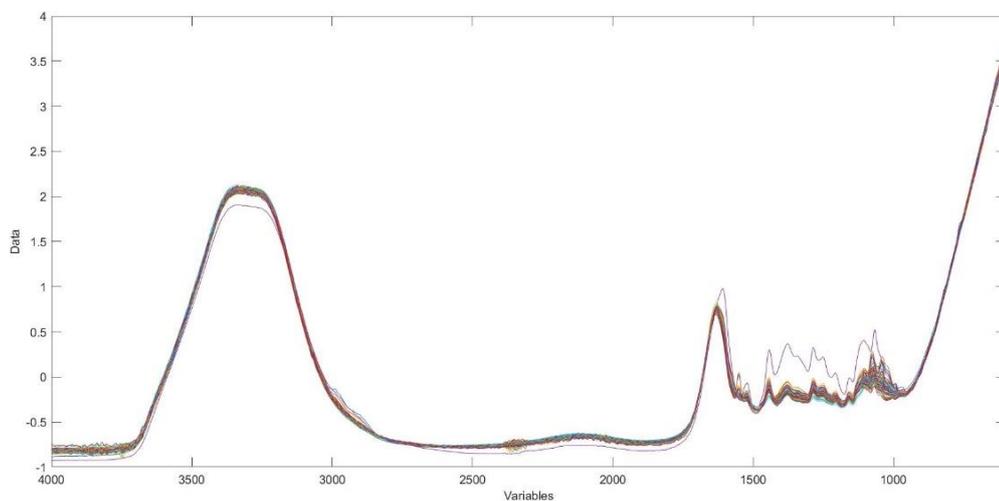
Comparando os dados MIR e NIR é possível observar que os modelos construídos com os dados espectrais no infravermelho médio apresentam uma melhor performance preditiva, em comparação com os dados no infravermelho próximo, apresentando RMSEC de 23,2%; RMSEP 33,3% e $r^{2\text{pred}}$ igual a 0,62. Os resultados obtidos a partir dos espectros NIR foram ligeiramente superiores, apresentando RMSEP igual a 31% e r^2 de predição 0,43. Os valores de RMSE encontrados nesse trabalho estão de acordo com os encontrados para flavonoides em

baixa concentração na pesquisa de Souza et al. (2017), no qual o RMSEP calculado foi de 22 a 32% para amostras com teores entre 1,5 a 9,0 mg g⁻¹. No presente trabalho, a faixa de concentrações para flavonoides foi de 0,91 ± 0,14 a 6,94 ± 0,45 µg.mL⁻¹, como discutido anteriormente. A quantidade de variáveis latentes (VL) utilizadas para a construção de ambos os modelos está relacionada a natureza complexa da amostra.

5.4.2 *Quantificação multivariada de taninos nas seivas da Jatropha molissima.*

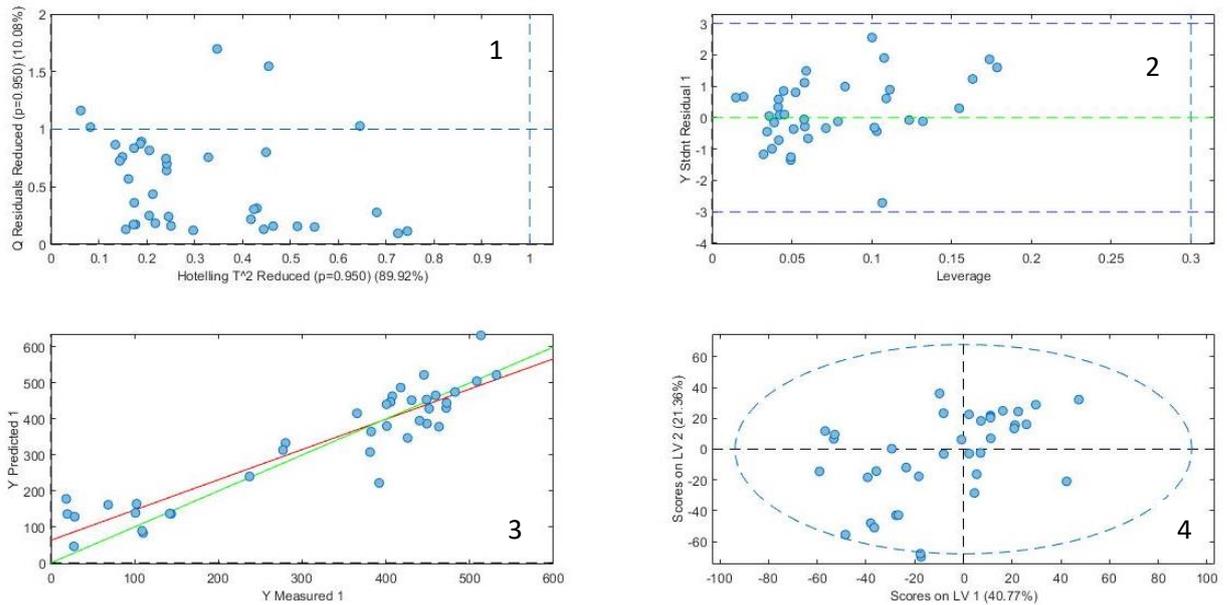
Para o modelo destinado a quantificação de taninos utilizando os espectros MIR (PLS-tan-MIR), o pré-processamento que apresentou melhor resultado foi suavização com polinômio Savitzky-Golay com janela de 15 pontos e polinômio de 2^a ordem mais normalização por escala de variação normal padrão (SNV). Na figura 17 podemos visualizar o espectro após o pré-processamento e na figura 18 os gráficos das ferramentas de validação. No anexo C encontram-se alguns pré-processamentos testados para construção do modelo PLS para taninos.

Figura 17 - Espectros MIR pré-processamentos para quantificação de taninos.



Fonte: Elaborada pelo autor, 2022.

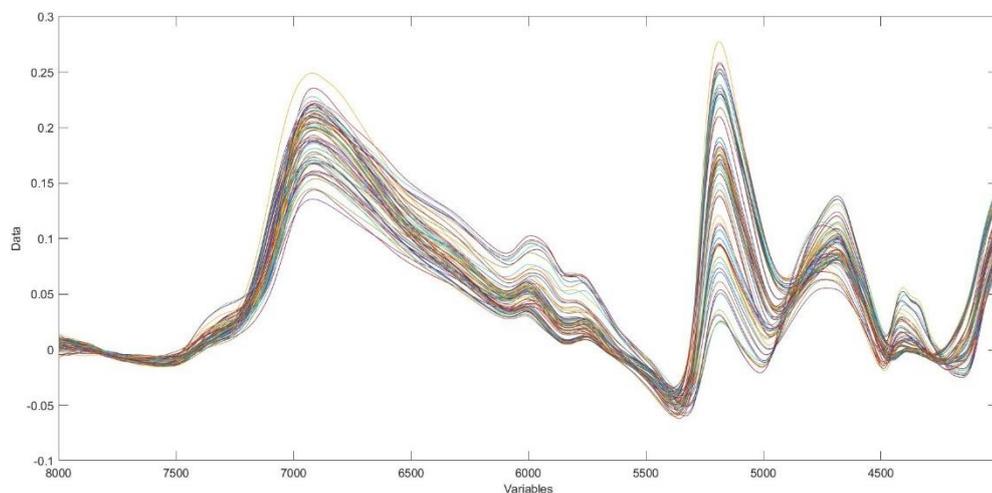
Figura 18 - Ferramentas de validação para o modelo PLS-tan-MIR.



Fonte: Elaborada pelo autor, 2022.

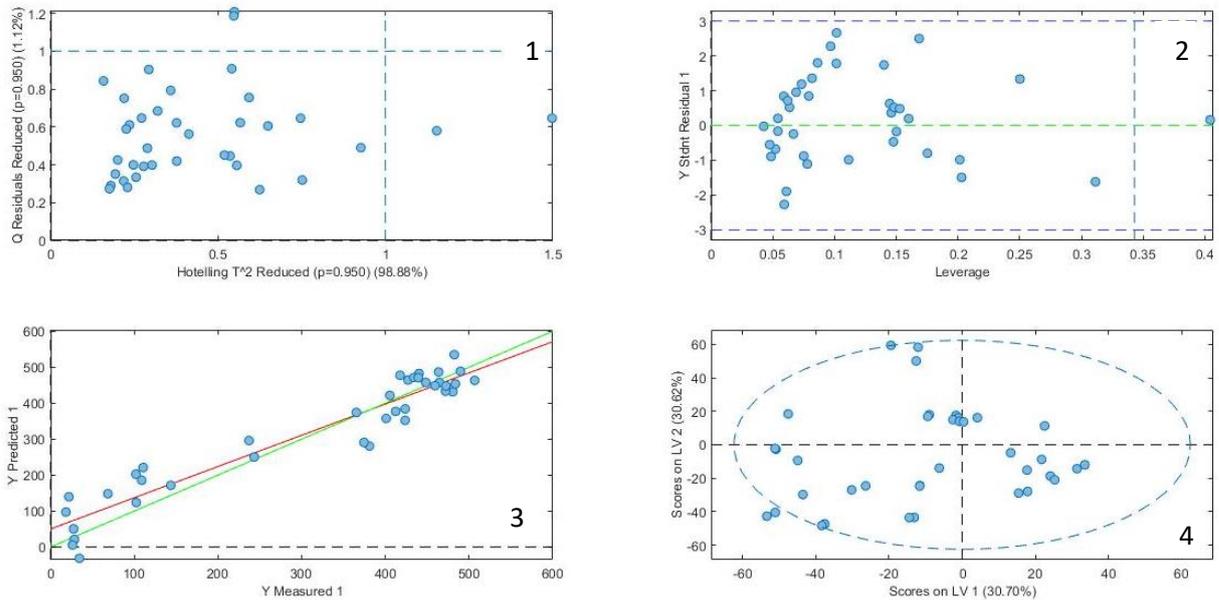
Para o modelo construído com os espectros no infravermelho próximo (PLS-tan_NIR), um dos processamentos que se destacou a foi suavização com polinômio Savitzky-Golay com janela de 31 pontos e polinômio de 1^a ordem, seguido de correção da linha de base por mínimos quadrados ponderados automaticamente, ordem=2 (Automatic Weighted Least Squares, order=2). Na figura 19 podemos visualizar o espectro após o pré-processamento e na figura 20 os gráficos das ferramentas de validação.

Figura 19 - Espectros NIR pré-processados para quantificação de taninos.



Fonte: Elaborada pelo autor, 2022.

Figura 20 - Ferramentas de validação para o modelo PLS-tan-NIR.



Fonte: Elaborada pelo autor, 2022.

Os modelos construídos no MIR e NIR para taninos não apresentaram amostras anômalas, conforme observado nos gráficos de T^2 de Hotelling vs Q residual representando nas figuras 18-1 e 20-1. Também podemos confirmar a inexistência de amostras com alto resíduo e alta influência de forma simultânea nos gráficos de leverage, indicado nas figuras 18-2 e 20-2. Em ambos os gráficos de scores (figura 18-4 e figura 20-4) podem ser observados duas amostras fora do limite da elipse de confiança, porém como em nenhum dos gráficos foi constatado a presença de outliers, as amostras não foram retiradas do modelo. Os gráficos 18-3 e 20-3 mostram os valores medidos vs os valores preditos.

Na tabela 2 é possível visualizar as figuras de mérito para os modelos construídos no MIR e NIR para quantificação de taninos. Nela é avaliada a performance dos modelos de acordo com a sua capacidade preditiva representada pelas figuras de mérito, na qual se tem a comparação entre os modelos construídos com os espectros brutos e pré-processados no MIR e NIR. Os modelos foram construídos e validados de acordo com as ferramentas apresentadas nos gráficos das figuras 18 e 20.

Tabela 2 - Figuras de mérito para os modelos PLS-tan-MIR e PLS-tan-NIR.

Metabólito		Dados Brutos	Dados Pré-processados
Taninos (MIR)	RMSEC ($\mu\text{g.mL}^{-1}$)	63,7285 (16,42%)	59,3707 (15,3%)
	RMSEV ($\mu\text{g.mL}^{-1}$)	89,4305 (23,05%)	88,9332 (23%)
	RMSEP ($\mu\text{g.mL}^{-1}$)	63,9474 (19,9%)	64,973 (21%)
	r^2 (calibração)	0,814	0,838
	r^2 (predição)	0,861	0,854
	VL	7	7
	Bias de predição ($\mu\text{g.mL}^{-1}$)	13,20	11,72
Taninos (NIR)	RMSEC ($\mu\text{g.mL}^{-1}$)	69,6752 (17,7%)	41,651 (10,6%)
	RMSEV ($\mu\text{g.mL}^{-1}$)	80,9433 (20,6%)	59,780 (15,2%)
	RMSEP ($\mu\text{g.mL}^{-1}$)	80,0187 (25,7%)	54,280 (17,4%)
	r^2 (calibração)	0,747	0,910
	r^2 (predição)	0,832	0,910
	VL	5	7
	Bias de predição ($\mu\text{g.mL}^{-1}$)	28,0366	9,1634

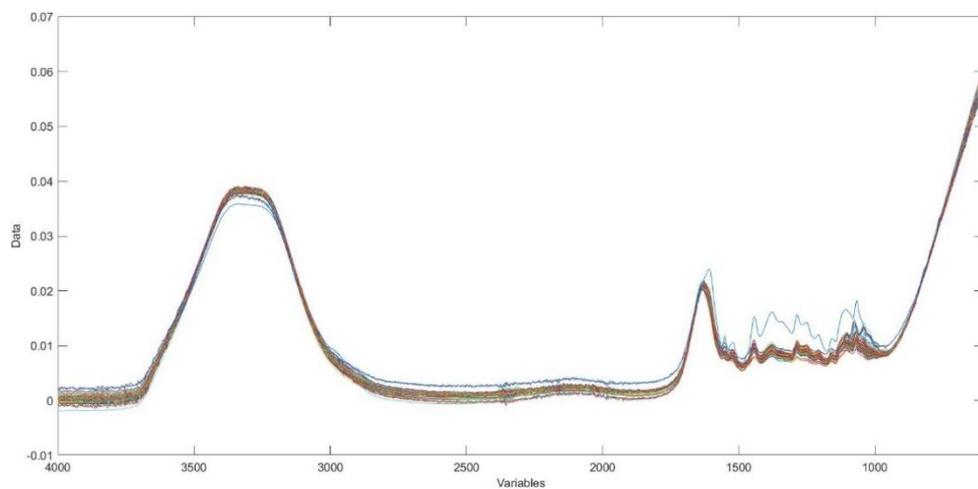
Fonte: Elaborada pelo autor, 2022.

A partir dos dados apresentados na tabela 2, podemos afirmar o modelo construído a partir dos dados espectrais NIR apresenta uma capacidade preditiva superior ao construído com os dados MIR. O modelo construído a partir dos espectros no infravermelho médio apresenta r^2 de calibração e predição maiores que 0,8, com erro quadrático médio de calibração e de predição de 15,3% e 21% respectivamente, da concentração de taninos nas amostras. Em relação ao modelo construído a partir dos dados espectrais NIR foram observados, r^2 de calibração e predição igual a 0,91, RMSEC 10,6% e RMSEP de 17,4%. A faixa de concentração de taninos utilizada neste trabalho foi de $18,39 \pm 14,26$ a $597,52 \pm 5,18 \mu\text{g.mL}^{-1}$. Os RMSEP obtidos neste trabalho são superiores aos encontrados para a determinação de taninos em uvas por Fragoso et al. (2011).

5.4.3 Quantificação multivariada de fenóis totais nas seivas da *Jatropha molissima*.

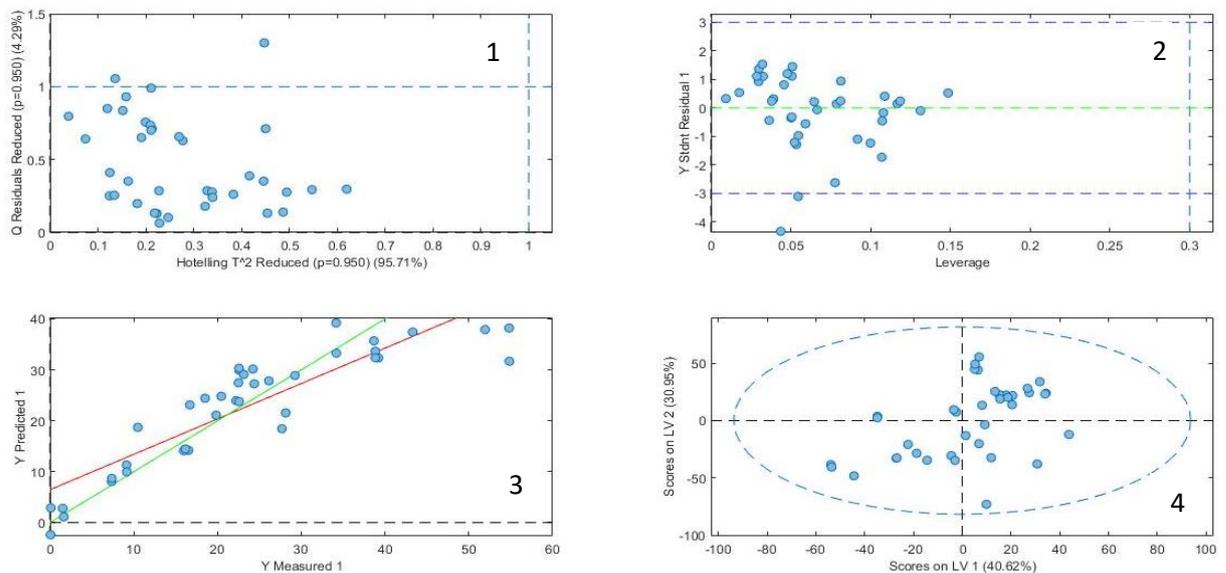
Para o modelo construído com os espectros MIR (PLS-fen-MIR) um dos pré-processamentos que se destacou foi a normalização para o comprimento da unidade (2 norm, comprimento =1). Na figura 21 podemos visualizar o espectro após o pré-processamento e na figura 22 os gráficos das ferramentas de validação. No anexo C encontram-se alguns pré-processamentos testados para construção do modelo PLS para polifenóis.

Figura 21 - Espectros MIR pré-processados para quantificação de polifenóis.



Fonte: Elaborada pelo autor, 2022.

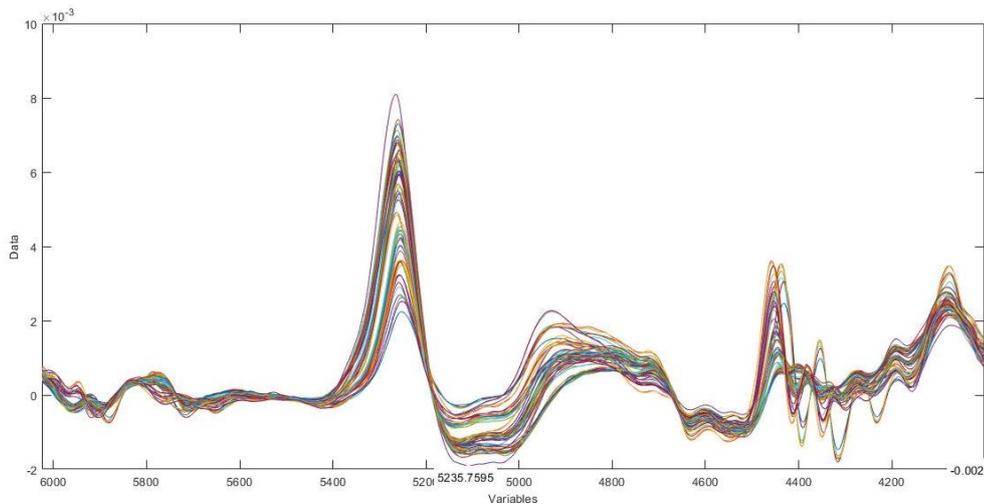
Figura 22 - Ferramentas de validação para o modelo PLS-fen-MIR.



Fonte: Elaborada pelo autor, 2022.

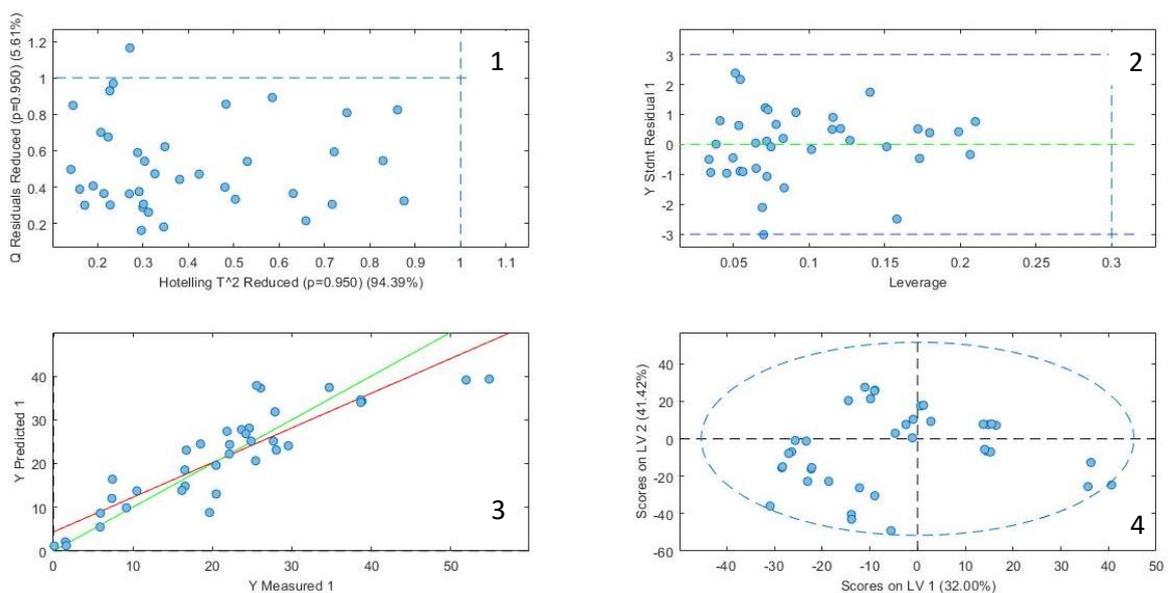
Já para o modelo construído com os dados NIR (PLS-fen-NIR) um dos processamentos que se destacou foi o uso da 1ª derivada utilizando um polinômio de ordem 1 e janela de 15 pontos, sendo retirado do modelo a área entre 8000 e 6020 cm^{-1} por apresentar alto ruído. Na figura 23 podemos visualizar o espectro após o pré-processamento e na figura 24 os gráficos das ferramentas de validação.

Figura 23 - Espectros NIR pré-processados para quantificação de polifenóis.



Fonte: Elaborada pelo autor, 2022.

Figura 24 - Ferramentas de validação para o modelo PLS-fen-NIR.



Fonte: Elaborada pelo autor, 2022.

Nas figuras 22-1 e 24-1 são apresentados os gráficos de T2 de Hotelling vs Q residual para polifenóis. A partir destas podemos afirmar que não há amostras anômalas, ou seja com altos valores de T2 de hotellin e Q residual de forma simultânea. O que é confirmado pelo gráfico de leverage (22-2 e 24-2), onde todas as amostras estão dentro dos limiares aceitáveis e pelo gráfico 22-4 e 24-4, onde todas as amostras se encontram dentro da elipse de confiança. Os gráficos 22-3 e 24-3 mostram os valores medidos vs os valores previstos.

Na tabela 3 encontram-se as figuras de mérito para os modelos construídos, como também, são apresentados os valores dos dados brutos e comparados com os dados pré-processados. A performance do modelo foi avaliada de acordo com sua capacidade preditiva representada pelas figuras de mérito. Os modelos foram construídos e validados de acordo com as ferramentas apresentadas nos gráficos das figuras 22 e 24.

Tabela 3 - Figuras de mérito para os modelos PLS-fen-MIR e PLS-fen-NIR.

Metabólito		Dados Brutos	Dados Pré-processados
Polifenóis (MIR)	RMSEC ($\mu\text{g.mL}^{-1}$)	6,2858 (27,2%)	5,080 (22,0%)
	RMSEV ($\mu\text{g.mL}^{-1}$)	7,6805 (33,3%)	6,9905 (30,0%)
	RMSEP ($\mu\text{g.mL}^{-1}$)	7,3225 (31,0%)	6,7838 (28,7%)
	r^2 (calibração)	0,702	0,806
	r^2 (predição)	0,773	0,791
	VL	5	7
	Bias de predição ($\mu\text{g.mL}^{-1}$)	-0,45179	-0,72198
Polifenóis (NIR)	RMSEC ($\mu\text{g.mL}^{-1}$)	8,521 (34,9%)	4,8898 (20,0%)
	RMSEV ($\mu\text{g.mL}^{-1}$)	9,4814 (38,9%)	8,4042 (34,5%)
	RMSEP ($\mu\text{g.mL}^{-1}$)	8,0769 (38,0%)	5,8728 (27,6%)
	r^2 (calibração)	0,517	0,841
	r^2 (predição)	0,611	0,794
	VL	4	7
	Bias de predição ($\mu\text{g.mL}^{-1}$)	-0,17916	-0,0511

Fonte: Elaborada pelo autor, 2022.

Os modelos construídos com base nos espectros NIR pré-processados mostram uma melhora significativa dos resultados quando comparados com os dados brutos, tendo r^2 de calibração 0,8410; predição 0,7940; RMSEC e RMSEP de aproximadamente 20% e 28%, respectivamente. O modelo construído utilizando os espectros MIR pre-processados apresenta r^2 de calibração e predição de 0,8060 e 0,7910 respectivamente, RMSEC 22% e RMSEP 29%. Para ambos os modelos foram usadas 7 variáveis latentes para sua construção. A faixa de concentração de polifenóis utilizada no presente trabalho foi de $0,03 \pm 0,48$ a $55,17 \pm 0,34$ $\mu\text{g},\text{mL}^{-1}$.

A tabela 4 traz o resumo das figuras de mérito dos modelos PLS construídos com os espectros MIR e NIR para os metabólitos estudados. Para o metabólito flavonoide o modelo que apresentou o menor RMSEP foi o PLS-fla-MIR. Já para taninos e fenóis totais os modelos construídos com os espectros NIR (PLS-tan-NIR e PLS-fen-NIR) apresentaram as melhores capacidades preditivas. Todos os modelos utilizaram 7 variáveis latentes para sua construção e tem capacidade preditiva comparável em termos de erro de predição.

Os resultados obtidos indicam semelhanças com os obtidos na literatura para quantificação de taninos, flavonoides e polifenóis utilizando espectros infravermelho e calibração multivariada. Mesmo que não tenham sido aplicados para o mesmo tipo de amostra.

Tabela 4 - Figuras de mérito dos modelos PLS – MIR e NIR para taninos, flavonoides e polifenóis

	flavMIR PLS-fla-MIR		flavNIR PLS-fla-NIR		taninosMIR PLS-tan-MIR		taninosNIR PLS-tan-NIR		polifenóisMIR PLS-fen-MIR		polifenóisNIR PLS-fen-NIR	
	Dados Brutos	Dados Pré-processados	Dados Brutos	Dados Pré-processados	Dados Brutos	Dados Pré-processados	Dados Brutos	Dados Pré-processados	Dados Brutos	Dados Pré-processados	Dados Brutos	Dados Pré-processados
RMSEC	0,6408	0,7618	1,3434	0,8006	63,7285	59,3707	69,6752	41,651	6,2285	5,08	8,521	4,8898
RMSEV	0,8034	1,094	1,4379	1,3153	89,4305	88,9332	80,9433	59,7806	7,6680	6,9905	9,4481	8,4042
RMSEP	0,8180	0,7593	1,3088	0,9400	63,9474	64,973	80,0187	54,280	7,3322	6,7838	8,0076	5,8728
r^{2cal}	0,806	0,72	0,139	0,694	0,814	0,838	0,747	0,910	0,702	0,806	0,517	0,841
r^{2pred}	0,617	0,62	0,072	0,434	0,861	0,854	0,832	0,910	0,773	0,791	0,611	0,794
VL	7	7	4	7	7	7	5	7	5	7	4	7

Fonte: Elaborada pelo autor, 2022.

6 CONCLUSÕES

A concentração dos metabólitos analisados, taninos, flavonoides e polifenóis totais, nas seivas de *Jatropha mollissima* variou de acordo com a região de coleta. Notou-se que a região C tendeu a apresentar os menores teores de taninos e polifenóis totais para a maioria dos meses estudados, fato que pode estar ligado as condições climáticas e geográficas da região, tendo em vista que durante o período de estudo o município de Cacimba de Areia apresentou diferenças expressivas tanto nos índices pluviométricos como também nos índices de temperatura, além disso é a única inserida na região do sertão paraibano. Em relação a flavonoides, notou-se perfis similares entre as regiões, sendo os maiores teores registrados em dezembro de 2020 (para a região A) e setembro 2021 (para a região C).

A análise dos espectros NIR e MIR mostram a presença de bandas de absorção entre 7000 e 4100 cm^{-1} , e 4000 a 600 cm^{-1} respectivamente, que indicam a presença de compostos orgânicos, como fenólicos, flavonoides e taninos. Além disso, pode-se observar perfis espectrais similares entre as amostras de cada região coletada em cada mês.

Não foram encontrados na literatura pesquisas que indicassem a quantificação de polifenóis, flavonoides e taninos, utilizando a espectroscopia no infravermelho e calibração multivariada para a espécie *Jatropha mollissima*. Devido a isso, as figuras de mérito (RMSEC, RMSEP e r^2) foram comparadas com pesquisas desenvolvidas para outras espécies.

Para flavonoides a melhor capacidade preditiva foi atingida pelo modelo construído com os dados MIR (RMSEP=23%) e foram comparáveis com os obtidos na literatura.

Para taninos e fenóis os melhores modelos foram construídos com os dados NIR, que foram ligeiramente superiores aos obtidos na literatura.

Em relação ao método proposto para a quantificação destes metabólitos, podemos afirmar que o uso da espectroscopia aliada a métodos quimiométricos de calibração multivariada apresenta-se como uma alternativa aos métodos convencionais utilizados na determinação dos bioativos, apresentando qualidades como por exemplo, a análise direta na seiva bruta, diminuição do uso de reagentes químicos e padrões analíticos, rapidez e precisão. No entanto, devido à complexidade das amostras os erros obtidos foram em geral superiores a 10%.

REFERÊNCIAS

- ABDI, Hervé. Partial least square regression (PLS regression). **Encyclopedia for research methods for the social sciences**, v. 6, n. 4, p. 792-795, 2003.
- AENUGU, Hari Prasad Reddy et al. Near infra red spectroscopy-an overview. **International Journal of ChemTech Research**, v. 3, n. 2, p. 825-836, 2011.
- AESA - **Agência Executiva de Gestão das Águas do Estado da Paraíba** –. Precipitação máxima dos municípios 01/11/2020 – 30/10/2021. Disponível em:<
<http://www.aesa.pb.gov.br/aesa-website/meteorologia-chuvas/?formdate=2022-01-31&produto=municipio&periodo=personalizado>> Acesso em: 14/01/2022
- ALARA, Oluwaseun Ruth; ABDURAHMAN, Nour Hamid; UKAEGBU, Chinonso Ishamel. Extraction of phenolic compounds: a review. **Current Research in Food Science**, 2021.
- ALMEIDA, Valber Elias de. **Algoritmo das projeções sucessivas associado ao Kernel-PLS para calibração multivariada não linear**. 2017. Dissertação de mestrado. Universidade Federal da Paraíba.
- ALMUTAIRI, Meshari Saad; ALI, Muhammad. Detecção direta de saponinas em extratos brutos de nozes-sabão por FTIR. **Pesquisa de produtos naturais**, v. 29, n. 13, pág. 1271-1275, 2015.
- ARKAN, Elham et al. Validated QSAR analysis of some diaryl substituted pyrazoles as CCR2 inhibitors by various linear and nonlinear multivariate chemometrics methods. **European journal of medicinal chemistry**, v. 45, n. 8, p. 3394-3406, 2010.
- ARORA, Sumit; ITANKAR, Prakash. Extraction, isolation and identification of flavonoid from *Chenopodium album* aerial parts. **Journal of traditional and complementary medicine**, v. 8, n. 4, p. 476-482, 2018.
- ASHRAFI, Mohsen et al. Effect of drought stress on metabolite adjustments in drought tolerant and sensitive thyme. **Plant Physiology and Biochemistry**, v. 132, p. 391-399, 2018.
- ATANASOV, Atanas G. et al. Descoberta e reabastecimento de produtos naturais derivados de plantas farmacologicamente ativos: Uma revisão. **Avanços da biotecnologia**, v. 33, n. 8, pág. 1582-1614, 2015.
- AUGUSTIN, Jörg M. et al. Molecular activities, biosynthesis and evolution of triterpenoid saponins. **Phytochemistry**, v. 72, n. 6, p. 435-457, 2011.
- BABAHMAD, Rachid Ait et al. Chemical composition of essential oil of *Jatropha curcas* L. leaves and its antioxidant and antimicrobial activities. **Industrial crops and products**, v. 121, p. 405-410, 2018.
- BACH, A. et al. The importance of applied light quality on the process of shoot organogenesis and production of phenolics and carbohydrates in *Lachenalia* sp. cultures in vitro. **South African Journal of Botany**, v. 114, p. 14-19, 2018.

BALASUNDRAM, Nagendran; SUNDRAM, Kalyana; SAMMAN, Samir. Phenolic compounds in plants and agri-industrial by-products: Antioxidant activity, occurrence, and potential uses. *Food chemistry*, v. 99, n. 1, p. 191-203, 2006.

BERRUETA, Luis A.; ALONSO-SALCES, Rosa M.; HÉBERGER, Károly. Supervised pattern recognition in food analysis. *Journal of chromatography A*, v. 1158, n. 1-2, p. 196-214, 2007.

BOOKSH, Karl S.; KOWALSKI, Bruce R. Theory of analytical chemistry. *Analytical Chemistry*, v. 66, n. 15, p. 782A-791A, 1994.

BORBA, Ana; GÓMEZ-ZAVAGLIA, Andrea. Infrared spectroscopy: an underexploited analytical tool for assessing physico-chemical properties of food products and processing. *Current Opinion in Food Science*. 2022. Disponível em <https://doi.org/10.1016/j.cofs.2022.100953>

BOURGAUD, Frederic et al. Production of plant secondary metabolites: a historical perspective. *Plant science*, v. 161, n. 5, p. 839-851, 2001.

BRAQUEHAIS, I. D. et al. Estudo preliminar toxicológico, antibacteriano e fitoquímico do extrato etanólico das folhas de *Jatropha mollissima* (Pohl) Baill.(pinhão-bravo, Euphorbiaceae), coletada no Município de Tauá, Ceará, Nordeste Brasileiro. *Revista Brasileira de Plantas Mediciniais*, v. 18, p. 582-587, 2016.

CALABRIA, D. et al. based smartphone chemosensor for reflectometric on-site total polyphenols quantification in olive oil. *Sensors and Actuators B: Chemical*, v. 305, p. 127522, 2020.

CALEGARI, Matheus Augusto. **Espectroscopia na região do infravermelho próximo (NIR) e calibração multivariada: desenvolvimento de modelos PLS para a determinação da atividade antioxidante em amostras de própolis**. 2018. Dissertação de Mestrado. Universidade Tecnológica Federal do Paraná.

CAMPO FERNÁNDEZ, Mercedes; CUESTA RUBIO, Osmany; MÁRQUEZ HERNÁNDEZ, Ingrid. Introducción a la caracterización estructural de flavonoides. 2015.

CANUTO, Gisele AB et al. Metabolômica: definições, estado-da-arte e aplicações representativas. *Química Nova*, v. 41, n. 1, p. 75-91, 2018.

CARBAS, Bruna et al. Comparison of near-infrared (NIR) and mid-infrared (MIR) spectroscopy for the determination of nutritional and antinutritional parameters in common beans. *Food chemistry*, v. 306, p. 125509, 2020.

CARTAYA, O.; REYNALDO, I. Flavonoids: Chemical characteristics and applications. *Cult Trop*, v. 22, n. 2, p. 5-14, 2001.

CARVALHO, Débora Gonçalves et al. Analysis of total phenolic compounds and caffeine in teas using variable selection approach with two-dimensional fluorescence and infrared spectroscopy. **Microchemical Journal**, v. 169, p. 106570, 2021.

ÇATALTAŞ, Özcan; TUTUNCU, Kemal. A Review of Data Analysis Techniques Used in Near-Infrared Spectroscopy. **Avrupa Bilim ve Teknoloji Dergisi**, n. 25, p. 475-484, 2021

CAVALCANTE, Noelly Bastos; SANTOS, Alan Diego da Conceição; ALMEIDA, Jackson Roberto Guedes da Silva. The genus *Jatropha* (Euphorbiaceae): A review on secondary chemical metabolites and biological aspects. **Chemico-biological interactions**, v. 318, p. 108976, 2020.

CHEYNIER, Véronique. Phenolic compounds: from plants to foods. **Phytochemistry reviews**, v. 11, n. 2, p. 153-177, 2012.

CHOWDHURY, S. Paul et al. Molecular diversity of tannic acid degrading bacteria isolated from tannery soil. **Journal of applied microbiology**, v. 97, n. 6, p. 1210-1219, 2004.

Climate-data.org. TEMPERATURAS E PRECIPITAÇÕES MÉDIAS: Disponível em: <<https://pt.climate-data.org/america-do-sul/brasil/paraiba>> Acesso em: 10 de Janeiro de 2022.

COOK, R. Dennis; FORZANI, Liliana. PLS regression algorithms in the presence of nonlinearity. **Chemometrics and Intelligent Laboratory Systems**, v. 213, p. 104307, 2021.

CORDEIRO, I., SECCO, R. 2015. *Jatropha* in **Lista de Espécies da Flora do Brasil**. Jardim Botânico do Rio de Janeiro. Disponível em: <<http://floradobrasil.jbrj.gov.br/jabot/floradobrasil/FB17582>> Acesso em 20 de novembro de 2021

CPRM - Serviço Geológico do Brasil Projeto cadastro de fontes de abastecimento por água subterrânea. **Diagnóstico do município de Boa Vista, estado da Paraíba**/ Organizado [por] João de Castro Mascarenhas, Breno Augusto Beltrão, Luiz Carlos de Souza Junior, Franklin de Moraes, Vanildo Almeida Mendes, Jorge Luiz Fortunato de Miranda. Recife: CPRM/PRODEEM, 2005.

DALIPI, Rogerta et al. Elemental analysis of teas, herbs and their infusions by means of total reflection X-ray fluorescence. **Journal of Food Composition and Analysis**, v. 67, p. 128-134, 2018.

DAMASCENO, Deangelis et al. Análise multivariada de imagens na química: um experimento para determinação do pH de águas potáveis. **Química Nova**, v. 38, p. 836-841, 2015.

DAS, Atanu Kumar et al. Review on tannins: Extraction processes, applications and possibilities. **South African Journal of Botany**, v. 135, p. 58-70, 2020.

- DAS, Kreeti; PRAVEEN, Prashant; LOH, Kai-Chee. Importance of uniform distribution of impregnated trioctylphosphine oxide in hollow fiber membranes for simultaneous extraction/stripping of phenol. **Chemical engineering journal**, v. 308, p. 727-737, 2017.
- DE ABREU, Ilka Nacif; MAZZAFERA, Paulo. Effect of water and temperature stress on the content of active constituents of *Hypericum brasiliense* Choisy. **Plant Physiology and Biochemistry**, v. 43, n. 3, p. 241-248, 2005.
- DE BRITO, Annelisa Arruda et al. Non-destructive determination of color, titratable acidity, and dry matter in intact tomatoes using a portable Vis-NIR spectrometer. **Journal of Food Composition and Analysis**, v. 107, p. 104288, 2022.
- DE MAGALHÃES, Bárbara Elizabeth Alves et al. Determination of phenolic composition of oilseed whole flours by HPLC-DAD with evaluation using chemometric analyses. **Microchemical Journal**, v. 155, p. 104683, 2020.
- DE QUEIROZ NETO, Rafael Fernandes et al. The *Jatropha mollissima* (Pohl) Baill: chemical and pharmacological activities of the latex and its extracts. **Semina: Ciências Agrárias**, v. 40, n. 6, p. 2613-2624, 2019.
- DE SOUZA, Danilo Diego; CAVALCANTE, Noelly Bastos. Biometria de frutos e sementes de *Jatropha mollissima* (Pohl) Baill.(Euphorbiaceae). **Acta Biológica Catarinense**, v. 6, n. 2, p. 115-122, 2019.
- DIAS, W. L. F. et al. Cytogenotoxic effect, phytochemical screening and antioxidant potential of *Jatropha mollissima* (Pohl) Baill leaves. **South African Journal of Botany**, v. 123, p. 30-35, 2019.
- DOS SANTOS, Claudiana Moura et al. Seasonal variations of photosynthesis, gas exchange, quantum efficiency of photosystem II and biochemical responses of *Jatropha curcas* L. grown in semi-humid and semi-arid areas subject to water stress. **Industrial Crops and Products**, v. 41, p. 203-213, 2013.
- DUAN, Yishan et al. Analysis of total phenol, flavonoid content and antioxidant activity of various extraction solvents extracts from onion (*Allium cepa* L.) peels. **Journal of the Korean Applied Science and Technology**, v. 32, n. 3, p. 418-426, 2015.
- DUBEY, Reetu; RAJHANS, Sanjukta; MANKAD, Archana U. Preliminary Phytochemical Screening, Quantitative Estimation of Total Phenolic and Flavonoid Content of *Jatropha gossypifolia* (L.). **Research Journal of Pharmacognosy and Phytochemistry**, v. 12, n. 2, p. 83-6, 2020.
- DYKES, Linda et al. Prediction of total phenols, condensed tannins, and 3-deoxyanthocyanidins in sorghum grain using near-infrared (NIR) spectroscopy. *Journal of cereal science*, v. 60, n. 1, p. 138-142, 2014.
- ESTEKI, M.; SHAHSAVARI, Z.; SIMAL-GANDARA, J. Use of spectroscopic methods in combination with linear discriminant analysis for authentication of food products. **Food Control**, v. 91, p. 100-112, 2018.

FÉLIX-SILVA, Juliana et al. Comparison of two *Jatropha* species (Euphorbiaceae) used popularly to treat snakebites in Northeastern Brazil: Chemical profile, inhibitory activity against *Bothrops erythromelas* venom and antibacterial activity. **Journal of ethnopharmacology**, v. 213, p. 12-20, 2018.

FERREIRA, Marcia Miguel Castro. **Quimiometria: conceitos, métodos e aplicações**. Editora da UNICAMP, 2015.

FORCHETTI, D. D. A. P. **Avaliação de adulteração em alimentos por espectroscopia de imagem na região do infravermelho próximo e tratamentos quimiométricos**. Universidade Estadual de Campinas. Instituto de Química., Campinas, v. Tese (doutorado), p. 105p, 2017

FRAGOSO, Sandra et al. Application of FT-MIR spectroscopy for fast control of red grape phenolic ripening. **Journal of agricultural and food chemistry**, v. 59, n. 6, p. 2175-2183, 2011.

FRIZON, Cátia NT et al. Determination of total phenolic compounds in yerba mate (*Ilex paraguariensis*) combining near infrared spectroscopy (NIR) and multivariate analysis. **LWT-Food Science and Technology**, v. 60, n. 2, p. 795-801, 2015.

FUKUSAKI, Eiichiro; KOBAYASHI, Akio. Plant metabolomics: potential for practical operation. **Journal of Bioscience and Bioengineering**, v. 100, n. 4, p. 347-354, 2005.

GALVAO, Roberto Kawakami Harrop et al. A method for calibration and validation subset partitioning. **Talanta**, v. 67, n. 4, p. 736-740, 2005.

GARCIA, Dorival Pinheiro et al. Assessment of plant biomass for pellet production using multivariate statistics (PCA and HCA). **Renewable Energy**, v. 139, p. 796-805, 2019

GELADI, Paul. Chemometrics in spectroscopy. Part 1. Classical chemometrics. **Spectrochimica Acta Part B: Atomic Spectroscopy**, v. 58, n. 5, p. 767-782, 2003.

GELADI, Paul; KOWALSKI, Bruce R. Partial least-squares regression: a tutorial. **Analytica chimica acta**, v. 185, p. 1-17, 1986.

GIERSCHNER, Johannes et al. UV/Visible spectra of natural polyphenols: a time-dependent density functional theory study. **Food Chemistry**, v. 131, n. 1, p. 79-89, 2012.

GIRARD, M.; BEE, G. Invited review: Tannins as a potential alternative to antibiotics to prevent coliform diarrhea in weaned pigs. **Animal**, v. 14, n. 1, p. 95-107, 2020.

GOMES, A. A. **Algoritmo das projeções sucessivas à seleção de variáveis em regressão PLS**. 2012. 121f. Dissertação (Mestrado em Química) – Universidade Federal da Paraíba, João Pessoa. 2012.

GOMES, Jacyra Antunes dos Santos et al. Aqueous leaf extract of *Jatropha mollissima* (Pohl) bail decreases local effects induced by Bothropic venom. **BioMed research international**, v. 2016, 2016.

GRANGEIRO JÚNIOR, Severino. **Aplicação de métodos quimiométricos em análises de formas farmacêuticas sólidas lamivudina (3TC)+ Zidovudina (AZT) baseados na espectrofotometria de absorção na região do Ultravioleta e do infravermelho próximo**. 2011. Tese de Doutorado. Universidade Federal de Pernambuco

GRASEL, F. S.; FERRÃO, M. F. A rapid and non-invasive method for the classification of natural tannin extracts by near-infrared spectroscopy and PLS-DA. **Analytical Methods**, v. 8, n. 3, p. 644-649, 2016.

HAVSTEEN, Bent H. The biochemistry and medical significance of the flavonoids. **Pharmacology & therapeutics**, v. 96, n. 2-3, p. 67-202, 2002.

HAYAT, Jaadan et al. Phytochemical screening, polyphenols, flavonoids and tannin content, antioxidant activities and FTIR characterization of *Marrubium vulgare* L. from 2 different localities of Northeast of Morocco. **Heliyon**, v. 6, n. 11, p. e05609, 2020.

HÉBERGER, KÁROLY. Chemoinformatics—multivariate mathematical—statistical methods for data evaluation. In: **Medical Applications of Mass Spectrometry**. Elsevier, 2008. p. 141-169.

HERNÁNDEZ, Iker et al. How relevant are flavonoids as antioxidants in plants?. **Trends in plant science**, v. 14, n. 3, p. 125-132, 2009.

HODAEI, Mahboobeh et al. The effect of water stress on phytochemical accumulation, bioactive compounds and expression of key genes involved in flavonoid biosynthesis in *Chrysanthemum morifolium* L. **Industrial Crops and Products**, v. 120, p. 295-304, 2018.

HONG, Tao et al. Applications of infrared spectroscopy in polysaccharide structural analysis: Progress, challenge and perspective. **Food chemistry: X**, v. 12, p. 100168, 2021.

HONORÉ, Dezoumbe Donhai; BAYOI, James Ronald; DARMAN, Roger Djoulde. Quantitative Phytochemical Screening and In-vitro Antioxidant Activities of *Jatropha gossypifolia* L. Leaf Extracts Aiming Antimicrobial and Therapeutical Applications. **Journal of Natural Products and Resources**, v. 8, n.1 p. 284-288, 2022.

IBGE. Cidades, 2019. _____. **IBGE**. Panorama das cidades – Boa vista/PB. Disponível em: <www.ibge.gov.br>. Acesso em: 20 nov. 2021.

IBGE. Cidades, 2019. _____. **IBGE**. Panorama das cidades – Cacimba de Areia/PB. Disponível em: <www.ibge.gov.br>. Acesso em: 20 nov. 2021.

IBGE. Cidades, 2019. _____. **IBGE**. Panorama das cidades – Campina Grande/PB. Disponível em: <www.ibge.gov.br>. Acesso em: 20 nov. 2021.

- IBRAHIM, Mohd Hafiz; JAAFAR, Hawa ZE. Impact of elevated carbon dioxide on primary, secondary metabolites and antioxidant responses of *Eleais guineensis* Jacq.(Oil Palm) seedlings. **Molecules**, v. 17, n. 5, p. 5195-5211, 2012.
- IQBAL, Muhammad Omer et al. In vivo assessment of reversing Cisplatin-Induced nephrotoxicity using *Jatropha mollissima* crude extract and its potential cytotoxicity. **Saudi Journal of Biological Sciences**, 2021.
- IQBAL, Muhammad Omer; YAHYA, Esam Bashir. In vivo assessment of reversing aminoglycoside antibiotics nephrotoxicity using *Jatropha mollissima* crude extract. **Tissue and Cell**, v. 72, p. 101525, 2021.
- JAMLOKI, Abhishek et al. Elucidating the relevance of high temperature and elevated CO₂ in plant secondary metabolites (PSMs) production. **Heliyon**, v. 7, n. 8, p. e07709, 2021.
- JOGAWAT, Abhimanyu et al. Crosstalk between phytohormones and secondary metabolites in the drought stress tolerance of crop plants: a review. **Physiologia Plantarum**, v. 172, n. 2, p. 1106-1132, 2021.
- KHODABAKHSHIAN, Rasool; BAYATI, Mohammad Reza; EMADI, Bagher. An evaluation of IR spectroscopy for authentication of adulterated turmeric powder using pattern recognition. **Food Chemistry**, v. 364, p. 130406, 2021.
- KO, Hee Chul et al. Seasonal variations in the phenolic compounds and antioxidant activity of *Sasa quepaertensis*. **Industrial crops and products**, v. 122, p. 506-512, 2018.
- KUCHARSKA-AMBROŹEJ, Kamila; KARPINSKA, Joanna. The application of spectroscopic techniques in combination with chemometrics for detection adulteration of some herbs and spices. **Microchemical Journal**, v. 153, p. 104278, 2020.
- KUMARI, Rashmi et al. Influence of seasonal variation on phenolic composition and antioxidant capacity of eggplant (*Solanum melongena* L.) hybrids. **Scientia Horticulturae**, v. 295, p. 110865, 2022.
- KUZNIARZ, ANNA. Infrared spectrum analysis of some flavonoids. **Acta Polonise Pharmaceutica-Drug Research**, v. 58, p. 415-420, 2014.
- LAVINE, Barry; WORKMAN, Jerry. Chemometrics. **Analytical chemistry**, v. 82, n. 12, p. 4699-4711, 2010.
- LE, Anh V. et al. Improving the vanillin-sulphuric acid method for quantifying total saponins. **Technologies**, v. 6, n. 3, p. 84, 2018.
- LI, Yanqun et al. The effect of developmental and environmental factors on secondary metabolites in medicinal plants. **Plant Physiology and Biochemistry**, v. 148, p. 80-89, 2020.
- LIAO, Peiran et al. Soil water stress attenuate the growth and development but enhance the saponin synthesis of *Panax notogosing* during flowering stage. **Industrial Crops and Products**, v. 108, p. 95-105, 2017.

- LOPES, Renato Matos et al. Flavonoides. **Biotecnologia Ciência & Desenvolvimento**, v. 3, n. 14, p. 18-22, 2010.
- LÓPEZ-LORENTE, Ángela I.; MIZAIKOFF, Boris. Mid-infrared spectroscopy for protein analysis: potential and challenges. **Analytical and bioanalytical chemistry**, v. 408, n. 11, p. 2875-2889, 2016.
- LOVATTI, Betina PO et al. Identification of petroleum profiles by infrared spectroscopy and chemometrics. **Fuel**, v. 254, p. 115670, 2019.
- LUYPAERT, Jan; MASSART, D. L.; VANDER HEYDEN, Yvan. Near-infrared spectroscopy applications in pharmaceutical analysis. **Talanta**, v. 72, n. 3, p. 865-883, 2007.
- MAMEDE, Maria Eugênia de Oliveira; PASTORE, Gláucia Maria. Compostos fenólicos do vinho: estrutura e ação antioxidante. **Boletim do Centro de Pesquisa de Processamento de Alimentos**, v. 22, n. 2, 2004.
- MANDIM, Filipa et al. Seasonal variation in bioactive properties and phenolic composition of cardoon (*Cynara cardunculus* var. *altilis*) bracts. **Food Chemistry**, v. 336, p. 127744, 2021.
- MARQUES, Graziella Silvestre et al. Avaliação de procedimentos para quantificação espectrofotométrica de flavonoides totais em folhas de *Bauhinia forficata* Link. **Química Nova**, v. 35, n. 3, p. 517-522, 2012.
- MATEOS-APARICIO, Gregoria. Partial least squares (PLS) methods: Origins, evolution, and application to social sciences. **Communications in Statistics-Theory and Methods**, v. 40, n. 13, p. 2305-2317, 2011.
- MATERO, Sanni. **Chemometric methods in pharmaceutical tablet development and manufacturing unit operations**. 2010. Tese de Doutorado. Itä-Suomen yliopisto.
- MAZUCHELLI, Josmar; ACHCAR, Jorge Alberto. Algumas considerações em regressão não linear. **Acta Scientiarum. Technology**, v. 24, p. 1761-1770, 2002.
- MECHRI, Beligh et al. Effects of drought stress on phenolic accumulation in greenhouse-grown olive trees (*Olea europaea*). **Biochemical Systematics and Ecology**, v. 92, p. 104112, 2020.
- MELO, Carlos Alan Dias et al. **Classificação simultânea de fármacos contidos em comprimidos de analgésico por espectroscopia NIR e ferramentas quimiométricas**. Dissertação de Mestrado - Universidade Estadual da Paraíba. 2013
- MENEZES, Caren Machado et al. Direct determination of tannins in *Acacia mearnsii* bark using near-infrared spectroscopy. **Analytical Methods**, v. 6, n. 20, p. 8299-8305, 2014.
- MENEZES, Caren Machado; MARDER, Luciano; COSTA, Adilson Ben da. Utilização da NIRS para a determinação de tanino e de umidade diretamente na casca de *Acacia mearnsii* para a indústria de extração. In: *Workshop em Sistemas e Processos Industriais*. 2013.

MINISTÉRIO DA SAÚDE. **Monografia da espécie Passiflora incarnata LINNAEUS (Maracujá vermelho)**. Brasília, 2015.

MOT, Augustin Catalin; SILAGHI-DUMITRESCU, Radu; SARBU, Costel. Avaliação rápida e eficaz da capacidade antioxidante de extratos de própolis usando perfis de cinética de branqueamento DPPH, dados espectroscópicos de FT-IR e UV-vis. **Journal of Food Composition and Analysis**, v. 24, n. 4-5, pág. 516-522, 2011.

MOTHANA, Ramzi AA et al. Phytochemical screening and antiviral activity of some medicinal plants from the island Soqatra. **Phytotherapy Research: An International Journal Devoted to Pharmacological and Toxicological Evaluation of Natural Product Derivatives**, v. 20, n. 4, p. 298-302, 2006.

MOURA, Hesrom Fernandes Serra et al. Evaluation of multielement/proximate composition and bioactive phenolics contents of unconventional edible plants from Brazil using multivariate analysis techniques. **Food Chemistry**, v. 363, p. 129995, 2021.

MÜLLER, Simony D. et al. LC and UV determination of flavonoids from *Passiflora alata* medicinal extracts and leaves. **Journal of Pharmaceutical and Biomedical Analysis**, v. 37, n. 2, p. 399-403, 2005.

NAGHILOO, Somayeh et al. Ontogenetic variation of total phenolics and antioxidant activity in roots, leaves and flowers of *Astragalus compactus* Lam.(Fabaceae). **BioImpacts: BI**, v. 2, n. 2, p. 105, 2012.

NAKABAYASHI, Ryo; SAITO, Kazuki. Integrated metabolomics for abiotic stress responses in plants. **Current opinion in plant biology**, v. 24, p. 10-16, 2015.

NORRIS, Charlotte E. et al. The influence of condensed tannin structure on rate of microbial mineralization and reactivity to chemical assays. **Journal of Chemical Ecology**, v. 37, n. 3, p. 311-319, 2011.

OLIVEIRA, Renata Nunes et al. FTIR analysis and quantification of phenols and flavonoids of five commercially available plants extracts used in wound healing. **Matéria (Rio de Janeiro)**, v. 21, p. 767-779, 2016.

OLIVOTO, Tiago et al. Plant secondary metabolites and its dynamical systems of induction in response to environmental factors: A review. **African Journal of Agricultural Research**, v. 12, n. 2, p. 71-84, 2017.

ORDONEZ, A. A. L. et al. Antioxidant activities of *Sechium edule* (Jacq.) Swartz extracts. **Food chemistry**, v. 97, n. 3, p. 452-458, 2006.

PACIFICO, Severina et al. Seasonal variation in phenolic composition and antioxidant and anti-inflammatory activities of *Calamintha nepeta* (L.) Savi. **Food Research International**, v. 69, p. 121-132, 2015.

PALACIOS, C. E.; NAGAI, A.; TORRES, P.; RODRIGUES, J. A.; SALATINO, A. Contents of tannins of cultivars of sorghum cultivated in Brazil, as determined by four quantification methods. **Food Chemistry**, v. 337, p. 127970, 2021.

PANDA, Sagar Suman et al. Chemometry-assisted Diffuse Reflectance Infrared Fourier Transform Spectroscopy (DRIFTS) method for quantification of a novel antipsychotic agent in pharmaceuticals: A case study on ICH Q 14 concept. **Vibrational Spectroscopy**, v. 107, p. 103039, 2020.

PÁSCOA, Ricardo NMJ; TEIXEIRA, A. Margarida; SOUSA, Clara. Antioxidant capacity of *Camellia japonica* cultivars assessed by near-and mid-infrared spectroscopy. **Planta**, v. 249, n. 4, p. 1053-1062, 2019.

PENG, Kai et al. Characterization of condensed tannins from purple prairie clover (*Dalea purpurea* Vent.) conserved as either freeze-dried forage, sun-cured hay or silage. **Molecules**, v. 23, n. 3, p. 586, 2018.

PEREIRA, Lavínia Hannah de Souza. **Avaliação da capacidade preditiva de modelos quimiométricos baseados em espectroscopia NIR para a quantificação de terras raras em solos**. 2020. Dissertação de mestrado. Universidade Estadual da Paraíba.

PÉREZ-GREGORIO, Rosa María et al. Identification and quantification of flavonoids in traditional cultivars of red and white onions at harvest. **Journal of Food Composition and Analysis**, v. 23, n. 6, p. 592-598, 2010.

PERFEITO, Márcia Luana Gomes. **Extração e identificação de flavonoides das folhas de *Pilocarpus Microphyllus* Stapf ex. Wardeworth e avaliação da atividade antioxidante e perfil neuroprotetor**. 2018. Dissertação de mestrado. Universidade Federal do Piauí

PETRAKIS, Eleftherios A.; POLISSIOU, Moschos G. Assessing saffron (*Crocus sativus* L.) adulteration with plant-derived adulterants by diffuse reflectance infrared Fourier transform spectroscopy coupled with chemometrics. **Talanta**, v. 162, p. 558-566, 2017.

PILON, Alan C. et al. Metabolômica de plantas: Métodos e desafios. **Química Nova**, v. 43, n. 3, p. 329-354, 2020.

PINHEIRO, Soraia Silva et al. Water stress increased the flavonoid content in tannin-free sorghum grains. **Journal of Food Composition and Analysis**, v. 100, p. 103892, 2021.

PIZZI, A. Tannins medical/pharmacological and related applications: A critical review. **Sustainable Chemistry and Pharmacy**, v. 22, p. 100481, 2021.

RAHU, Muhammad Idrees et al. Determination of antimicrobial and phytochemical compounds of *Jatropha curcas* plant. **Saudi Journal of Biological Sciences**, v. 28, n. 5, p. 2867-2876, 2021.

RALEPELE, F. M. et al. UPLC-DAD-QTOF-MS/MS analysis of targeted poly-phenolic compounds from *Moringa oleifera* leaves as function of seasonal responses. **South African Journal of Botany**, v. 143, p. 107-115, 2021.

RIAHI, Siavash et al. Investigation of different linear and nonlinear chemometric methods for modeling of retention index of essential oil components: Concerns to support vector machine. **Journal of hazardous materials**, v. 166, n. 2-3, p. 853-859, 2009.

RIBEIRO, Bernardo Dias et al. Functional properties of saponins from sisal (*Agave sisalana*) and juá (*Ziziphus joazeiro*): critical micellar concentration, antioxidant and antimicrobial activities. **Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects**, v. 436, p. 736-743, 2013.

RIBEIRO, Carlos Magno R.; SOUZA, Nelson Ângelo de. Esquema geral para elucidação de substâncias orgânicas usando métodos espectroscópico e espectrométrico. **Química Nova**, v. 30, p. 1026-1031, 2007.

RIBEIRO, Daiany Alves et al. Influence of seasonal variation on phenolic content and in vitro antioxidant activity of *Secondatia floribunda* A. DC.(Apocynaceae). **Food chemistry**, v. 315, p. 126277, 2020.

RIBEIRO, Ana RC et al. Estudo da atividade anti-helmíntica do extrato etanólico de *Jatropha mollissima* (Pohl) Baill.(Euphorbiaceae) sob *Haemonchus contortus* em ovinos no semiárido paraibano. 2014.

ROMANI, A. et al. Analysis of condensed and hydrolysable tannins from commercial plant extracts. **Journal of Pharmaceutical and Biomedical Analysis**, v. 41, n. 2, p. 415-420, 2006.

ROSSI, Gianina B.; LOZANO, Valeria A. Simultaneous determination of quality parameters in yerba mate (*Ilex paraguariensis*) samples by application of near-infrared (NIR) spectroscopy and partial least squares (PLS). **Lwt**, v. 126, p. 109290, 2020.

SABANDAR, Carla W. et al. Medicinal property, phytochemistry and pharmacology of several *Jatropha* species (Euphorbiaceae): a review. **Phytochemistry**, v. 85, p. 7-29, 2013.

SAGAR, Narashans Alok; PAREEK, Sunil; GONZALEZ-AGUILAR, Gustavo A. Quantification of flavonoids, total phenols and antioxidant properties of onion skin: a comparative study of fifteen Indian cultivars. **Journal of food science and technology**, v. 57, n. 7, p. 2423-2432, 2020.

SAIDEMBERG, Daniel M.; BAPTISTA-SAIDEMBERG, Nicoli B.; PALMA, Mario S. Chemometric analysis of Hymenoptera toxins and defensins: A model for predicting the biological activity of novel peptides from venoms and hemolymph. **Peptides**, v. 32, n. 9, p. 1924-1933, 2011.

SAMYNATHAN, Ramkumar et al. The effect of abiotic and biotic stresses on the production of bioactive compounds in tea (*Camellia sinensis* (L.) O. Kuntze). **Plant Gene**, v. 27, p. 100316, 2021.

- SANTOS, Daniel Sousa dos; RODRIGUES, Mayara Mikelle Farias. Atividades farmacológicas dos flavonoides: um estudo de revisão. **Estação Científica (UNIFAP)**, v. 7, n. 3, p. 29-35, 2017.
- SCHOFIELD, Philip; MBUGUA, D. M.; PELL, A. N. Analysis of condensed tannins: a review. **Animal feed science and technology**, v. 91, n. 1-2, p. 21-40, 2001.
- SCOGINGS, Peter F. et al. Seasonal variations in nutrients and secondary metabolites in semi-arid savannas depend on year and species. **Journal of Arid Environments**, v. 114, p. 54-61, 2015.
- SHARMA, Ashok et al. Gene expression analysis in medicinal plants under abiotic stress conditions. In: **Plant Metabolites and Regulation Under Environmental Stress**. Academic Press, 2018. p. 407-414.
- SHARMA, Kanti Prakash. Tannin degradation by phytopathogen's tannase: A Plant's defense perspective. **Biocatalysis and Agricultural Biotechnology**, v. 21, p. 101342, 2019.
- SHEN, Shuangqian et al. Metabolomics-centered mining of plant metabolic diversity and function: past decade and future perspectives. **Molecular Plant**, 2022.
- SHI, Jie et al. Structure analysis of condensed tannin from rice straw and its inhibitory effect on *Staphylococcus aureus*. **Industrial Crops and Products**, v. 145, p. 112130, 2020.
- SHI, Ji-yong et al. Determination of total flavonoids content in fresh *Ginkgo biloba* leaf with different colors using near infrared spectroscopy. **Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy**, v. 94, p. 271-276, 2012.
- SILVA, Cássia R. et al. The antinociceptive and anti-inflammatory effects of the crude extract of *Jatropha isabellei* in a rat gout model. **Journal of Ethnopharmacology**, v. 145, n. 1, p. 205-213, 2013.
- SILVA, Laís Rodrigues da et al. Flavonoides: constituição química, ações medicinais e potencial tóxico. **Acta toxicológica argentina**, v. 23, n. 1, p. 36-43, 2015.
- SILVERSTEIN, Robert M et al. **Spectrometric Identification of Organic Compounds**. 8. ed. United states: John Wiley & Sons, 2014. 464 p
- SKOOG, D. A. Fundamentos de Química Analítica, Editora Thomson, tradução da 8ª edição, 2006. Skoog, DA; West, DM; Holler, FJ Fundamentals of Analytical Chemistry. 1992.
- SOUZA, Monique et al. Predição dos teores de compostos fenólicos e flavonoides na parte aérea das espécies *Secale Cereale L*, *Avena Strigosa L*. e *Raphanus Sativus L*. por meio de espectroscopia no infravermelho próximo (NIR). **Química Nova**, v. 40, p. 1074-1081, 2017.
- SRIVASTAVA, Ashish et al. Characterization of a novel begomovirus associated with yellow mosaic disease of three ornamental species of *Jatropha* grown in India. **Virus research**, v. 201, p. 41-49, 2015.

STOCCHERO, Matteo; DE NARDI, Martino; SCARPA, Bruno. PLS for classification. **Chemometrics and Intelligent Laboratory Systems**, p. 104374, 2021.

TAHIR, Haroon Elrasheid et al. The use of analytical techniques coupled with chemometrics for tracing the geographical origin of oils: A systematic review (2013-2020). **Food Chemistry**, p. 130633, 2021.

TOLEDO-MARTÍN, Eva María et al. Quantification of total phenolic and carotenoid content in blackberries (*Rubus Fruticosus* L.) using near infrared spectroscopy (NIRS) and multivariate analysis. **Molecules**, v. 23, n. 12, p. 3191, 2018.

VAN DER GREEF, Jan; SMILDE, Age K. Symbiosis of chemometrics and metabolomics: past, present, and future. **Journal of Chemometrics: A Journal of the Chemometrics Society**, v. 19, n. 5-7, p. 376-386, 2005.

VASCONCELO, Gabriella C. Leite et al. Caracterização morfológica de *Jatropha mollissima* (Pohl) Baill. **Revista Verde de Agroecologia e Desenvolvimento Sustentável**, v. 9, n. 3, p. 263-268, 2014.

VILLATE, Aitor et al. Metabolomics as a prediction tool for plants performance under environmental stress. **Plant Science**, p. 110789, 2020.

WANG, Rong et al. Development of attenuated total reflectance mid-infrared (ATR-MIR) and near-infrared (NIR) spectroscopy for the determination of resistant starch content in wheat grains. **Journal of Analytical Methods in Chemistry**, v. 2021, 2021.

WELCH, Ailsa A.; HARDCASTLE, Antonia C. The effects of flavonoids on bone. **Current osteoporosis reports**, v. 12, n. 2, p. 205-210, 2014.

WILLIAMS, Christine A.; GRAYER, Renée J. Anthocyanins and other flavonoids. **Natural product reports**, v. 21, n. 4, p. 539-573, 2004.

WOLD, Svante; SJÖSTRÖM, Michael; ERIKSSON, Lennart. PLS-regression: a basic tool of chemometrics. **Chemometrics and intelligent laboratory systems**, v. 58, n. 2, p. 109-130, 2001.

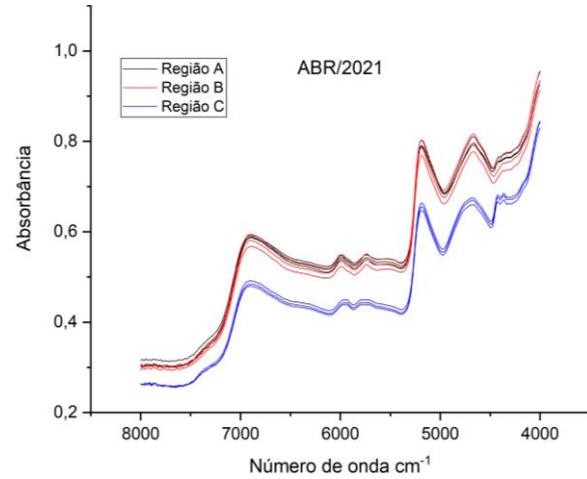
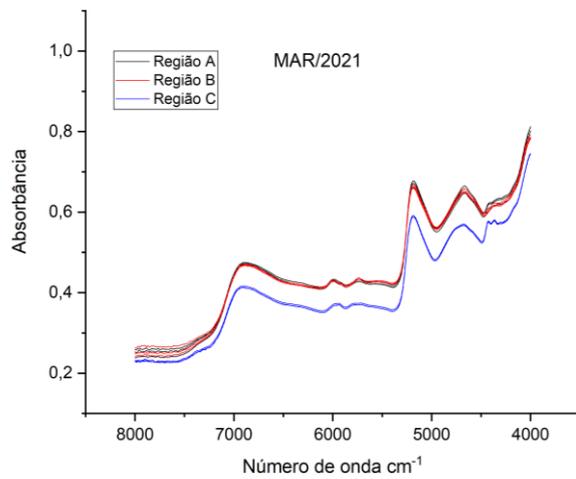
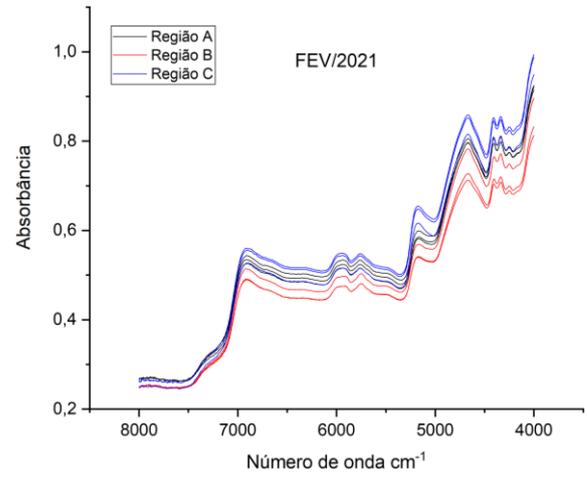
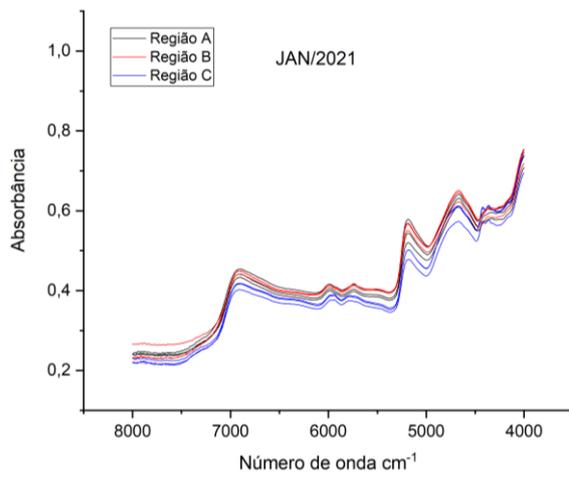
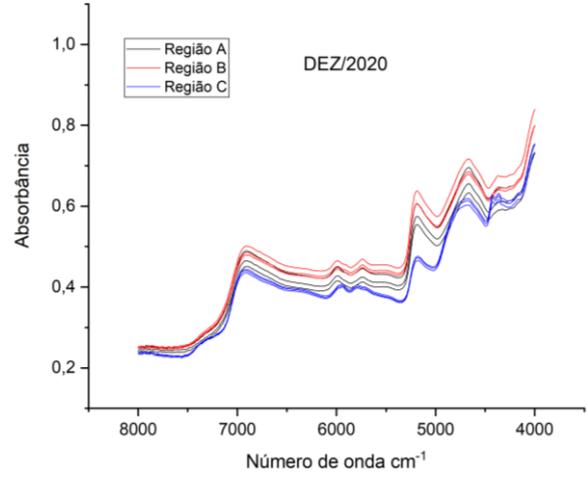
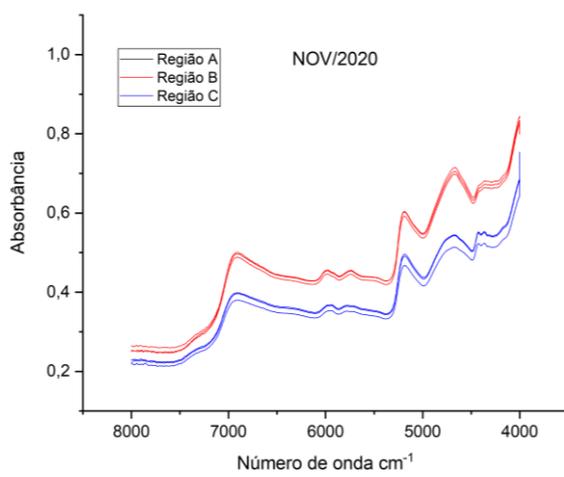
YAN, Hui et al. Rapid and practical qualitative and quantitative evaluation of non-fumigated ginger and sulfur-fumigated ginger via Fourier-transform infrared spectroscopy and chemometric methods. **Food Chemistry**, v. 341, p. 128241, 2021.

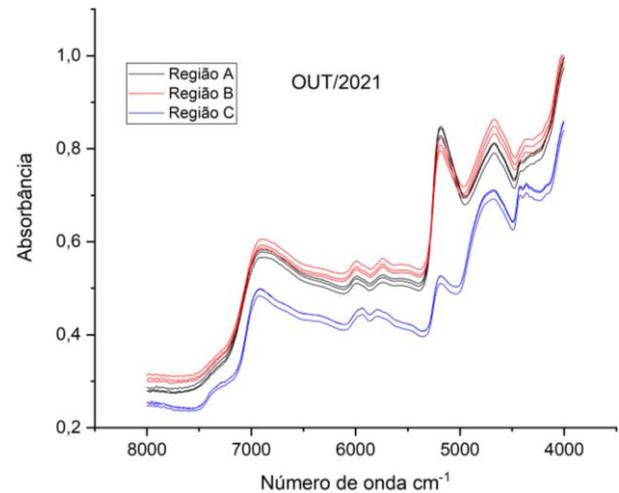
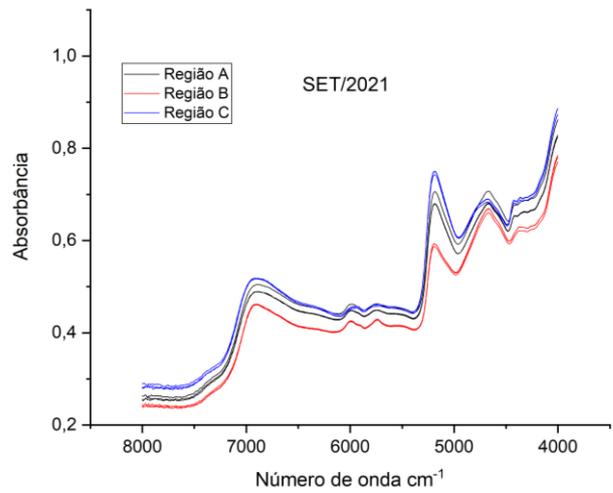
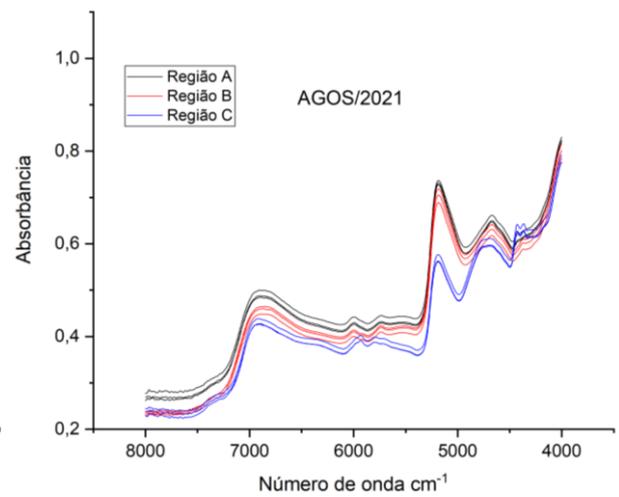
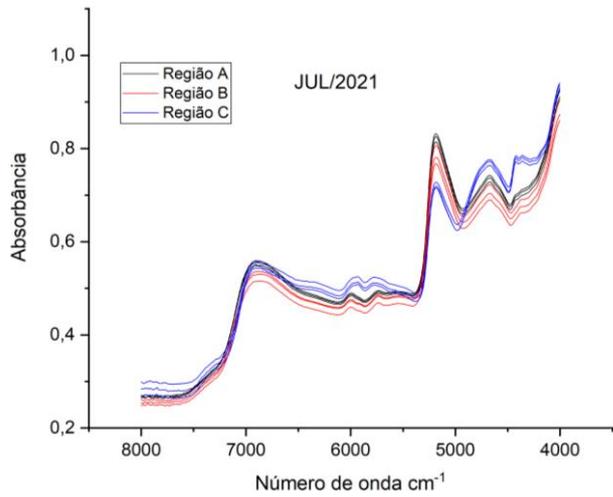
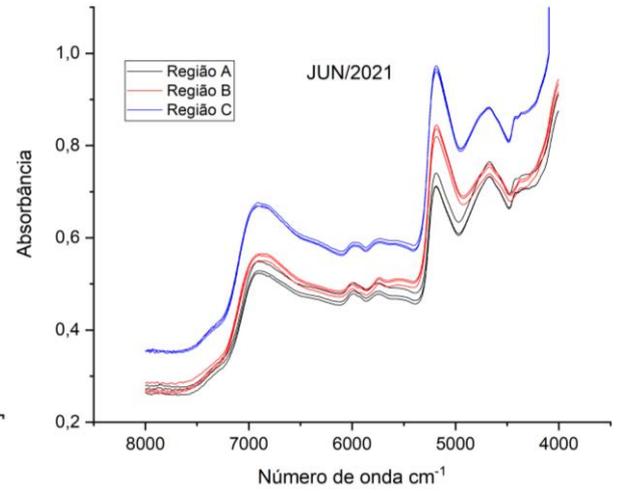
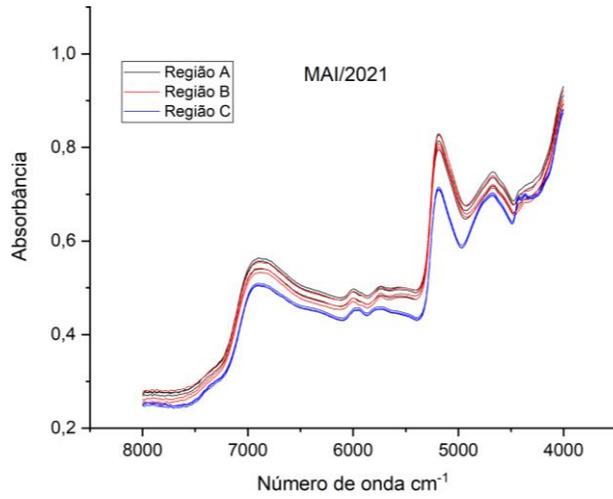
YAO, Xiao-Hui et al. Different harvest seasons modify bioactive compounds and antioxidant activities of *Pyrola incarnata*. **Industrial Crops and Products**, v. 94, p. 405-412, 2016.

YOSHIDA, Takashi; HATANO, Tsutomu; ITO, Hideyuki. Chapter Seven High molecular weight plant polyphenols (tannins): Prospective functions. In: **Recent advances in phytochemistry**. Elsevier Inc., 2005. p. 163-190.

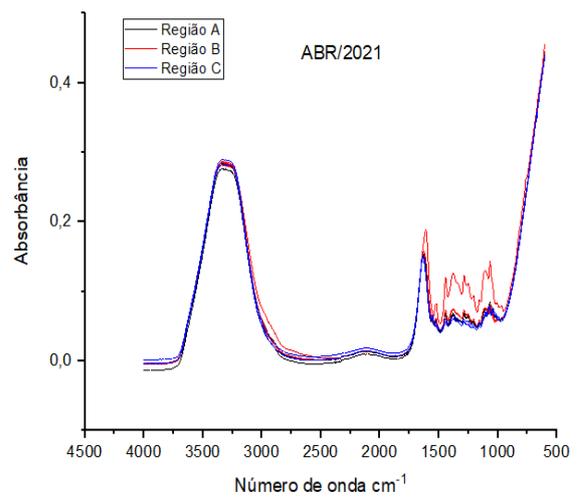
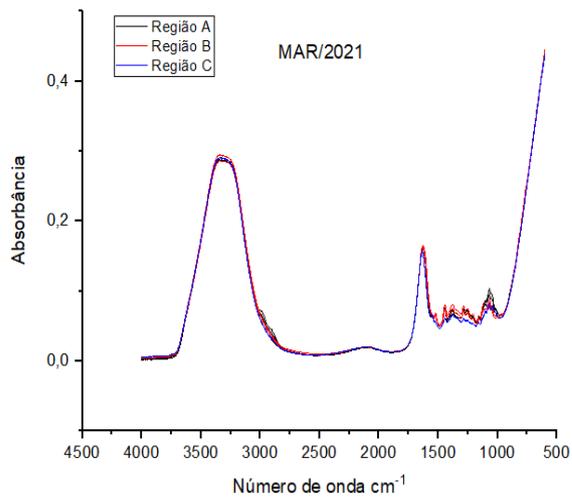
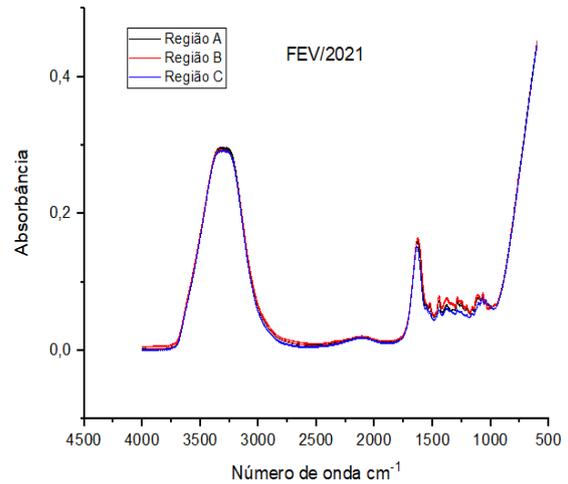
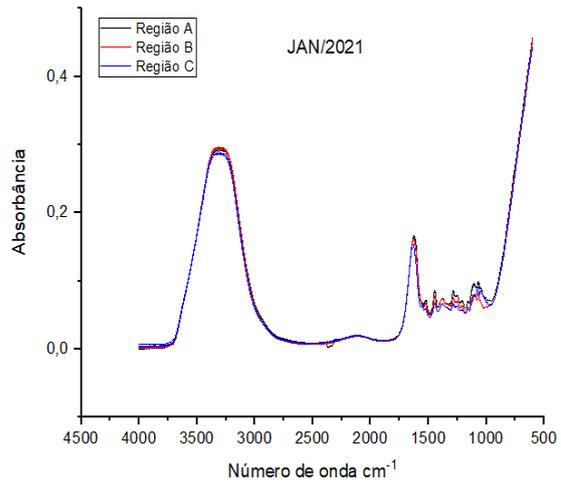
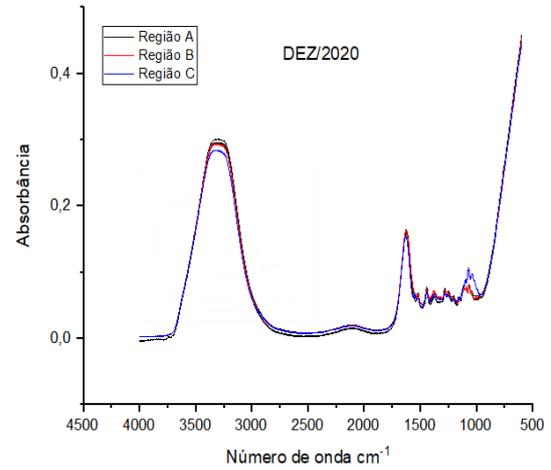
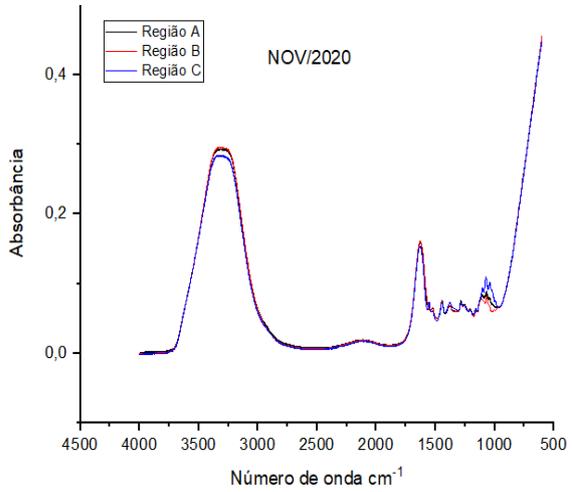
ZEVIANI, Walmes Marques; RIBEIRO JR, Paulo Justiniano; BONAT, Wagner Hugo. Modelos de regressão não linear. **Laboratório de Estatística e Geoinformação. Departamento de Estatística. UFPR, 2013.**

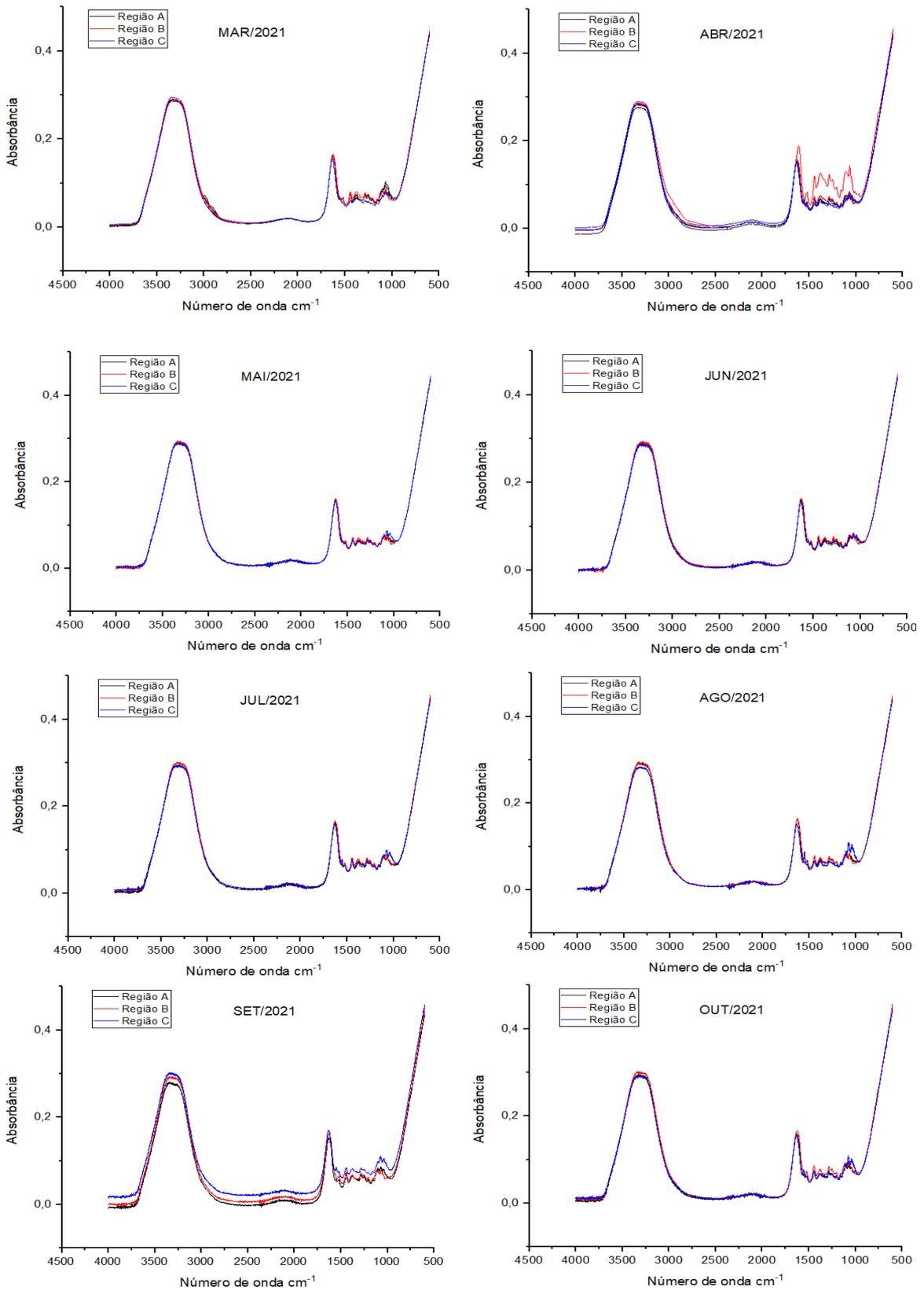
ZHANG, Bing et al. A review on insoluble-bound phenolics in plant-based food matrix and their contribution to human health with future perspectives. **Trends in Food Science & Technology, 2020.**

ANEXO A - Espectros NIR. Coletas Nov./2020 – Out./2021



Fonte: Elaborada pelo autor, 2021.

ANEXO B - Espectros MIR. Coletas Nov./2020 – Out./2021



Fonte: Elaborada pelo autor, 2021.

ANEXO C – Pré-processamentos testados no MIR e NIR para quantificação de flavonoides, taninos e polifenóis.

MIR – Flavonoides				
Figuras de mérito	Pré-processamentos			
	Smoothing ord 1 15 pontos; Autoscale	Smoothing ord 2 15 pontos; SNV; Autoscale	Smoothing ord 2 31 pontos; SNV; Autoscale	Smoothing ord 2 31 pontos; MSC (Mean); Autoscale
RMSEC	0,76	0,68	0,75	0,65
RMSEP	0,82	0,94	0,94	0,96
R ² (calibração)	0,72	0,77	0,73	0,79
R ² (predição)	0,67	0,54	0,54	0,52
VL	7	6	6	7
Bias de predição	0,29	0,23	0,24	0,23
Outliers	1	0	0	0
Figuras de mérito	Smoothing ord 1 15 pontos; MSC; Autoscale	Smoothing ord 2 31 pontos; Normalize (2 norm, length 1) autoscale	Smoothing ord 1 15 pontos; Normalize (1 norm, area 1) autoscale	Smoothing ord 2 31 pontos; autoscale
RMSEC	0,78	0,67	0,89	0,92
RMSEP	0,94	0,73	0,77	0,91
R ² (calibração)	0,70	0,78	0,62	0,59
R ² (predição)	0,54	0,71	0,68	0,56
VL	6	7	6	5
Bias de predição	0,25	0,17	0,19	0,24
Outliers	0	1	1	1
NIR – Flavonoides				
Figuras de mérito	Baseline ord 2 Smoothing ord1 15p autoscale	1º derivada – poli ord 2, 15 p, autoscale	1º derivada – poli ord 2, 15 p normalize área 1; autoscale	1º derivada – poli ord 2, 15 p; OSC; autoscale
RMSEC	0,98	0,38	0,35	0,29
RMSEP	1,34	1,134	1,10	1,08
R ² (calibração)	0,539	0,928	0,93	0,95
R ² (predição)	0,132	0,363	0,373	0,42
VL	7	8	8	8
Bias de predição	0,1886	0,03	-0,027	0,018
Outliers	1	1	0	0

Figuras de mérito	Smoothing ord 2, 31p; SNV; autoscale	Smoothing ord 1, 15p; autoscale	Smoothing ord 1, 15p; MSC (mean) autoscale	2° derivada – poli ord 2, 31 p, autoscale
RMSEC	1,04	1,34	1,07	0,26
RMSEP	1,15	1,30	1,32	1,12
R ² (calibração)	0,48	0,13	0,45	0,96
R ² (predição)	0,296	0,071	0,12	0,40
VL	6	4	6	9
Bias de predição	0,21	0,08	0,20	-0,08
Outliers	2	0	1	2
MIR – Taninos				
Figuras de mérito	Smoothing ord 2, 15p; SNV; Autoscale	Smoothing ord 1, 15p; SNV; Autoscale	Normalize (2 norm – 1 length =1) Autoscale	Smoothing ord 2, 31p; SNV; Autoscale
RMSEC	59,37	63,75	63,10	63,03
RMSEP	64,9	67,25	66,11	67,07
R ² (calibração)	0,83	0,81	0,81	0,81
R ² (predição)	0,85	0,84	0,85	0,84
VL	7	7	7	7
Bias de predição	11,72	13,05	14,9	13,09
Outliers	0	0	2	0
Figuras de mérito	Basenine (AWLS) Smoothing ord 1, 15p autoscale	Smoothing ord 1, 15p Normalize (1 norm area =1) Autoscale	Smoothing ord 1, 15p MSC (Mean) Autoscale	Smoothing ord 1, 15p Autoscale
RMSEC	56,36	69,75	64,23	77,33
RMSEP	71,19	74,77	69,27	74,10
R ² (calibração)	0,85	0,77	0,81	0,72
R ² (predição)	0,83	0,81	0,83	0,82
VL	8	7	7	6
Bias de predição	19,79	17,21	12,81	19,27
Outliers	0	2	0	2
NIR – Taninos				
Figuras de mérito	1° derivada ord 2 win 15pt; autoscale	1° derivada ord 2 win 15pt; OSC; autoscale	1° derivada ord 2 win 15pt; SNV; autoscale	1° derivada ord 2 win 15pt; normalize (1 norm area = 1); autoscale
RMSEC	24,04	27,21	26,08	15,89
RMSEP	68,17	67,44	65,40	67,61

R ² (calibração)	0,97	0,96	0,96	0,98
R ² (predição)	0,85	0,85	0,86	0,85
VL	6	4	6	7
Bias de predição	15,22	4,5	11,2	10,9
Outliers	0	0	0	0
Figuras de mérito	1º derivada ord 2 win 31pt; SNV; autoscale	SNV; 1 derivada ord 2 win 15pt; autoscale	1 derivada ord 1 win 15pt; SNV; autoscale	1º derivada ord 2 win 15pt; SNV; autoscale
RMSEC	24,65	21,89	21,89	26,08
RMSEP	64,34	64,36	64,36	65,40
R ² (calibração)	0,96	0,97	0,97	0,96
R ² (predição)	0,87	0,87	0,87	0,86
VL	8	6	6	6
Bias de predição	11,17	10,50	10,50	11,28
Outliers	0	0	0	0
MIR – polifenóis				
	Smoothing orde 2, 15 p; SNV; autoscale	Normalize (2 norm, length =1) autoscale	Smoothing ord 1, 15 p Normalize (2 norm, length =1) autoscale	Smoothing ord 1, 15 p SNV autoscale
RMSEC	4,64	5,08	5,76	5,26
RMSEP	7,06	6,78	7,21	7,10
R ² (calibração)	0,83	0,806	0,75	0,79
R ² (predição)	0,76	0,79	0,76	0,77
VL	8	7	7	7
Bias de predição	-0,71	-0,72	-1,08	-1,04
Outliers	0	0	0	0
Figuras de mérito	Smoothing ord 2, 31 p SNV autoscale	MSC Smoothing ord 2, 31 p autoscale	Baseline ord 2 autoscale	Baseline ord 2 Smoothing ord 1, 15 p autoscale
RMSEC	5,22	6,83	4,42	4,52
RMSEP	7,12	7,76	7,61	7,63
R ² (calibração)	0,79	0,64	0,85	0,84
R ² (predição)	0,77	0,73	0,72	0,718
VL	7	6	7	8
Bias de predição	-0,98	-0,41	-0,56	-0,21
Outliers	0	0	0	0
NIR – polifenóis				

Figuras de mérito	1 derivada, ord 2, 15pt, autoscale.	1 derivada, ord 2, 15pt, SNV autoscale.	Smoothing ord 1, 15 p; SNV; autoscale	Smoothing ord 1, 31 p; SNV; autoscale
RMSEC	2,64	2,06	6,21	6,46
RMSEP	5,67	6,03	6,74	6,74
R ² (calibração)	0,95	0,97	0,74	0,72
R ² (predição)	0,81	0,79	0,72	0,72
VL	6	6	7	7
Bias de predição	-0,31	-0,50	0,03	0,03
Outliers	0	0	0	0
Figuras de mérito	Smoothing ord 2, 31 p; SNV; autoscale	Baseline (AWLS); SNV; autoscale	Baseline (AWLS); Normalize 1 ; autoscale	Smoothing ord 1, 15 p; MSC; autoscale
RMSEC	6,15	5,26	5,38	6,91
RMSEP	6,75	6,32	6,51	7,39
R ² (calibração)	0,74	0,81	0,80	0,68
R ² (predição)	0,72	0,76	0,74	0,67
VL	7	6	6	5
Bias de predição	0,02	-0,33	-0,24	-0,03
Outliers	0	0	0	0

Fonte: Elaborada pelo autor, 2022.

ANEXO D – Currículo Lattes (versão resumida)**Tiago dos Santos Silva**

Endereço para acessar este CV:

<http://lattes.cnpq.br/7501652810316166>ID Lattes: **7501652810316166**

Licenciado em Química pelo Instituto Federal de Educação Ciência e Tecnologia do Rio Grande do Norte (IFRN), possui experiência na área de Ensino de Química, com ênfase em História da Química e metodologias de ensino voltadas para o ensino Médio. Atualmente é professor efetivo do estado de Pernambuco e está vinculado ao Programa de Pós-Graduação em Química da UEPB e ao Grupo de Pesquisa Metodologias Analíticas e Quimiometria (GMAQ/UEPB), atuando principalmente na área de Analítica e Métodos Quimiométricos.

Nome	Tiago dos Santos Silva
Nome em citações bibliográficas	SILVA, T. S.
Lattes iD	http://lattes.cnpq.br/7501652810316166
Formação acadêmica/titulação	

2020 - 2022	<p>Mestrado em QUÍMICA (Conceito CAPES 3). Universidade Estadual da Paraíba, UEPB, Brasil. Título: QUANTIFICAÇÃO DE POLIFENÓIS, TANINOS E FLAVONOÍDES NA SEIVA DE <i>Jatropha mollissima</i> (Pohl) Baill UTILIZANDO ESPECTROSCOPIA NO INFRAVERMELHO E QUIMIOMETRIA, Ano de Obtenção: 2022. Orientador: Simone da Silva Simões. Palavras-chave: Pinhão-Bravo.; Seiva; Metabólitos secundários; Calibração multivariada. Grande área: Ciências Exatas e da Terra</p>
2018 - 2019	<p>Especialização em METODOLOGIA DE ENSINO DE CIÊNCIAS DA NATUREZA. (Carga Horária: 360h). Universidade Estácio de Sá, UNESA, Brasil. Título: História da química como estratégia indutora no ensino de ciências da natureza. Orientador: Leandro Cardoso Gutiérrez.</p>
2011 - 2014	Licenciatura em Química.

Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Rio Grande do Norte, IFRN, Brasil. Título: Uso de animes e filmes como ferramentas auxiliares para o ensino de história da química.
Orientador: Dr. Alberto Correia Gomes Filho.

Formação Complementar

- 2021 - 2021** Multivariate regression: basic concepts and application examples. (Carga horária: 8h). Universidade Federal do Paraná, UFPR, Brasil.
- 2021 - 2021** Analyzing multivariate data from designed experiments: ASCA and related met. (Carga horária: 6h). Universidade Federal do Paraná, UFPR, Brasil.
- 2021 - 2021** Introduction to MATLAB programming,. (Carga horária: 10h). Universidade Federal do Paraná, UFPR, Brasil.

Atuação Profissional

Vínculo institucional

Escola de Referência em Ensino Médio Professor Lisboa, EREM PRO. LISBOA, Brasil.

2017 - Atual Vínculo: Servidor Público, Enquadramento Funcional: Professor de Química, Carga horária: 50

Projetos de extensão

2014 - 2014 Fortalecimento das Políticas Públicas Relacionadas com as Ações Ambientais nos Municípios do Entorno do IFRN

Descrição:

A Lei 12.305/2010 institui a Política Nacional de Resíduos Sólidos e delega à gestão municipal como responsável pelo gerenciamento dos Resíduos Sólidos Urbanos (RSU). O estado do Rio Grande do Norte elaborou o Plano Estadual de Gerenciamento Integrado de Resíduos Sólidos (PERGIS) onde institui a formação de consórcios públicos para o gerenciamento desses resíduos e preconiza a coleta seletiva como uma das etapas de gerenciamento. Sabe-se que programas de coleta seletiva só tem êxito quando são atrelados a programas de educação ambiental.

Situação: Concluído; Natureza: Extensão.

Integrantes: Tiago dos Santos Silva - Integrante / Leci Martins Menezes Reis - Integrante / Livia Cristina dos Santos – Coordenadora.

Idiomas

Português

Compreende Bem, Fala Bem, Lê Bem, Escreve

Inglês

Razoavelmente.

Compreende Razoavelmente, Fala Pouco, Lê Razoavelmente.

Prêmios e títulos

2018

Prêmio Personalidades da Educação 2018, UNINASSAU.

Produções

Produção bibliográfica**Artigos completos publicados em periódicos**

1. ★ **SILVA, T. S.**; **MORAIS, R. O.** ; **OLIVEIRA, J. B.** ; **SILVA, A. B.** ; **RIBEIRO, M. E. N. P.** . REFLEXÃO SOBRE APESQUISA EM ENSINO DE QUÍMICA NO BRASIL ATRAVÉS DO PANORAMA DA LINHA DE PESQUISA: LINGUAGEM E FORMAÇÃO DE CONCEITOS. HOLOS (NATAL. ONLINE) ^{JCR} , v. 4, p. 473, 2014.

Trabalhos completos publicados em anais de congressos

1. **SILVA, T. S.**; **PEREIRA, L. F.** ; **PEREIRA, A. M.** . AGROTÓXICOS: Um estudo acerca dos conhecimentos de agricultores sobre o uso dos agrotóxicos utilizados nos municípios de Parelhas-RN e Equador-RN para o cultivo do tomate. In: Connepi, 2014, São Luiz. Química Ambiental, 2014.
2. **OLIVEIRA, J. J. S.** ; **SILVA, T. S.** ; **SANTOS, J. S.** ; **MORAIS, R. O.** ; **PEREIRA, L. F.** . MEDIAÇÕES ENTRE MATEMÁTICA E QUÍMICA: PROPOSTAS DE UTILIZAÇÃO DE LOGARITMOS PARA UM MELHOR APRENDIZADO DE QUÍMICA. In: IX CONNEPI, 2014, São Luiz. Ensino de Química, 2014.
3. **SILVA, T. S.**; **CONFESSOR, J. J. O.** ; **PEREIRA, L. F.** ; **OLIVEIRA, J. J. S.** ; **CARDOSO, J. L. S.** ; **MORAIS, R. O.** . Uso de novastecnologias em aulas de Química: Benefícios e Problemas. In: Connepi, 2013, Salvador. Educação, 2013.

Eventos

Participação em eventos, congressos, exposições e feiras

1. V Escola de Inverno de Quimiometria. 2021. (Congresso).
2. II Workshop Paraibano de Pós Graduação em Química. 2020. (Congresso).
3. V MOSTRA DE CIÊNCIAS, TECNOLOGIA E CULTURA DA V SELIQUI. Evolução dos Modelos Atômicos. 2019. (Feira).
4. CONNEPI. 2018. (Congresso).