



UNIVERSIDADE FEDERAL DA PARAÍBA  
CENTRO DE CIÊNCIAS DA SAÚDE  
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM PRODUTOS NATURAIS E  
SINTÉTICOS BIOATIVOS

**TESE**

**Tecnologias Analítica e de Produção Vegetal da Quixabeira (*Sideroxylon obtusifolium* (Roem. e Schult.) Penn.)**

AZENATE CAMPOS GOMES

João Pessoa-PB  
2021



UNIVERSIDADE FEDERAL DA PARAÍBA  
CENTRO DE CIÊNCIAS DA SAÚDE  
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM PRODUTOS  
NATURAIS E SINTÉTICOS BIOATIVOS



AZENATE CAMPOS GOMES

**Tecnologias Analítica e de Produção Vegetal da Quixabeira (*Sideroxylon obtusifolium* (Roem. e Schult.) Penn.)**

Tese apresentada ao Programa de Pós-Graduação Produtos Naturais e Sintéticos Bioativos do Centro de Ciências da Saúde da Universidade Federal da Paraíba, em cumprimento as exigências para obtenção do título de **Doutora em Produtos Naturais e Sintéticos Bioativos**. Área de Concentração: Farmacoquímica.

*Sob orientação do professor*  
**Dr. Rui Oliveira Macêdo**

*e coorientação da professora*  
**Dr.<sup>a</sup> Alecksandra Vieira de Lacerda**

João Pessoa-PB  
2021

## **Catalogação na publicação Seção de Catalogação e Classificação**

G633t Gomes, Azenate Campos.

Tecnologias analítica e de produção vegetal da quixabeira  
(*Sideroxylon obtusifolium* (Roem. e Schult.) Penn.) / Azenate  
Campos Gomes. - João Pessoa, 2021.

226 f. : il.

Orientação: Rui Oliveira Macêdo.

Coorientação: Alecksandra Vieira de Lacerda.

Tese (Doutorado) - UFPB/CCS.

1. Fenologia. 2. Produção vegetal. 3. Análise térmica.
4. Validação analítica. 5. Taninos. 6. Flavonoides. I.
- Macêdo, Rui Oliveira. II. Lacerda, Alecksandra Vieira de.
- III. Título.

UFPB/BC

CDU 581.54(043)



UNIVERSIDADE FEDERAL DA PARAÍBA  
CENTRO DE CIÊNCIAS DA SAÚDE  
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM PRODUTOS NATURAIS E  
SINTÉTICOS BIOATIVOS

**Tecnologias Analítica e de Produção Vegetal da Quixabeira (*Sideroxylon obtusifolium* (Roem. e Schult.) Penn.)**

Tese apresentada ao Programa de Pós-Graduação Produtos Naturais e Sintéticos Bioativos do Centro de Ciências da Saúde da Universidade Federal da Paraíba, em cumprimento as exigências para obtenção do título de **Doutora em Produtos Naturais e Sintéticos Bioativos**. Área de Concentração: Farmacoquímica.

**BANCA EXAMINADORA**

Documento assinado digitalmente

**gov.br**

RUI OLIVEIRA MACEDO  
Data: 07/12/2021 14:26:21-0300  
Verifique em <https://verificador.itd.br>

Rui Oliveira Macêdo  
(Universidade Federal da Paraíba)  
Presidente e Orientador

Prof. Dr. Josean Fechine Tavares  
(Universidade Federal da Paraíba)  
Examinador interno

Prof. Dr. Ionaldo José Basilio Diniz  
(Universidade Federal da Paraíba)  
Examinador externo

Prof. Dr. Cicero Flávio Soares Aragão  
(Universidade Federal do Rio Grande do Norte)  
Examinador externo

Prof. Dr. Mauro Vasconcelos Pacheco  
(Universidade Federal do Rio Grande do Norte)  
Examinador externo

Aprovado em: 28 de outubro de 2021, João Pessoa-PB

*Deus escolheu as coisas loucas do mundo para envergonhar os sábios e escolheu as coisas fracas do mundo para envergonhar as fortes. Deus escolheu as coisas humildes e desprezadas, e aqueles que não são, para reduzir a nada as que são; a fim de que ninguém se vanglorie na presença de Deus.*

*(I Coríntios 1:27-29)*

*Porque o SENHOR dá a sabedoria; da sua boca é que vem o conhecimento e o entendimento.*

*(Provérbios 2:6)*

**DEDICO:**

*A DEUS - O autor e consumador da Fé, por ter revelado o seu amor através do envio do seu único filho - Jesus Cristo, e por meio das belezas da natureza, dando-me o privilégio de vê-la, amá-la, respeitá-la e ainda me conceder o dom de aprender a apreender um pouquinho sobre a mesma, vendo-a de forma especial*

*Vejo a natureza como um valioso tesouro deixado por DEUS que merece respeito. O nosso domínio sobre a natureza não está apenas em usufruir dos seus recursos, mas, em preservá-la e conservá-la.*

*A meu pai, meu inesquecível painha - Luiz Horácio Gomes (In memoriam). A sua memória, jamais será apagada, mas lembrada a todo instante através dos seus valiosos ensinamentos de sabedoria cheios de amor, cuidado, proteção, compreensão, companheirismo e apoio. Pelo seu grande exemplo de homem cristão. Ter você como pai foi um dos maiores presentes de Deus! Painha, até aqui nos ajudou o SENHOR, o qual permanece vivo em nosso meio e sempre permanecerá cuidando de todos nós, até o nosso encontro na vida eterna. Para sempre te amo!!!*

*A mainha (Maria Edinalva Campos Gomes) pelo amor, confiança, compreensão, cuidado, proteção e apoio. Pelos valiosos ensinamentos em todos os momentos da minha vida e principalmente por me ofertar forças para continuar a caminhada terrena. Como eu agradeço a Deus por você estar aqui comigo minha guerreira. O seu terceiro nascimento me ensina tanto quanto o segundo, pois é a prova viva do agir de Deus em sua vida!! Te amo!!*

*A todos os meus familiares, amigos e professores, em especial a professora Drª Aleksandria Vieira de Lacerda pelo incentivo, confiança e companheirismo durante a vida e toda jornada acadêmica. Vocês são iluminados por Deus e não me deixaram desistir, quando tudo parecia não ter mais sentido algum.*

**Dedico!!!**

## Agradecimentos

*A DEUS – o criador dos céus e terra, que enviou seu único filho para ofertar vida eterna a todo que nEle acreditar. O único digno de toda honra e glória. Obrigada oh pai pelo teu amor. Tu és lâmpada para os meus pés e luz para o meu caminho. Luz esta, que nos faz enxergar, quão perfeito e maravilhoso é o caminho estreito.*

*Ao meu orientador professor Dr. Rui Oliveira Macêdo, pela orientação, profissionalismo, confiança, paciência, encorajamento, disponibilidade e grandes ensinamentos repassados. A minha coorientadora Profa. Drª. Alecksandra Vieira de Lacerda, a qual me acompanha com seu profissionalismo e companheirismo desde a graduação, transmitindo valiosos ensinamentos. A vocês dois meu muito obrigado pela confiança depositada para a execução deste trabalho e incentivo em sempre continuar...*

*À coordenadora do Laboratório de Ecologia e Botânica (LAEB/CDSA/UFCG) – professora Drª. Alecksandra Vieira de Lacerda pela parceria estabelecida e a todos os colegas do LAEB que percorreram comigo em busca do conhecer, em especial a Arthur Almeida, Romário Almeida, Luzia Moura e Maria Pereira, pelas excursões em campo e auxílio no desenvolvimento deste trabalho, assim como ao senhor Carlos por todo auxílio nas coletas no Município de São João do Cariri. À Fernando e Wellington por todo o auxílio durante o processo de produção vegetal em viveiro. Gratidão ao Grupo de Pesquisa Conservação Ecossistêmica e Recuperação de Áreas Degradas no Semiárido - Cerdes*

*Ao professor Fábio Santos de Souza pela disponibilidade e parceria para realização de análises no Laboratório de Controle de Qualidade de Produtos Farmacêuticos - CCS/UFPB. Aos técnicos Fabricio Havy Dantas de Andrade Renata Leite, Geovani Pereira Guimarães, José Venâncio Chaves Júnior, Taynara Batista Lins e Rayanne Sales de Araújo Batista pelo auxílio na realização de análises. À companheira de Laboratório Geovana Quixabeira por todos momentos e saberes compartilhados.*

*A todo pessoal técnico do LAEB/CDSA, do IPEFARM/UFPB e da secretaria do*

*Programa de Pós-Graduação em Produtos Naturais e Sintéticos Bioativos pelo auxílio e atenção em todos os momentos.*

*À Banca Examinadora: Professores Dr. Josean Fechine Tavares, Dr. Ionaldo José Basílio Diniz, Dr. Mauro Vasconcelos Pacheco e Dr. Cícero Flávio Soares Aragão pela disponibilidade e valiosas contribuições.*

*À CAPES (Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior), pela concessão da bolsa de doutorado.*

*À mainha (dona Naná) e painha (seu Luiz- in memoriam), vos agradeço pelo imenso amor, ensinamentos e orientações. Por terem me criado nos caminhos do SENHOR, ensinando a diferir o certo do errado, com base na lei que deve ser meditada de dia e de noite. Obrigada pelo apoio e compreensão, ser filha de vocês é um privilégio infinito. Amo, vocês e os amo mais ainda por ser fruto do vosso amor.*

*Aos meus irmãos sanguíneos e de fé Dinha, (Edna Gomes Campos), Luizinho (Luiz Horácio Filho), Emanoel Campos Gomes e Neidinha (Edineide Gomes) Campos. A nossa união e amor nos tem permitido perceber diariamente como é forte o nosso elo e quão infinito é, o amor daqueles que nos embasaram para a vida – painha e mainha fundamentados no amor de Deus.*

*Aos meus avós (in memoriam) Manoel Campos (Pai), Maria das Dores (Mãe), Maria Balbina (Mãe Mica), Severino Horácio pelo amor, carinho, compreensão, confiança e apoio. Aos meu sobrinhos Miquéias, Lucas, Renan e Ana Luiza, pelo fortalecimento transmitido pela alegria e inocência. Grata sou a todos meus familiares e irmãos em cristo, que sem cessar oram por mim, em especial ao meu irmão em Cristo, avô e pai na fé Ir. Robério Colaço Maracajá. O apoio e amor de vocês me encorajam a continuar.*

*As minhas amigas Aline Daniele Silva, Nallygia Martins Santos e Rayane Pereira pelos momentos de apoio, encorajamento e risos proporcionados, mesmo nos momentos mais difíceis. Aos amigos que mesmo distante sempre estiveram comigo pelo nosso elo maior e torcida, assim como os momentos históricos durante a infância e pelos momentos de companheirismo na luta*

*durante o ensino básico! Obrigada, Valdicley Alves, Lucenilda Pereira, Robério Miranda, Geovânio Pereira e Valdete Alves.*

*Ao primo Pajé, assim autodenominado, descoberto na trajetória final desta etapa acadêmica, mas, que muito contribuiu através da atenção dispensada e companheirismo virtual, dando apoio em momentos constantes e inconstantes, com uma versatilidade única, ornamentada de humor sábio. Sou grata a Deus pela sua vida José Alex de Oliveira.*

*Enfim, o meu muito obrigado a todos que acreditaram que eu seria capaz de chegar até aqui, que me deram força e transmitiram confiança. Sem o apoio de vocês eu não teria conseguido!!!*

*Muito Obrigada!!!*

GOMES, A. C. **Tecnologias Analítica e de Produção Vegetal da Quixabeira (*Sideroxylon obtusifolium* (Roem. e Schult.) Penn.).** 2021. 228 fl. Tese (Doutorado em Produtos Naturais e Sintéticos Bioativos) Universidade Federal da Paraíba, Centro de Ciências da Saúde, João Pessoa-PB, 2021.

**RESUMO GERAL:** *Sideroxylon obtusifolium* (Roem & Schult.) T.D.Penn. é considerada como uma das plantas promissoras do futuro, em função do seu elevado potencial medicinal, entretanto, a extração inadequada da matéria prima para drogas vegetais tem comprometido sua população nos sistemas naturais, sendo necessário estudos que deem subsídio ao seu uso sustentável. Objetivou-se com este trabalho estudar as características físicas, químicas e biológicas de *S. obtusifolium* em diferentes condições ambientais e estágios de desenvolvimento, visando à produção de droga vegetal padronizada. Foi realizado o estudo fenológico de 30 espécimes no Cariri Ocidental e Oriental da Paraíba e a produção vegetal desta espécie. Foi avaliado a intensidade e sincronia das fenofases, caracterização biométrica, tratamentos pré germinativos, vigor e índice de qualidade de indivíduos. Os indivíduos jovens foram avaliados em condição integral e podada. As drogas vegetais foram avaliadas quanto ao tamanho de partícula da parte aérea e periderme do caule em diferentes ambientes, e estágio de desenvolvimento dos indivíduos jovens por meio de diferentes técnicas analíticas, análises térmicas (TG e DTA), caracterização morfológica das partículas e caracterização física farmacopeica. Foram desenvolvidos e validados, métodos para quantificação de taninos e flavonoides em drogas vegetais de espécimes adultos de Sumé por espectrofotometria UV/Vis e co-validados em drogas vegetais de espécimes adultos de São João do cariri e de jovens nos extratos fluidos e secos nebulizados. A quantificação de taninos e flavonoides foram correlacionados com os parâmetros ecológicos avaliados. Os espécimes de Sumé e São João do Cariri apresentam comportamento fenológico diferentes, caracterizando-se por diferentes respostas em relação a precipitação. Os eventos fenológicos reprodutivos de Sumé são assincrônicos e os de São João do Cariri sincrônicos. O índice de qualidade de Dickson dos indivíduos jovens apresentou correlação positiva com os dados biométricos das sementes. As drogas vegetais tamisadas com partículas 297-149 e 73-37 µm mostraram diferentes energias de ativação que permitiram a diferenciação dos espécimes adultos de diferentes ambientes. A entalpia diferenciou os indivíduos jovens em diferentes fases de desenvolvimento dos espécimes adultos. A análise morfológica demonstrou alta heterogeneidade na morfologia, tamanho e distribuição das partículas tamisadas, evidenciando que a tecnologia atual de produção e separação granulométrica das drogas vegetais medicinais precisa ser aperfeiçoada. O método analítico desenvolvido e validado para quantificação de taninos e flavonoides nas drogas vegetais de Sumé é seletivo, linear, preciso, exato e robusto. A validação parcial demonstrou linearidade, precisão e exatidão nas amostras dos espécimes adultos de São João do Cariri e nos extratos fluido e seco nebulizado dos espécimes jovens. Os extratos da parte aérea e periderme do caule apresentaram diferença significativa para os teores de taninos e flavonoides em relação ao tamanho de partícula, diferentes ambientes de coleta e diferentes estágios de desenvolvimento. Os dois primeiros componentes principais justificam mais de 98 % da variação total do conjunto de dados avaliados. A massa e diâmetro de sementes, índice de qualidade Dickson e frutificação contribuem como indicadores das concentrações de taninos e flavonoides em todos os extratos avaliados. Os dados relatados para *S. obtusifolium*, ratificam que o uso da periderme do caule deve ser substituído pelo cultivo de indivíduos jovens em função principalmente do elevado teor de flavonoides (89,54% a mais), contribuindo com a sustentabilidade da espécie.

**Palavras-chave:** Fenologia, Produção vegetal, Análise térmica, Validação analítica, Taninos, Flavonoides

GOMES, A.C. **Analytical and Plant Production Technologies of Quixabeira (*Sideroxylon obtusifolium* (Roem. and Schult.) Penn.).** 2021. 228 fl. Thesis (Doctorate in Bioactive Natural and Synthetic Products) Federal University of Paraíba, Health Sciences Center, João Pessoa-PB, 2021.

**GENERAL ABSTRACT:** *Sideroxylon obtusifolium* (Roem & Schult.) T.D.Penn. is considered as one of the promising plants for the future, due to its high medicinal potential; however, the inadequate extraction of raw material for producing plant drugs has affected its population in natural systems, requiring studies to support its sustainable use. Thus, this study aimed to analyze the physical, chemical, and biological characteristics of *S. obtusifolium* under different environmental conditions and development stages, aiming at the production of standardized plant drugs. A phenological study was conducted with 30 specimens, analyzing their production in the Western and Eastern Cariri microregions in Paraíba State, Brazil, through the intensity and synchrony of the phenophases, biometric characterization, pre-germinative treatments, vigor, and quality index of the specimens. Young specimens were analyzed in full and pruned conditions. Plant drugs were assessed as for particle size from the aerial part and stem periderm in different environments and development stages of young specimens, using different analytical techniques, thermal analysis (TG and DTA), morphological characterization of particles, and pharmacopeia physical characterization. Methods for the quantification of tannins and flavonoids in plant drugs from adult specimens from Sumé were developed and validated by UV/Vis spectrophotometry. These methods were co-validated in plant drugs from adult and young specimens from São João do Cariri, using fluid and dry nebulized extracts. The quantification of tannins and flavonoids was correlated with the evaluated ecological parameters. Specimens from Sumé and São João do Cariri have different phenological behavior, characterized by different responses to precipitation. Asynchronous and synchronous reproductive phenological events were observed in specimens from Sumé and São João do Cariri, respectively. The Dickson quality index of young individuals showed a positive correlation with the biometric data of seeds. Plant drugs with particles of 297–149 and 73–37 µm had different activation energies, which allowed the distinction of adult specimens from different environments. Enthalpy differentiated young individuals at different development stages in adult specimens. The morphological analysis showed high heterogeneity in the morphology, size, and distribution of sieved particles, demonstrating that the current technology of production and granulometric separation of medicinal plant drugs needs to be improved. The analytical method developed and validated for the quantification of tannins and flavonoids in plant drugs from Sumé is selective, linear, precise, accurate, and robust. The partial validation demonstrated linearity, precision, and accuracy in the samples from adult specimens and in fluid and dry nebulized extracts from young specimens in São João do Cariri. The extracts from the aerial part and stem peridermis had significant differences for tannins and flavonoids regarding particle size, different collection environments, and different development stages. The first two principal components accounted for more than 98% of the total variation in the assessed dataset. Seed mass and diameter, Dickson quality index, and fruiting contribute as indicators of tannin and flavonoid concentrations in all analyzed extracts. The data recorded for *S. obtusifolium* confirms that the use of stem periderm should be replaced by the cultivation of young individuals due mainly to the high content of flavonoids (89.54% more), contributing to the species sustainability.

**Keywords:** Phenology, Plant production, Thermal analysis, Analytical validation, Tannins, Flavonoids

## LISTA DE FIGURAS

### CAPÍTULO II

#### **Fenologia, Produção e Desenvolvimento Vegetal de Espécimes de *Sideroxylon obtusifolium* (Roem. & Schult.) T.D.Penn. no Semiárido Paraibano**

Figura 1. Localização do riacho da Umburana em Sumé e do riacho Gangorra em São João do cariri no cariri paraibano.....	64
Figura 2. Registro da caracterização de espécimes adultas de <i>Sideroxylon obtusifolium</i> no Cariri Paraibano.....	65
Figura 3. Fenofases de <i>Sideroxylon obtusifolium</i> nos Municípios de Sumé e São João do Cariri – Semiárido paraibano.....	66
Figura 4. Caracterização de frutos (A) e sementes (B) de espécimes de <i>Sideroxylon obtusifolium</i> coletadas no Município de São João do cariri – Semiárido paraibano.....	68
Figura 5. Imagens do monitoramento biométrico da produção vegetal de <i>Sideroxylon obtusifolium</i> .....	70
Figura 6. Comportamento fenológico de <i>Sideroxylon obtusifolium</i> com base na Intensidade de Fournier e precipitação nos Municípios de Sumé (A, B, C, D, E) de 2016-2017 e São João do Cariri (F, G, H, I, J) de 2017-2018.....	72
Figura 7. Índice de sincronia de <i>Sideroxylon obtusifolium</i> no período reprodutivo nos Municípios de Sumé e São João do Cariri.....	75
Figura 8. Emergência e Índice de Velocidade de Emergência de diferentes matrizes submetidas a diferentes tratamentos de superação de dormência de <i>Sideroxylon obtusifolium</i> do Município de São João do Cariri no Cariri Paraibano.....	77
Figura 9. Vigor com base no desenvolvimento de altura, diâmetro e massa fresca e seca de indivíduos de <i>Sideroxylon obtusifolium</i> dois meses após a emergência submetidos a diferentes tratamentos pré-germinativos por imersão em água em diferentes tempos.....	79
Figura 10. Desenvolvimento do comprimento de mudas integrais (A) e de mudas podadas (B) de <i>Sideroxylon obtusifolium</i> ao longo de um ano.....	81
Figura 11. Desenvolvimento diamétrico de mudas integrais (A) e de mudas podadas (B) de <i>Sideroxylon obtusifolium</i> ao longo de um ano.....	83
Figura 12. Desenvolvimento de massa fresca de mudas integrais (A) e de mudas podadas (B) de <i>Sideroxylon obtusifolium</i> ao longo de um ano.....	84
Figura 13. Desenvolvimento de massa seca de mudas integrais (A) e de mudas podadas (B) de <i>Sideroxylon obtusifolium</i> ao longo de um ano.....	85

Figura 14. Correlação entre as fenofases reprodutivas, caracterização de sementes, produção e desenvolvimento vegetal de <i>Sideroxylon obtusifolium</i> .....	88
Figura 15. Figura 15. Análise fatorial das fenofases reprodutivas, caracterização de sementes, produção e desenvolvimento vegetal de <i>Sideroxylon obtusifolium</i> .....	89
<b>CAPÍTULO III</b>	
<b>Caracterização Física e Tecnológica de drogas vegetais de <i>Sideroxylon obtusifolium</i> (Roem. &amp; Schult.) T.D.Penn.</b>	
Figura 1. Curvas termogravimétricas em atmosfera de ar sintético em razões de aquecimento (RZ) de 10, 20 e 40 °C / min-1 para drogas vegetais da parte aérea de diferentes matrizes de <i>Sideroxylon obtusifolium</i> , com diferentes tamanhos de partícula, coletadas em áreas de mata ciliar na Caatinga, nos municípios de Sumé (M1-M3) e São João do Cariri (M4-M6), Cariri paraibano, Brasil.....	106
Figura 2. Curvas termogravimétricas em atmosfera de Nitrogênio em razões de aquecimento (RZ) de 10, 20 e 40 °C / min-1 para drogas vegetais da parte aérea de diferentes matrizes de <i>Sideroxylon obtusifolium</i> , com diferentes tamanhos de partícula, coletadas em áreas de mata ciliar na Caatinga, nos municípios de Sumé (M1-M3) e São João do Cariri (M4-M6), Cariri paraibano, Brasil.....	108
Figura 03. Curvas da análise térmica diferencial da parte aérea de diferentes espécimes <i>Sideroxylon obtusifolium</i> em diferentes faixas granulométricas.....	109
Figura 4. Curvas termogravimétricas em atmosfera de ar sintético em razões de aquecimento (RZ) de 10, 20 e 40 °C / min-1 para drogas vegetais da periderme do caule de diferentes matrizes de <i>Sideroxylon obtusifolium</i> , com diferentes tamanhos de partículas, coletadas em áreas de mata ciliar na Caatinga, nos municípios de Sumé (M1-M3) e São João do Cariri (M4-M6), Cariri paraibano, Brasil.....	111
Figura 5. Curvas termogravimétricas em atmosfera de Nitrogênio em razões de aquecimento (RZ) de 10, 20 e 40 °C / min-1 para drogas vegetais da periderme do caule de diferentes matrizes de <i>Sideroxylon obtusifolium</i> , com diferentes tamanhos de partícula, coletadas em áreas de mata ciliar na Caatinga, nos municípios de Sumé (M1-M3) e São João do Cariri (M4-M6), Cariri paraibano, Brasil.....	112
Figura 6. Curvas da análise térmica diferencial da periderme do caule de diferentes espécimes <i>Sideroxylon obtusifolium</i> em diferentes faixas granulométricas.....	114
Figura 7. Curvas termogravimétricas em atmosfera de ar sintético em razões de aquecimento (RZ) de 10, 20 e 40 °C / min-1 para drogas vegetais indivíduos jovens de <i>Sideroxylon obtusifolium</i> em diferentes estágios de desenvolvimento.....	116
Figura 8. Curvas termogravimétricas em atmosfera de nitrogênio em razões de aquecimento (RZ) de 10, 20 e 40 °C / min-1 para drogas vegetais indivíduos jovens de <i>Sideroxylon obtusifolium</i> em diferentes estágios de desenvolvimento.....	119
Figura 9. Curvas da análise térmica diferencial de indivíduos jovens de <i>Sideroxylon obtusifolium</i> em diferentes estágios de desenvolvimento.....	122

Figura 10. Energia de ativação em partículas de 247-149, 148-74 e 73-37 $\mu$ m da parte aérea (A, B, C), periderme do caule (D, E, F) e em indivíduos jovens de <i>Sideroxylon obtusifolium</i> em diferentes estágios de desenvolvimento (G). Parte aérea de Sumé em atmosfera de nitrogênio (SMAN) e ar sintético (SMAA).....	125
Figura 11. Energia de ativação na atmosfera de ar sintético da parte aérea e periderme do caule de Sumé (SMAA e SMPA), São João do Cariri (SJCAA e SJCPA) e de indivíduos jovens de <i>Sideroxylon obtusifolium</i> dos 2- 6 e 8-12 meses de desenvolvimento (J2-6A e J8-12A respectivamente).....	126
Figura 12. Entalpia da principal etapa de decomposição (primeira etapa) da parte aérea (A) e periderme do caule (B) de Sumé e São João do Cariri em diferentes tamanhos de partículas.....	127
Figura 13. Entalpia da principal etapa de decomposição (primeira etapa) da parte aérea de São João do Cariri (SJC), Sumé (SM) e de indivíduos jovens cultivados (2-6 meses e 8-12 meses).....	128
Figura 14. Entalpia da maior etapa de decomposição da parte aérea de São João do Cariri (SJC), Sumé (SM) e de indivíduos jovens cultivados (J2-6 meses e J8-12 meses).....	129
Figura 15. Imagem geral das partículas de drogas vegetais da parte aérea (A), periderme do caule (B) e de indivíduos jovens (C) de <i>Sideroxylon obtusifolium</i> .....	130
Figura 16. Contribuição numérica e volumétrica dos diferentes tamanhos de partículas da droga vegetal da parte aérea de <i>Sideroxylon obtusifolium</i> . 149-297 $\mu$ m (A, B), 148-74 $\mu$ m (C, D) e 73-37 $\mu$ m (E, F).....	131
Figura 17. Contribuição numérica e volumétrica dos diferentes tamanhos de partículas da droga vegetal da periderme do caule de <i>Sideroxylon obtusifolium</i> . 149-297 $\mu$ m (A, B), 148-74 $\mu$ m (C, D) e 73-37 $\mu$ m (E, F).....	132
Figura 18. Contribuição numérica (A) e volumétrica (B) da droga vegetal de indivíduos jovens de <i>Sideroxylon obtusifolium</i> .....	133

#### *CAPÍTULO IV*

#### **Validação Analítica de Taninos e Flavonoides da Parte Aérea e Periderme do caule de *Sideroxylon obtusifolium* (Roem. & Schult.) T.D.Penn.**

Figura 1. Espectros de UV-Vis da solução padrão (Catequina), e da parte aérea e da periderme do caule de <i>Sideroxylon obtusifolium</i> .....	149
Figura 2. Linearidade do padrão catequina, da parte aérea e da periderme do caule de <i>Sideroxylon obtusifolium</i> .....	150
Figura 3. Linearidade do padrão quercetina, da parte aérea e da periderme do caule de <i>Sideroxylon obtusifolium</i> .....	151

Figura 4. Paralelismo entre as retas da concentração de taninos dos extratos da droga vegetal da parte aérea (A) e da periderme do caule (B) de <i>Sideroxylon obtusifolium</i> com ambas amostras fortificadas com catequina.....	155
Figura 5. Paralelismo entre as retas da concentração de flavonoides dos extratos da droga vegetal da parte aérea (A) e da periderme do caule (B) de <i>Sideroxylon obtusifolium</i> com ambas amostras fortificadas com quercetina.....	156
Figura 6. Linearidade da concentração de taninos e flavonoides das drogas vegetais da parte aérea e da periderme do caule de espécime adulta e de jovens integrais de <i>Sideroxylon obtusifolium</i> coletado em São João do Cariri.....	159
Figura 7. Linearidade da concentração de flavonoides nas drogas vegetais da parte aérea e da periderme do caule de espécime adulto coletado em São João do Cariri e do extrato fluido e seco de jovens integrais de <i>Sideroxylon obtusifolium</i> .....	159
<b>CAPÍTULO V</b>	
<b>Quantificação de Flavonoides e Taninos em Espécimes Jovens e Adultas de <i>Sideroxylon obtusifolium</i> (Roem. &amp; Schult.) T.D.Penn. e sua Associação com Parâmetros Ecológicos Avaliados por Diferentes Técnicas</b>	
Figura 1. Concentração de taninos (% e mg/g) em partículas 297-149 µm (A), 148-74 µm (B) e 73-37 µm (C) da parte aérea e periderme do caule de diferentes espécimes em diferentes áreas de mata ciliar no Cariri Paraibano.....	173
Figura 2. Concentração de flavonoides (% e mg/g) em partículas 297-149 µm (A), 148-74 µm (B) e 73-37 µm (C) da parte aérea e periderme do caule de diferentes espécimes em diferentes áreas de mata ciliar no Cariri Paraibano.....	174
Figura 3. Produção de taninos (A) e flavonoides (B) em plantas integrais de <i>Sideroxylon obtusifolium</i> ao longo do tempo.....	176
Figura 4. Produção de taninos (A) e flavonoides (B) em plantas de <i>Sideroxylon obtusifolium</i> podadas ao longo do tempo.....	178
Figura 5: Médias de todas as matrizes na Produção de Flavonoides (A) e taninos (B) no cultivo de plantas integrais (P I) e podadas (P P) de <i>Sideroxylon obtusifolium</i> .....	180
Figura 6. Linearidade da concentração de taninos no cultivo de plantas integrais (P I) e podadas (P P) de <i>Sideroxylon obtusifolium</i> ao longo do tempo.....	181
Figura 7. Linearidade da concentração de Flavonoides no cultivo de plantas integrais (P I) e podadas (P P) de <i>Sideroxylon obtusifolium</i> dos 2 a 12 meses (A) e dos 4 a 12 meses (B) de desenvolvimento.....	182
Figura 8. Análise de componentes principais da produção de taninos e flavonoides na periderme do caule com parâmetros ecológicos avaliados por diferentes técnicas em espécimes de <i>Sideroxylon obtusifolium</i> .....	185

Figura 9. Matriz de correlação via fatores principais da produção de taninos e flavonoides na periderme do caule com parâmetros ecológicos avaliados por diferentes técnicas em espécimes de <i>Sideroxylon obtusifolium</i> .....	186
Figura 10. Análise de componentes principais da produção de taninos e flavonoides da parte aérea com parâmetros ecológicos avaliados por diferentes técnicas em espécimes de <i>Sideroxylon obtusifolium</i> .....	187
Figura 11. Matriz de correlação via fatores principais da produção de taninos e flavonoides da parte aérea com parâmetros ecológicos avaliados por diferentes técnicas em espécimes de <i>Sideroxylon obtusifolium</i> .....	188
Figura 12. Análise de componentes principais de espécimes jovens cultivadas de <i>Sideroxylon obtusifolium</i> .....	189
Figura 13. Matriz de correlação via fatores principais da produção de taninos e flavonoides da parte aérea com parâmetros ecológicos avaliados por diferentes técnicas em espécimes de <i>Sideroxylon obtusifolium</i> .....	191

## LISTA DE TABELAS

### CAPÍTULO II

#### **Fenologia, Produção e Desenvolvimento Vegetal de Espécimes de *Sideroxylon obtusifolium* (Roem. & Schult.) T.D.Penn. no Semiárido Paraibano**

Tabela 1. Caracterização biométrica de frutos e sementes de diferentes espécimes de <i>Sideroxylon obtusifolium</i> do Riacho Gangorra, São João do Cariri no Cariri Paraibano.....	76
Tabela 2. Desenvolvimento de indivíduos integrais e de indivíduos podados ao longo do tempo de <i>Sideroxylon obtusifolium</i> .....	86
Tabela 3. Comunalidades e Variância Específica das categorias das fenofases reprodutivas, caracterização de sementes, produção e desenvolvimento vegetal de <i>Sideroxylon obtusifolium</i> .....	89

### CAPÍTULO III

#### **Caracterização Física e Tecnológica de drogas vegetais de *Sideroxylon obtusifolium* (Roem. & Schult.) T.D.Penn.**

Tabela 1. Descrição dos eventos observados na análise térmica diferencial da parte aérea de diferentes espécimes <i>Sideroxylon obtusifolium</i> em diferentes faixas granulométricas.....	110
Tabela 2. Descrição dos eventos observados na análise térmica diferencial da periderme do caule de diferentes espécimes <i>Sideroxylon obtusifolium</i> em diferentes faixas granulométricas.....	115
Tabela 3. Descrição dos eventos de degradação térmica em atmosfera de ar sintético da parte aérea de indivíduos de <i>Sideroxylon obtusifolium</i> em diferentes estágios de desenvolvimento em atmosfera de ar sintético.....	117
Tabela 4. Descrição dos eventos de degradação térmica da parte aérea de indivíduos jovens de <i>Sideroxylon obtusifolium</i> em diferentes estágios de desenvolvimento em atmosfera de Nitrogênio.....	120
Tabela 5. Descrição dos eventos observados na análise térmica diferencial dos indivíduos jovens de <i>Sideroxylon obtusifolium</i> em diferentes estágios de desenvolvimento.....	122
Tabela 6. Energia de ativação para a degradação térmica do principal evento em amostras de <i>Sideroxylon obtusifolium</i> .....	124
Tabela 7. Caracterização farmacopeica dos pós da droga vegetal e dos extratos fluido e seco da parte aérea e periderme do caule de <i>Sideroxylon obtusifolium</i> .....	134

### CAPÍTULO IV

#### **Validação Analítica de Taninos e Flavonoides da Parte Aérea e Periderme do caule de *Sideroxylon obtusifolium* (Roem. & Schult.) T.D.Penn.**

Tabela 1. Limite de detecção (LD) e quantificação (LQ) de taninos ( $\mu\text{g}/\text{mL}$ ) para a catequina, e para parte aérea e periderme do caule de <i>Sideroxylon obtusifolium</i> .....	152
Tabela 2. Limite de detecção (LD) e quantificação (LQ) de flavonoides ( $\mu\text{g}/\text{mL}$ ) para a quercetina, e para a parte aérea e periderme do caule de <i>Sideroxylon obtusifolium</i> .....	152
Tabela 3. Precisão intermediária de taninos (padrão catequina) ( $\mu\text{g}/\text{mg}$ ), de flavonoides (padrão quercetina) ( $\mu\text{g}/\text{mg}$ ) da parte aérea e da periderme do caule da droga vegetal ( $\text{mg}/\text{g}$ ) de <i>Sideroxylon obtusifolium</i> .....	153
Tabela 4. Exatidão das concentrações de taninos e flavonoides da droga vegetal da parte aérea e da periderme do caule de <i>Sideroxylon obtusifolium</i> .....	153
Tabela 5. Teste de recuperação das concentrações de taninos da droga vegetal da parte aérea e da periderme do caule de <i>Sideroxylon obtusifolium</i> com adição fixa do padrão catequina em cinco concentrações.....	154
Tabela 6. Teste de recuperação das concentrações de flavonoides da droga vegetal da parte aérea e da periderme do caule de <i>Sideroxylon obtusifolium</i> com adição fixa do padrão quercetina em cinco concentrações.....	154
Tabela 7. Ensaios de robustez nas soluções fluídas de catequina, parte aérea e periderme do caule <i>Sideroxylon obtusifolium</i> .....	157
Tabela 8. Ensaios de robustez nas soluções fluídas de quercetina, parte aérea e periderme do caule de <i>Sideroxylon obtusifolium</i> .....	157
Tabela 9. Precisão intermediária de taninos e flavonoides da droga vegetal da parte aérea e periderme do caule ( $\text{mg}/\text{g}$ ) de espécime adulto e jovem de <i>Sideroxylon obtusifolium</i> coletada em São João do Cariri.....	160
Tabela 10. Exatidão das concentrações de taninos e flavonoides da droga vegetal da parte aérea e da periderme do caule de <i>Sideroxylon obtusifolium</i> .....	161

## CAPÍTULO V

### Quantificação de Flavonoides e Taninos em Espécimes Jovens e Adultas de *Sideroxylon obtusifolium* (Roem. & Schult.) T.D.Penn. e sua Associação com Parâmetros Ecológicos Avaliados por Diferentes Técnicas

Tabela 01. Produção de taninos e flavonoides em espécimes de <i>Sideroxylon obtusifolium</i> em diferentes ambientes e com diferentes tamanhos de partículas.....	175
Tabela 2. Produção de taninos e flavonoides em indivíduos integrais e de indivíduos podados em diferentes matrizes de <i>Sideroxylon obtusifolium</i> .....	179
Tabela 3. Produção de taninos e flavonoides de indivíduos integrais e de indivíduos podados ao longo do tempo de <i>Sideroxylon obtusifolium</i> .....	179

Tabela 4: Produção de Flavonoides e taninos em espécimes adultas (parte aérea e periderme do caule) e jovens (integrais e podadas) de <i>Sideroxylon obtusifolium</i> .....	180
Tabela 5. Variância Específica, Comunalidades e cargas fatoriais das categorias das fenofases reprodutivas, caracterização de sementes, desenvolvimento vegetal, produção de taninos e flavonoides na periderme do caule, parte aérea e em indivíduos jovens de <i>Sideroxylon obtusifolium</i> .....	192

## SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO .....	24
CAPÍTULO I.....	26
Fundamentação Teórica.....	26
1. Caatinga no contexto ambiental e medicinal do Semiárido brasileiro .....	27
2. Desafios na Tecnologia de processos e produtos de plantas medicinais nativas.....	31
3. <i>Sideroxylon obtusifolium</i> (Roemer & Schultes) T. D. Penn.: Marcadores ecológicos e farmacológicos.....	34
4. Caracterização ecológica de <i>Sideroxylon obtusifolium</i> como Base à produção de mudas e de drogas vegetais padronizadas .....	37
5. Métodos e técnicas analíticas .....	39
6. Análise térmica .....	41
7. Taninos e flavonoides.....	43
REFERÊNCIAS .....	45
CAPÍTULO II.....	59
Fenologia, Produção e Desenvolvimento Vegetal de Espécimes de <i>Sideroxylon obtusifolium</i> (Roem. & Schult.) T.D.Penn. no Semiárido Paraibano .....	59
1. INTRODUÇÃO .....	62
2. MATERIAL E MÉTODOS .....	63
2.1 Área de Estudo .....	63
2.2 Coleta e análise dos dados .....	65
2.2.1 Fenologia .....	65
3.2.2 Caracterização biométrica de frutos e sementes .....	67
3.2.3 Produção de Mudas.....	68
3. RESULTADOS E DISCUSSÃO .....	70
3.1 Fenologia de <i>Sideroxylon obtusifolium</i> .....	70
3.2 Caracterização biométrica de sementes e produção vegetal <i>Sideroxylon obtusifolium</i> .....	75
4. CONCLUSÃO .....	91
REFERÊNCIAS .....	92
CAPÍTULO III .....	98
Caracterização Física e Tecnológica de drogas vegetais de <i>Sideroxylon obtusifolium</i> (Roem. & Schult.) T.D.Penn. .....	98
1. INTRODUÇÃO .....	101

2. MATERIAL E MÉTODOS .....	102
2.1 Obtenção e processamento das drogas vegetais .....	102
2.2 Caracterização termogravimétrica (TG).....	103
2.3 Análise térmica diferencial (DTA).....	103
2.4 Caracterização morfológica dos diferentes tamanhos de partículas das drogas vegetais.	103
2.5 Caracterização Farmacopeica.....	104
2.5.1 <i>Material estranho</i> .....	104
2.5.2 <i>Determinação de água</i> .....	104
2.5.3 <i>Determinação de cinzas totais</i> .....	104
2.5.4 <i>Densidade</i> .....	105
2.5.5 <i>Determinação de resíduo seco dos extratos</i> .....	105
2.5.6 <i>Determinação do pH</i> .....	105
2.5 Análise estatística .....	105
3. RESULTADOS E DISCUSSÃO .....	105
3.1 Caracterização termogravimétrica e térmica diferencial da parte aérea de espécimes de <i>Sideroxylon obtusifolium</i> .....	105
3.2 Caracterização termogravimétrica da periderme do caule de espécimes de <i>Sideroxylon obtusifolium</i> .....	111
3.3 Caracterização termogravimétrica e térmica diferencial de indivíduos jovens de <i>Sideroxylon obtusifolium</i> em diferentes estágios de desenvolvimento.....	116
3.4 Determinação da energia de ativação e entalpia de espécimes adultas e de indivíduos jovens de <i>Sideroxylon obtusifolium</i> .....	123
3.5 Caracterização morfológica dos diferentes tamanhos de partículas das drogas vegetais de <i>Sideroxylon obtusifolium</i> .....	129
3.6 Caracterização farmacopeica.....	134
4. CONCLUSÃO .....	135
REFERÊNCIAS .....	136
CAPÍTULO IV .....	139
Validação Analítica de Taninos e Flavonoides da Parte Aérea e Periderme do caule de <i>Sideroxylon obtusifolium</i> (Roem. & Schult.) T.D.Penn. ....	139
1. INTRODUÇÃO .....	142
2. METODOLOGIA .....	143
2.1. Seleção de espécimes e Processamento da droga vegetal .....	143
2.2 Extração, preparo e leitura das soluções .....	143
2.3 Validação analítica .....	145

2.3.1 Seletividade.....	145
2.3.2 Linearidade.....	145
2.3.3 Limites de detecção e quantificação.....	146
2.3.4 Precisão .....	146
2.3.5 Exatidão/Recuperação.....	146
2.3.6 Efeito Matriz.....	147
2.3.7 Robustez.....	147
2.4 Validação parcial.....	147
2.6 Análise estatística.....	148
3. RESULTADOS E DISCUSSÃO .....	148
3.1. Validação analítica .....	148
3.1.1 Seletividade.....	148
3.1.2. Linearidade.....	150
3.1.3. Limite de Detecção e Quantificação .....	151
3.1.4. Precisão .....	152
3.1.5. Exatidão/Recuperação.....	153
3.1.6. Efeito Matriz .....	155
3.1.7. Robustez.....	156
3.2 Validação Parcial.....	158
4. CONCLUSÃO .....	161
REFERÊNCIAS .....	162
CAPÍTULO V .....	166
Quantificação de Flavonoides e Taninos em Espécimes Jovens e Adultas de <i>Sideroxylon obtusifolium</i> (Roem. & Schult.) T.D.Penn. e sua Associação com Parâmetros Ecológicos .	166
1. INTRODUÇÃO .....	169
2. MATERIAL E MÉTODOS .....	170
2.1 Obtenção e processamento das drogas vegetais .....	170
2.2 Extração, preparo e leitura das soluções.....	171
2.2.1 Determinação da concentração de taninos .....	171
2.2.2 Determinação da concentração de flavonoides .....	172
2.2 Relação da quantificação de taninos e flavonoides com parâmetros ecológicos .....	172
2.3 Análise estatística.....	172
3. RESULTADOS E DISCUSSÃO .....	173
4. CONCLUSÃO .....	195

REFERÊNCIAS .....	196
CONSIDERAÇÕES FINAIS .....	200
APÊNDICES .....	203

## **INTRODUÇÃO**

## 1. INTRODUÇÃO

O Brasil é detentor da maior biodiversidade do planeta, tendo grande responsabilidade na conservação desse legado, o que envolve elevados investimentos financeiros, científicos e de desenvolvimento tecnológico (CORADIN; CAMILLO, 2018). Dentro os Biomas Brasileiros, a Caatinga se destaca por ser exclusivamente brasileira, com potencial ecológico e bioeconômico único, sendo a utilização sustentável dos componentes da sua diversidade biológica por meio de um modelo de desenvolvimento um grande desafio para o Brasil.

O uso sustentável de plantas medicinais e da fitoterapia é um ramo promissor para este País, com possibilidades de grandes avanços econômicos, sociais e ambientais. Medicamentos à base de plantas movimentam, em termos globais, aproximadamente US\$ 20 bilhões de dólares anuais, que correspondem de 5 a 7% do mercado e, apesar da exploração farmacológica da biodiversidade brasileira ser ainda incipiente, a indústria nacional contribui com cerca de 25% do mercado mundial (CORADIN *et al.*, 2018).

As plantas medicinais representam o tipo de tratamento mais acessível para cerca de 80% da população, principalmente entre os países em desenvolvimento (MOREIRA *et al.*, 2010). Entretanto, pouco se conhece sobre a cadeia de processos que asseguram a eficácia e segurança no seu uso e de seus derivados, o que tem fragilizado o setor, sendo portanto, um dos maiores entraves para o alavanque de fitocomplexos no Brasil. Melo *et al.* (2007) destaca a importância da necessidade do controle de qualidade de toda cadeia produtiva, ou seja, do cultivo da droga vegetal até o produto final. Sendo necessário a elucidação dos diferentes processos e padronizações sobre o controle de drogas vegetais.

Relacionado ao potencial farmacológico, até 2008 tinham sido estudadas 90 espécies do Semiárido, das quais foram extraídos 536 extratos, sendo 58 promissores (GIULIETTI, 2008). Esses números veem se ampliando através de novos estudos (AGUIAR *et al.*, 2012; CAFFARO, 2014; AQUINO *et al.*, 2016; VIEIRA *et al.*, 2016). Entretanto, trata-se de uma área ainda pouco conhecida para o vasto potencial de cada espécie presente nas caatingas.

Os estudos farmacoquímicos associados a botânica, capacidade suporte dos sistemas, dinâmica sazonal e fitotecnia de plantas medicinais da Caatinga são essenciais, pois apenas através da associação destes conhecimentos é possível a obtenção de extratos padronizados para a produção de fitofármacos dentro dos princípios da sustentabilidade e com controle de qualidade estabelecido pela Agência de Vigilância Sanitária (ANVISA, 2017).

As diferentes fenofases das plantas influenciam significativamente nos teores de liberação de princípios ativos. Variações nos teores de fenólicos foram registradas e indicados como possível produto dos estágios específicos da planta ou a características ecológicas dos

ambientes em folhas de *Tournefortia paniculata* cham (MORAES *et al.*, 2007), assim como, a parâmetros edafoclimáticos ao longo de um ano, incluindo a estação chuvosa e estação seca em *Stryphnodendron adstringens* (Mart.) Coville e *Stryphnodendron polypyllum* (Mart.) Coville (JACOBSON *et al.*, 2005). Entretanto, não existe critérios que relacionem as características específicas dos vegetais em geral, com os metabólitos secundários para indicar o estádio ideal da coleta. Neste sentido, a quantificação destes compostos, assim como seu comportamento durante as fenofases é de grande importância para agregação de conhecimento dos aspectos de produção e comercialização de drogas vegetais (BORGES, 2013).

A família Sapotaceae tem apresentado espécies com atividade antibacteriana, antifúngica, antiviral, antitumoral, anti-helmíntica, analgésica, antipirética e antinflamatória, estrogênica, antiespasmolítica, anticonvulsivante, depressora do SNC e anti-hiperglicêmica (MONTENEGRO *et al.*, 2006; SILVA *et al.*, 2009; SANTOS *et al.*, 2015;). *Sideroxylon obtusifolium* (Roem. e Schult.) (Sapotaceae) apresenta ampla distribuição na caatinga e é detentora de diversos registros no que se refere a sua importância ecológica e farmacológica, registrada através de estudos ecológicos, etnobotânicos, farmacológicos e fitoquímicos (MAIA, 2004; ALBUQUERQUE; HANAZAKI, 2006; AQUINO *et al.*, 2016; AQUINO *et al.*, 2020).

O uso supressor de *S. obtusifolium* em função da retirada de cascas para finalidade medicinal por comunidades tradicionais (MARQUES *et al.*, 2010) a tem colocado em situação de vulnerabilidade no que se refere a sua conservação no Semiárido paraibano. Esta espécie caracteriza-se como clímax e com diversos registros de dificuldades nos seus aspectos fitotécnicos. Não existe estudos da caracterização de drogas vegetais de *S. obtusifolium* quanto a variabilidade de espécimes, ambientes e estádio de desenvolvimento, se fazendo necessário o uso de técnicas e métodos confiáveis que caracterize esta espécie quanto a estes aspectos.

Os estudos fenológicos são considerados como um dos melhores parâmetros para caracterização de ecossistemas (NEVES *et al.*, 2010), dando suporte a produção vegetal que é base para reintegração de espécies aos sistemas naturais e ao cultivo para uso sustentável. Análises térmicas tem sido amplamente utilizado para caracterização de drogas vegetais, sendo de grande importância no controle de qualidade de drogas e extratos, assim como técnicas espectrofotométricas validadas para quantificação de marcadores químicos (WENDLANDT, 1986; CUINICA; MACÊDO, 2018; GUIMARÃES *et al.*, 2018).

Objetivou-se estudar as características físicas, químicas e biológicas de *S. obtusifolium* por diferentes técnicas nas suas diferentes fases de desenvolvimento e variabilidade espacial, visando à produção de droga vegetal padronizada e as suas possíveis correlações com parâmetros ecológicos.

*CAPÍTULO I*  
**Fundamentação Teórica**

## **1. Caatinga no contexto ambiental e medicinal do Semiárido brasileiro**

A região Semiárida brasileira é definida e traduzida pelas peculiaridades e heterogeneidade das condições naturais como o clima, solo, topografia e vegetação. Segundo Mendes (1986), o traço mais marcante dessa região é o clima, principalmente pela existência de um regime pluviométrico que delimita duas estações bem distintas: uma curta estação chuvosa de 3 a 5 meses, denominada de inverno e uma longa estação seca, chamada de verão, com duração de 7 a 9 meses.

De acordo com Prado (2003), a região Semiárida é caracterizada por apresentar um clima com sistema de chuvas extremamente irregular no tempo e no espaço, com variação média de desvio de 20% à até mais de 50%. Dentre as regiões Semiáridas do mundo, o Semiárido brasileiro é um dos que detém o maior índice pluviométrico. Esta região é caracterizada pela pluviosidade média entre 300 e 800 mm/ano, temperaturas médias de 23 a 39º C, altas taxas de radiação solar, com forte evaporação potencial (mais de 2.000 mm/ano) e baixa umidade relativa (CÁRITAS BRASILEIRO, 2002; GANEM, 2017). Deste modo, tem-se que o conhecimento do sincronismo e da amplitude das chuvas vem a ser fundamental para o estudo da dinâmica do ecossistema. Segundo Ricardo *et al.* (2018) a geografia e flora do Semiárido são contrastantes, ocorrendo na mesma latitude, ambientes de elevada umidade com hegemonia de florestas tropicais perenifólias e com florestas caducifólias e sub caducifólias.

De acordo com o novo levantamento do MMA (2017), a Caatinga ocupa 12% do território nacional com extensão original de 826.441 km<sup>2</sup>, sendo que em 2011, 45,82% da área total já tinha sido desmatada. Este Bioma é considerado exclusivamente brasileiro e o mais biodiverso do mundo dentre os biomas das regiões Semiáridas. Entretanto, é o ecossistema menos conhecido da América do Sul, tendo em vista, o pequeno número de pesquisas realizadas no mesmo, decorrente da sua desvalorização. De acordo com último levantamento realizado pelo ministério do meio ambiente foram registradas 4.508 espécies de plantas, 153 de mamíferos, 510 de aves, 107 de répteis, 49 de anfíbios e 185 de peixes. Os levantamentos florísticos apontam grande número de endemismos. Somente entre as plantas herbáceas, registraram-se 18 gêneros e 318 espécies endêmicas, e entre as cactáceas, 41 espécies endêmicas MMA (2016). Considerando as plantas vasculares, foram registradas 4.746 espécies quase que exclusivamente de angiospermas, que compreendem 173 famílias, 1.225 gêneros e 4.746 espécies, das quais 913 são endêmicas (FLORA DO BRASIL, 2017).

A extensão da Caatinga, a torna uma região estratégica no processo de mudanças globais, sendo assim, dentre outros motivos, reconhecida como uma das 37 grandes regiões naturais do

planeta (AGUIAR *et al.*, 2002). Para Alves, Araujo e Nascimento (2009), os aspectos climatológicos tornam a Caatinga uma formação complexa do ponto de vista espacial, onde sua fisionomia varia bastante dentro do Semiárido brasileiro, tornando difícil de enquadrá-la numa classificação universal. O mesmo autor afirma que na Paraíba dentro das três regiões climáticas (a fachada atlântica tropical aliseana e úmida, a superfície do planalto da Borborema, onde se situam os Cariris, com seu clima semiárido acentuado e o Sertão, também localizado na faixa Semiárida), as espécies da Caatinga aparecem em comunidade-tipo, variando de agreste (zona de transição) ao sertão.

Segundo Alves (2007), as variações climáticas dentro das microrregiões do Semiárido contribuem para a formação de 12 diferentes tipos de caatingas, que chamam a atenção pelos exemplos fascinantes de adaptações às faixas Semiáridas. Esse fato é atribuído por Alves, Araujo e Nascimento (2009), como uma explicação parcial da grande diversidade de espécies vegetais. Conforme Tabarelli e Silva (2003), as caatingas são caracterizadas pela formação de florestas secas, vegetação arbustiva (savanas estépicas e enclaves de florestas úmidas, montanas e cerrados).

A falta de conhecimento dos aspectos naturais e potenciais dessa região tem gerado uma série de consequências e problemas, os quais têm reduzido significativamente a biodiversidade e dificultado a existência da vida, inclusive a humana, nesta região. Para Maia (2004), os poucos conhecimentos a cerca desse Bioma, não é motivo para ausência de ações para sua conservação e restauração.

Por muito tempo a Caatinga foi negligenciada como uma região não prioritária para conservação. O uso inadequado e a exploração predatória dos recursos naturais levaram a região ao segundo lugar entre os biomas brasileiros mais alterados pela atividade humana, onde 52% do bioma sofre com problemas de degradação (ICMBIO, 2016). Dentre outras atividades responsáveis pela supressão dos recursos naturais da caatinga como extração de madeira, criação extensiva de animais encontra-se a retirada de cascas de espécies medicinais que é em sua maioria realizada de forma inadequada, comprometendo os sistemas condutores da seiva, afetando o desenvolvimento e longevidade da planta (AGRA *et al.*, 2007; SANTOS *et al.*, 2012).

Dentre alternativas para conservação dos recursos naturais e geração de renda nesse sistema, Oliveira *et al.* (2009) cita a etnobotânica praticada de forma sustentável como uma alternativa viável, tendo em vista que esta encontra-se inserida em um cenário de diversidade cultural e biológica, onde plantas medicinais com interesse de mercado apresentam grandes potenciais na geração de renda em comunidades, favorecendo assim sustentabilidade ambiental.

Pesquisas que validem cientificamente o conhecimento etnobotânico são promissoras para a geração de produtos de origem natural, os quais associados ao uso sustentável dos recursos naturais da caatinga podem contribuir significativamente para a conservação ambiental e o desenvolvimento social e econômico no Semiárido brasileiro. Durante muito tempo, as questões ambientais peculiares ao Semiárido brasileiro foram associadas a problemática do índice de desenvolvimento humano, entretanto essa visão vem sendo mudada e atualmente, onde a seca não é mais vista como problema ambiental. No documento referente à COP-3, os problemas do semiárido foram associados ao processo de desertificação que implica a utilização inadequada das reservas naturais. Entretanto são incluídas características climáticas associadas ao bioma característico a região. Neste momento é salientada, sobretudo, sua diversidade biológica (TEIXEIRA, 2016).

Cerca de 90% do território paraibano apresenta risco de desertificação. As áreas mais degradadas, desertificadas e/ou mais suscetíveis à desertificação têm como principais fatores antrópicos o desmatamento excessivo, o superpastoreio, o uso inadequado do solo e práticas de mineração (PARAÍBA, 2011; OLIVEIRA; SELVA, 2019; ALBUQUERQUE *et al.*, 2020). O quadro delineado evidencia a urgência de pesquisas embasadas no tripé da sustentabilidade, que proporcione subsídio a conservação e recuperação de ecossistemas no bioma Caatinga, objetivando a sustentabilidade dos recursos naturais e o desenvolvimento sustentável regional.

Segundo o The Nature Conservancy, a Caatinga é, possivelmente, o bioma brasileiro mais ameaçado e já transformado pela ação humana (VELLOSO *et al.*, 2002). Mesmo com elevado nível de ameaça, apenas 3,56% de sua área está dentro de Unidades de Conservação federais e, destes, apenas 0,87% em unidades de uso indireto (parques nacionais, reservas biológicas e estações ecológicas) que, até o presente, contabilizam 16 unidades federais e sete estaduais. O Livro Vermelho da Fauna Brasileira Ameaçada de Extinção, de 2016, aponta 136 espécies ameaçadas na Caatinga, dentre as quais 46 endêmicas (ICMBio, 2016),

O potencial medicinal da Caatinga já era evidenciado desde os primórdios de sua exploração, através do uso tradicional. Conforme Drumond, *et al.* (2000), muitas espécies são reconhecidas como medicamentosas de uso popular, sendo vendidas as folhas, cascas e raízes, em calçadas e ruas das principais cidades, bem como mercados e feiras livres. Entre elas, destacam-se algumas com propriedades medicinais comprovadas cientificamente como aroeira (anti-inflamatório e cicatrizante local), juazeiro (detergente natural e anticárie), mororó (hipoglicemiante), cumaru (broncodilatador e antiinflamatório), pau d'arco (anti-inflamatório) que são exploradas de forma extrativista pela população local. Estas, a exemplo de outras espécies lenhosas são afetadas pela prática do “anelamento” da casca, atingindo o tecido

cambial, levando as plantas à morte. Esta forma de exploração tem levado a uma rápida diminuição das populações naturais destas espécies vegetais, podendo leva-las ao status de ameaçadas de extinção.

O projeto do MMA, de identificação e divulgação de espécies da flora brasileira com potencial econômico, lançado em 2004, apontou 129 espécies de interesse para a produção apícola, forrageira, frutífera, madeireira, medicinal, de óleos e ceras, ornamental e de fibras. O Ministério do Trabalho e Emprego e o Projeto GEF Caatinga encontraram 508 comunidades ou empreendimentos com atividades relativas ao manejo florestal, em 250 Municípios (PAREYN, 2010). Entretanto, apesar de quase duas décadas terem se passado são poucos os investimentos e consequentemente existem poucos produtos no mercado onde a base seja matéria prima de recursos da caatinga.

A utilização dos recursos florestais da Caatinga é fundamental, para a sobrevivência econômica e social das populações locais a partir da prática de um manejo adequado. As espécies presentes na Caatinga apresentam-se geralmente com uma multiplicidade de usos e com importantes atributos na conservação da biodiversidade, pois a escassez de informações sobre espécies florestais nativas para usos múltiplos nas propriedades rurais, assim como a ausência de difusão dos conhecimentos existentes, faz com que essências valiosas sejam subutilizadas (BAGGIO, 1988).

Na análise de plantas medicinais do Nordeste com potencial para bioprospecção Cartaxo *et al.* (2010) registraram um total de 119 espécies associadas a 92 problemas de saúde. 19 espécies apresentaram grande versatilidade de uso. As propriedades terapêuticas foram agrupadas em 16 categorias de sistemas corporais. Essas categorias de agrupamento incluíram doenças de pele e doenças do tecido subcutâneo; distúrbios do sistema sensorial (ouvidos); distúrbios respiratórios; e ferimentos, envenenamento e outros sintomas externos.

Na Caatinga, foi implementado há mais de trinta anos, o projeto Farmácias Vivas, criado pela Universidade Federal do Ceará objetivando promover a assistência social farmacêutica às comunidades, com ênfase nos cuidados primários em saúde. Diversas espécies medicinais foram incorporadas nesse projeto. Atualmente o projeto encontra-se disseminado por todo o Brasil e, em 2010, a Portaria nº 886/GM/ MS, de 20 de abril de 2010, instituiu a Farmácia Viva no âmbito do Sistema Único de Saúde (SUS) (BRASIL, 2010), convertida nos Art. 570 e 571 da Portaria de Consolidação GM/MS nº 05 de 28 de setembro de 2017 (BRASIL, 2017) e regulamentado pela RDC Anvisa nº 18 de 03 de abril de 2013 (ANVISA, 2013).

A Política e Programa Nacional de Plantas Medicinais e Fitoterápicos - PPNPMF (Decreto nº 5.813) foi criada para ampliar o alcance das plantas medicinais no sistema de saúde

brasileiro e assegurar o seu uso e de seus derivados, cujas ações foram detalhadas no âmbito do Programa Nacional de Plantas Medicinais e Fitoterápicos (Portaria Interministerial nº 2.960/2008). Em 2009, foi publicada a Relação Nacional de Plantas Medicinais de Interesse ao SUS - Renisus, englobando, entre as 71 espécies selecionadas, 30 espécies nativas do Brasil, de uso expressivo na medicina popular e com propriedades medicinais validadas em estudos fitoquímicos e farmacológicos (BRASIL, 2018). Das 30 espécies nativas do Brasil, pouquíssimas são lenhosas de ocorrência na caatinga.

O uso das plantas nativas na região Nordeste é muito diverso e existem inúmeros trabalhos na literatura focando diferentes tipos de produtos fornecidos pelas mesmas, no entanto, poucas possibilidades de uso tem sido exploradas, especialmente em relação às plantas da Caatinga, considerando-se que plantas de regiões de maior índice de aridez tendem a uma maior produção de compostos secundários do que aquelas de regiões mais úmidas (QUEIROZ, *et al.*, 2018).

Desde a última década a implementação de diversas ações e projetos de valorização da biodiversidade nativa, a exemplo da iniciativa “Plantas para o Futuro” que objetiva compartilhar informações sobre espécies da biodiversidade nativa com valor econômico atual ou potencial tem contribuído para avanços na geração de conhecimento, conservação e valorização da Caatinga e do Brasil. De acordo com Coradin e Camillo (2018) o avanço desses objetivos levará o País à diversificação das espécies em cultivo, o fortalecimento das cadeias de produção e a garantia de que as espécies bem como os produtos delas derivados, alcançarão os mercados. A evolução desse processo criará, maior sensibilidade junto à sociedade para as novas possibilidades de uso da biodiversidade regional.

## **2. Desafios na Tecnologia de processos e produtos de plantas medicinais nativas**

Portador da maior biodiversidade do planeta e por enfrentar cotidianamente os desafios de conservar este patrimônio, o Brasil tem também grande responsabilidade na conservação desse legado, o que envolve elevados investimentos, não apenas em termos científicos e de desenvolvimento tecnológico, mas também financeiros (CORADIN; CAMILLO, 2018). Um dos primeiros e grandes desafios está relacionado ao acesso a essa biodiversidade; o segundo se refere à sua preservação, em grande parte ainda desconhecida e o terceiro, e mais complexo, é idealizar um modelo de desenvolvimento que assegure a utilização sustentável dos componentes da diversidade biológica como um todo (LEMOS, 1997).

O avanço no caminho do uso sustentável das espécies nativas de valor econômico e social levará o país à diversificação das espécies em cultivo, o fortalecimento das cadeias de produção e a garantia de que as priorizadas, bem como os produtos delas derivados, alcançarão os mercados. A evolução desse processo criará, certamente, maior sensibilidade junto à sociedade para as novas possibilidades de uso da biodiversidade local e regional, tanto do ponto de vista alimentício quanto aromático, medicinal, ornamental, entre outros.

O Brasil destaca-se no grupo de dezessete países megadiversos do mundo, apresentando a segunda maior quantidade de espécies endêmicas catalogadas globalmente participando com 13% em valores absolutos. Apesar do potencial, o mercado estimado de fitoterápicos nacional é de R\$ 1 bilhão, o que representa menos de 2% do mercado farmacêutico. A indústria brasileira de fitoterápicos é composta de aproximadamente 119 empresas com registro de produtos na Anvisa (BNDES, 2015).

A identificação de nichos prioritários em termos de plataformas tecnológicas, classes terapêuticas e de produtos específicos devem estar em consonância da política nacional de saúde e da dinâmica produtiva tecnológica da indústria de base química e biotecnológica em saúde (BNDES, 2016). De acordo com Vasconcelos (2019) dentre as limitações da indústria farmoquímica, foram destacados dificuldade de adequação para captação de recursos; dificuldade de relacionamento com universidades; existência de empresas sem certificação (nacional ou internacional); insuficiência de profissionais com experiência no setor farmoquímico e limitação de escala de produção.

De acordo com Guilhermino *et al.* (2010) não mais que 1% das espécies brasileira foi objeto de pesquisas quanto ao seu potencial uso bioeconômico. Esse quadro desfavorável vem configurando na área de fitoterápicos um panorama semelhante ao que já ocorre no mercado de produtos farmacêuticos em geral, com enorme dependência da importação de drogas e alto custo para as empresas e consumidores.

Os medicamentos à base de plantas movimentam, em termos globais, aproximadamente US\$ 20 bilhões de dólares anuais, que correspondem de 5 a 7% do mercado e, apesar da exploração farmacológica da biodiversidade brasileira ser ainda incipiente, a indústria nacional contribui com, pelo menos, 25% do mercado mundial (CORADIN *et al.*, 2018). Em relação aos medicamentos fitoterápicos registrados no país, Hasenklever *et al.* (2017) relataram a existência de 762 registros na lista de plantas medicinais e de fitoterápicos da Agência Nacional de Vigilância Sanitária (Anvisa), detidos por 166 empresas. Entretanto, desse total, havia apenas 212 produtos com os registros válidos. Esses mesmos autores consideram que os principais desafios para a produção de fitoterápicos no Brasil são, no âmbito da pesquisa, a desmistificação

da lei de acesso ao patrimônio genético e, no âmbito da produção, a harmonização da lei em toda a cadeia produtiva da indústria de plantas medicinais e fitoterápicos. Há também uma morosidade na implantação das políticas públicas voltadas à indústria, o que mostra um retrocesso nos últimos anos, tanto das atividades produtivas com fitoterápicos quanto das atividades de pesquisa com plantas medicinais.

O uso de plantas medicinais tem uma longa história em todo o mundo, sendo os preparos fitoterápicos, bem como extratos, encontrados nas farmacopeias de vários países (CAVALCANTI *et al.*, 2014). Para as plantas medicinais que não constam nos códigos oficiais, são indicados a realização de estudos que estabeleçam parâmetros que garantam sua qualidade, de acordo com princípios técnicos e científicos, de modo a garantir o controle de qualidade dos medicamentos considerando consistência, segurança e eficácia (BRAZ *et al.*, 2012).

Diversos fatores como temperatura, exposição à luz, disponibilidade de água, nutrientes, período e horário de coleta, método de coleta, secagem, embalagem, armazenamento e transporte da matéria-prima, idade e parte da planta coletada podem afetar a qualidade dos fitoterápicos (CALIXTO, 2000). Por isso é de extrema importância que a matéria prima possua padrão de qualidade consistente e reproduzível.

Na Caatinga os fatores agronômicos para plantas medicinais que atualmente é de base extrativista são muito mais complexos, devido as variabilidades climáticas no tempo e no espaço, dificultando demasiadamente a padronização e validação da matéria prima para formulação de produtos confiáveis.

Um dos principais desafios a ser vencido pelos grupos de pesquisa e inovação tecnológica consiste na busca de tecnologias adaptadas aos pequenos agricultores e extrativistas na região Nordeste que simultaneamente gere renda e contribua para a conservação da flora nativa por meio da perpetuação das espécies no tempo e no espaço, para atender as necessidades das futuras gerações. Dentre ações do governo brasileiro a Iniciativa Plantas para o Futuro, busca fornecer subsídios para melhorar as condições de vida da sociedade nordestina, por meio do aproveitamento racional e equilibrado da flora. Esse tipo de ação é fundamental para a ampliação do conhecimento sobre a biodiversidade, bem como ao planejamento de ações de conservação e extrativismo vegetal sustentável.

O extrativismo de *Amburana cearenses* (Allemão) A.C.Sm. *Myracrodroon urundeuva* Allemão e *Sideroxylon obtusifolium* (Roem. & Schult.) T.D.Penn. para fins medicinais no Cariri Paraibano, causou sérios impactos nas populações dessas espécies sendo necessário a derrubada de 8 a 15 árvores por mês para aquisição de uma renda de R\$200,00 mensal. A prática ilegal e informal, sem conhecimento da legislação contribuiu para o processo de desertificação do Cariri

Paraibano, sendo a conservação por meio do manejo da vegetação, de forma socialmente justa, um grande desafio, sendo urgente a elaboração e implantação de plano de manejo e conservação in situ dessas espécies (MARQUES *et al.*, 2010).

De acordo com Ganem (2017) existe pouca integração entre as diversas iniciativas em desenvolvimento e não existe uma política definida para a geração de conhecimento sobre cultivo, manejo, uso e beneficiamento das plantas nativas. A estruturação das cadeias produtivas é precária, fragilizando o potencial do setor. Pareyn (2010) sintetiza as principais lacunas detectadas no Nordeste:

- falta de conhecimento do potencial de oferta (área geográfica, abundância e dominância, produtividade) das espécies prioritárias;
- inexistência de técnicas de manejo de populações naturais das espécies nativas prioritárias visando a produção sustentável de matéria-prima para os empreendimentos empresariais e de economia solidária;
- inexistência de sistemas de reprodução e cultivo das plantas nativas em escala, adequados para pequenos, médios e grandes produtores;
- ausência de sistemas aperfeiçoados de beneficiamento, visando a otimização dos rendimentos e a rentabilidade.

O uso sustentável de plantas nativas por meio de cultivo de xerófilas da Caatinga é um grande desafio devido a falta de conhecimento de técnicas de produção vegetal dessas espécies e de seus condicionantes em campo. Associado a isso, tem-se a padronização do manejo específico para plantas medicinais (ANVISA, 2013). Estudos isolados para as espécies fornecem conhecimentos preliminares, entretanto, é necessário a associação de todas as técnicas que englobam a cadeia produtiva para padronização das drogas vegetais como um todo, sendo finalmente possível fornecer as indústrias lotes de drogas vegetais padronizados e de qualidade.

### **3. *Sideroxylon obtusifolium* (Roemer & Schultes) T. D. Penn.: Marcadores ecológicos e farmacológicos**

*Sideroxylon obtusifolium* (Roemer & Schultes) T. D. Penn. pertence à família Sapotaceae, é conhecida popularmente como quixabeira, sapotiaba, sacutiaba, coronilha, coca, maçaranduba-da-praia, miri e rompe-gibão. É uma árvore caducifólia ou semidecídua, espinhosa, de 7-8 m de altura, dotada de copa densa e baixa, com folhas simples, cartáceas, glabras e brilhantes na face superior. Apresenta inflorescências em fascículos axilares, com 2-

20 flores esbranquiçadas, perfumadas e discretas. Possui frutos do tipo drupa, lisos, com polpa suculenta de sabor doce (LORENZI *et al.*, 2006).

*S. obtusifolium* apresenta ampla distribuição geográfica, com ocorrência nos domínios fitogeográficos da Caatinga, Cerrado, Mata Atlântica e Pantanal, com registros confirmados em Tocantins, Alagoas, Bahia, Ceará, Maranhão, Paraíba, Pernambuco, Piauí, Rio Grande do Norte, Sergipe, Distrito Federal, Goiás, Mato Grosso do Sul, Mato Grosso, Espírito Santo, Minas Gerais, Rio de Janeiro, São Paulo, Paraná, Rio Grande do Sul, Santa Catarina (CARNEIRO *et al.*, 2015). Na Caatinga Rodal e Nascimento (2002) e Lacerda *et al.* (2010) a destaca dentre as espécies que tem preferência por ambientes mais úmidos. Lorenzi (2002) acrescenta ainda a maior ocorrência desta espécie em solos argilosos e ricos em cálcio.

Devido a ampla distribuição de *S. obtusifolium* os períodos de floração e frutificação são variáveis de acordo com o ambiente. Segundo Kiill *et al.* (2014) as diferenças no comportamento fenológico, na biologia floral e nos agentes polinizadores indicam as variáveis climáticas como um dos diversos fatores capazes de influenciar essa relação.

Esta espécie apresenta diversos potenciais alocados nas suas cascas madeira, folhas, caule e frutos, sendo bastante utilizada por diversas populações tradicionais do Semiárido, as quais a utilizam para fins medicinais, energéticos, tecnológicos, construção, alimento e forragem (ALBUQUERQUE; ANDRADE 2002; ALBUQUERQUE 2006).

A quixabeira possui madeira pesada, dura, de textura fina, porém fácil de trabalhar. É utilizada localmente em carpintaria e artesanato. Os frutos, conhecidos como quixabas, são comestíveis e avidamente procurados por pássaros e outros animais silvestres (LORENZI, 1998). Esta espécie pode ser utilizada para arborização (DANTAS; SOUZA, 2008) e na recuperação de mata ciliar (FERRAZ *et al.*, 2006; RIBEIRO-FILHO *et al.*, 2009).

Tem sido registrado na medicina popular as diversas aplicações de *S. obtusifolium*, destacando-se o potencial analgésico, adstringente, tônico, anti-inflamatório e antidiabético. A parte mais utilizada para estes fins tem sido as cascas (BRAGA, 1976; LORENZI, 2002; AGRA *et al.*, 2007; MARQUES, 2008).

Marques (2008) relata que com a comercialização desta espécie nos municípios de Boqueirão e Cabaceiras, localizados no Cariri paraibano, tem-se extraído uma quantidade de cascas, que está causando sérios danos à população vegetal, principalmente a comunidade jovem, por apresentar maior eficácia medicinal, sendo necessário estudos ecológicos do impacto negativo em detrimento da extração insustentável das cascas, e de estratégias de manejo que subsidiem a extração sustentável de *S. obtusifolium*, bem como a recolonização através do replantio desta espécie.

Relacionado ainda ao potencial farmacológico de *S. obtusifolium*, autores como Araújo Neto *et al.* (2010) e Leite *et al.* (2015), teem demonstrado em seus trabalhos que o extrato etanólico bruto desta espécie apresenta ações antinociceptivas, anti-inflamatória tópica, antioxidante e cicatrizante, e ação moduladora da atividade antibacteriana no extrato hexânico. *S. obtusifolium* se mostrou eficaz como captador de radicais livres, inibidor de danos no DNA e peroxidação de lipídios, sugerindo que esta atividade antioxidante pode desempenhar um papel na atividade anti-inflamatória (DESMARCHELIER *et al.*, 1999). A quantidade de flavonoides nas cascas desta espécie demonstrou ação anti-inflamatória tópica em lesões de pele em ratos, assim como atividade antioxidante (LEITE *et al.*, 2015).

Além da atividade anti-inflamatória Araújo-Neto *et al.* (2010) registrou atividade antinociceptiva na administração oral do extrato etanólico em cobaias. O extrato etanólico (70%) das folhas de *S. obtusifolium* em frações metanólica, hexânica e acetato de etila apresentaram resultados satisfatórios na inibição fúngica de espécies de *Candida* ssp. (SILVA *et al.*, 2017).

O extrato metanólico das folhas de *S. obtusifolium*, demonstraram ter ação moduladora da atividade antibacteriana, possível atividade antioxidante e anti-inflamatória (AQUINO *et al.*, 2016). Os flavonoides também inibem a produção de metaloproteinase-9 em queratinócitos humano durante o processo de cicatrização de feridas (MAJTAN *et al.*, 2013). Essas ações anti-inflamatórias se devem, ao menos em parte, aos efeitos de seus constituintes, taninos e flavonoides (LEITE *et al.*, 2015).

Aquino *et al.* (2019) descobriram que a propriedade de cicatrização de feridas com o uso de N-metil- (2S, 4R) -trans-4-hidroxi-L-Prolina de *S. obtusifolium* está relacionada às suas ações anti-inflamatórias e antioxidantes. Uma fração enriquecida com essa substância protegeu o hipocampo de Lesão intracerebroventricular Induzida por Pilocarpina associada ao status epiléptico em camundongos (AQUINO *et al.*, 2020), sendo a atividade anticonvulsante resultado da ação anti-inflamatórias e antioxidantes (AQUINO *et al.*, 2019).

Em função do potencial medicinal com comprovação no etnoconhecimento e estudos pré-clínicos, estudos de controle de qualidade envolvendo a padronização de extratos de *S. obtusifolium* também teem sido desenvolvidos. Correia *et al.* (2016) concluíram através da caracterização da droga vegetal de *S. obtusifolium* por meio do tamanho volumétrico da partícula, caracterização térmica por análise térmica diferencial e análise termogravimétrica, e por meio da identificação cromatográfica usando pirólise acoplada a cromatografia de massas, que a perda de calor por decomposição térmica permite a distinção entre amostras, sendo possível especificar cada amostra considerando a energia liberada. Os resultados destes autores

evidenciaram também a importância do controle de qualidade do fitoterápico incluindo a distribuição do tamanho da partícula do pó da droga vegetal.

#### **4. Caracterização ecológica de *Sideroxylon obtusifolium* como Base à produção de mudas e de drogas vegetais padronizadas**

O aumento do interesse de pesquisadores e empresas farmacêuticas por plantas medicinais tem aumentado cada vez mais, objetivando entender melhor a composição química dessas plantas, e assegurar não só a eficácia, mas também a segurança do seu uso. Para isso se faz necessário entender o metabolismo dessas espécies vegetais ao longo das fases do seu ciclo de vida, que estão em constante mudanças.

Um dos pontos chaves para identificação e compreensão do metabolismo dos vegetais após a sua identificação botânica é o estudo das fenofases e maturação fisiológica, por compreenderem às mudanças e transformações externadas que ocorrem no interior das plantas, as quais podem resultar consequentemente em composições químicas diferenciadas durante a elaboração de extratos para fins medicinais, os quais são desejados como material de qualidade conforme uma série de requisitos da Organização Mundial de Saúde (WORLD HEALTH ORGANIZATION, 1998), devendo passar por um processo de avaliação, regulação e registro (WORLD HEALTH ORGANIZATION, 2000).

De acordo com Tistaert, Dejaegher e Heyden (2011) uma ampla variabilidade nos constituintes ativos das plantas podem colocar a saúde e segurança do paciente em risco, sendo extremamente necessário o controle de qualidade para não apenas garantir a composição química presente nos extratos, mas a segurança do seu uso.

A fenologia é conceituada como o estudo da frequência, intensidade e sincronismo dos eventos do ciclo de vida, das causas de sua ocorrência com relação às forças seletivas bióticas e abióticas, bem como da interrelação entre as fases caracterizadas por esses eventos, em uma ou diferentes espécies. A fenologia é reconhecida, já há algum tempo, como uma das mais importantes linhas da pesquisa ecológica, sendo considerada como um dos melhores parâmetros para caracterização de ecossistemas (LIETH 1974; NEVES *et al.*, 2010).

O conhecimento da fenologia é baseado nas observações dos estádios de desenvolvimento (fenofases), como por exemplo, a germinação das sementes, emergência das gemas, desenvolvimento das folhas, floração, frutificação, descoloração das folhas e a senescência. Esse conhecimento pode ser aplicado em várias áreas de atuação, possibilitando

determinar estratégias de coleta de sementes e disponibilidade de frutos, o que influenciará na qualidade e quantidade da dispersão das sementes (MARIOT; MANTOVANI; REIS, 2003).

Além do lento crescimento, *S. obtusifolium* apresenta alta variabilidade reprodutiva, sérios problemas de fertilidade implicando em baixa produção de mudas e baixo desenvolvimento (KIILL, *et al.*, 2014; SILVA *et al.*, 2014; SILVA *et al.*, 2015; CRUZ, 2018). Associada a esta problemática não existe estudos para esta espécie com acompanhamento do seu desenvolvimento ao longo do tempo e sobre a influência de metabólitos secundários no seu desenvolvimento.

Apesar da notável importância para o desenvolvimento Sustentável do Semiárido brasileiro, pouco se evoluiu no que se refere à processos dentro de uma cadeia que envolva o sistema produtivo de *S. obtusifolium* para fins medicinais. Os entraves iniciam-se na produção vegetal onde pouco se conhece das variabilidades desta espécie. Para Kiill *et al.* (2014), as variações no padrão de floração e de frutificação de *S. obtusifolium* nos diferentes ambientes, pode estar relacionado com as condições climáticas de cada região. Estes autores relatam ainda que a maior formação de frutos desta espécie deve-se a polinização cruzada por *Apis mellifera* e dípteros. Na restinga de Maricá, RJ, Gomes *et al.* (2010), registraram padrão anual das fenofases reprodutivas, com correlação significativa positiva entre floração e frutificação com os fatores abióticos.

Silva *et al.* (2014) registrou grande variabilidade entre as árvores matrizes de *S. obtusifolium* coletadas em remanescentes florestais dos municípios de Sertânia e Custódia no Estado de Pernambuco e nos municípios de Boa Vista e Campina Grande no Estado da Paraíba, quanto aos caracteres biométricos de frutos, sementes e processo germinativo. Os autores atribuem que essa variabilidade podem resultar da combinação de uma série de fatores, entre eles, aqueles relacionados com a variabilidade genética e fecundidade da população, sendo necessário a realização de teste progênie para verificar a superioridade das matrizes.

A literatura registra trabalhos com baixos valores de emergência e índice de velocidade de emergência para *S. obtusifolium*, tendo em vista que a mesma é considerada como espécie de dormência tegumentar. A emergência geralmente varia de 0 a menos de 70%, sendo este último valor resultante de tratamentos de superação de dormência. Resultados mais satisfatórios são encontrados quando é realizado seleção de matrizes para avaliação de variabilidade e seleção de sementes para estudos de caracterização biométrica, acontecendo o mesmo para o índice de velocidade de emergência. Tratamentos comuns para superação de dormência desta espécie são: escarificação em lixa, embebição em ácido sulfúrico por diferentes tempos

(MACÊDO *et al.*, 2009; REBOUÇAS *et al.*, 2012; SILVA *et al.*, 2014, 2015, SILVA; DANTAS, 2017).

A diversidade de características ecológicas apresentada por *S. obtusifolium* mediante variabilidade espacial reforça a necessidade de estudos detalhados quanto a associação e influências de parâmetros ecológicos e de cultivo na produção de seus principais marcadores químicos, uma vez que esta espécie é amplamente utilizada na medicina popular e estudada quanto aos seus potenciais farmacológicos e farmacoquímicos podendo ser futuramente fonte de novos produtos farmacêuticos.

## 5. Métodos e técnicas analíticas

A análise fitoquímica é de fundamental importância no fornecimento de informações chaves quando se busca o conhecimento dos potenciais e usos dos vegetais, além disso, é essencial no estabelecimento e obtenção de marcadores ou padrões de referência, o qual é considerado pela Anvisa como um composto ou classe de compostos químicos presentes na matéria prima vegetal de correlação preferencial com o efeito terapêutico e utilizado como referência no controle de qualidade (ANVISA, 2013).

Diversos autores como Angioni *et al.* (2003), Botrel *et al.* (2010) e Paula *et al.* (2011) afirmam que ao estudar o controle de qualidade de plantas medicinais e de fitoterápicos, é extremamente importante considerar peculiaridades relativas a fatores genéticos, fisiológicos e ambientais das plantas, pois estes, afetam o seu desenvolvimento e influenciam no teor e na sua composição química.

Conforme Calixto (2000) para a determinação do teor dos princípios ativos é necessário desenvolver e validar métodos analíticos que por sua vez darão suporte a atividade farmacológica de uma espécie medicinal. La Roca *et al.* (2007) complementa que os métodos analíticos permitem a avaliação da qualidade do produto fitoterápico, garantindo, assim, a constância de ação terapêutica e a segurança de utilização.

Para garantir que um método analítico gere informações confiáveis sobre a amostra testada, ele deve sofrer uma avaliação denominada validação (LIMA *et al.*, 2006). O objetivo da validação é demonstrar que o método é apropriado para a finalidade pretendida, ou seja, a determinação qualitativa, semi-quantitativa e/ ou quantitativa de fármacos e outras substâncias em laboratório de produtos farmacêuticos (RANDAU *et al.*, 2005). No Brasil, a resolução 166/2017 é responsável por reger os parâmetros necessários à validação analítica que deve

garantir, por meio de estudos experimentais, que o método atenda as exigências das aplicações analíticas, assegurando a confiabilidade dos resultados (ANVISA, 2017).

Os parâmetros fundamentais de avaliação incluem seletividade, linearidade, exatidão, precisão, robustez, limites de quantificação e detecção, efeito matriz e teste de adequabilidade do sistema (RIBANI *et al.*, 2004; ICH, 2005; SHABIR *et al.*, 2007; CHAN, 2011; HAECKEL; SONNTAG, 2012; BONFILIO *et al.*, 2012; ANVISA, 2017).

A seletividade do método analítico indica a capacidade de diferenciar e quantificar o analito, na presença de outros constituintes da amostra que inclusive poderiam interferir na sua determinação, como adjuvantes, impurezas, produtos de degradação ou mesmo outra substância ativa (BRESSOLLE; BROMET-PETIT; AUDRAN, 1996). A linearidade refere-se à capacidade da geração de resultados linearmente proporcionais à concentração do analito, enquadrados em faixa analítica especificada (STUBBERUD; ASTROM, 1998).

A precisão representa o grau de concordância entre os resultados de análises individuais de uma mesma amostra homogênea, em idênticas condições de ensaio. A repetibilidade é efetuada por meio de várias análises, nas mesmas condições em curto intervalo de tempo. Usualmente, é expressa como o desvio-padrão, variância ou coeficiente de variação (CV) de diversas medidas (STUBBERUD; ASTROM, 1998). Esta determinação deve ser feita a partir de, no mínimo, seis determinações na concentração estabelecida correspondente a 100%. A precisão intermediária expressa o efeito das variações devido a eventos como diferentes dias, analistas ou equipamentos.

O limite de detecção constitui-se da menor concentração do analito que pode ser detectada, mas não necessariamente quantificada, sob condições experimentais estabelecidas. Pode ser determinada através do ensaio de quantidade conhecida da substância sob análise adicionada em meio preparado com excipientes da formulação ou em solução da amostra de produto farmacêutico. Conforme Huber (2000) o limite de quantificação representa a menor concentração de um analito que pode ser quantificada com precisão e exatidão aceitáveis (AMARANTE *et al.*, 2001).

A robustez descreve a reprodutibilidade do método analítico, frente a pequenas variações nas condições experimentais, como proporção e pH, temperatura, comprimento de onda, estabilidade da solução analítica. O teste de adequabilidade do sistema consiste na verificação da resolução e reprodutibilidade do procedimento analítico, realizado através da análise de simetria, fator de capacidade, pratos teóricos, resolução, área e tempo de retenção (MAROTO, 1999).

Os avanços tecnológicos para a montagem de sistemas analíticos mais robustos e de menor tamanho, o desenvolvimento de softwares de operação e tratamento de dados que otimizam o tempo de análise e de interpretação dos resultados tem dado destaque a um maior interesse nos últimos anos pelas técnicas analíticas, onde as análises químicas podem ser agrupadas em três grandes áreas: técnicas cromatográficas, técnicas eletroquímicas e técnicas espectroscópicas.

Relacionado as técnicas de produção vegetal, pouco se conhece sobre métodos de produção de espécies florestais nativas, principalmente quando se refere ao Bioma Caatinga. Nas técnicas de produção vegetal por método sexuado, geralmente são avaliados o desenvolvimento vegetal face a elementos como técnicas de superação de dormência, embalagem, substrato, temperatura, sombreamento, e luminosidade, sendo ainda escassos trabalhos que levem em consideração a associação de fatores como biometria, maturação fisiológica, variabilidade e caracterização de matrizes e de seu ambiente, que são extremamente importantes para a compreensão de variações na produção.

## 6. Análise térmica

A análise térmica é definida como um grupo de técnicas em que a propriedade de uma substância e/ou seus produtos de reação é medida em função da temperatura, submetida a um programa de temperatura controlada, numa atmosfera específica. Esta técnica inclui todos os métodos térmicos nos quais uma propriedade física ou química de uma substância é medida em função do tempo ou temperatura, na qual a temperatura da amostra, em atmosfera específica, é conhecida (CASIMIRO *et al.*, 2005).

A implementação da análise térmica na indústria farmacêutica pode ser utilizada no controle de qualidade de medicamentos, visando à análise global da qualidade do produto final e a determinação de parâmetros de qualidade tecnológica de medicamentos tendo em vista que trata-se de um método analítico, quantitativo e comparativo, capaz de produzir resultados rápidos e reproduutíveis (WENDLANDT, 1986).

De acordo com Skoog (1998), é evidente algumas das vantagens que a análise térmica possui em relação a outros métodos analíticos, dentre elas estão: estudar determinada amostra sobre uma grande faixa de temperatura, usando vários programas de temperatura; quase todas as formas físicas da amostra (sólido, líquido ou gel) podem ser utilizadas; utilizar uma pequena quantidade da amostra em torno de 2 a 5mg; a atmosfera na vizinhança pode ser padronizada; o tempo requerido para completar o período de experimento é de alguns minutos a algumas

horas. Entre as técnicas termoanalíticas empregadas na indústria farmacêutica, destacam-se: Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC), Análise Térmica Diferencial (DTA) e Termogravimetria (TG).

A Termogravimetria é uma técnica termoanalítica na qual se analisa continuamente a massa da amostra, em uma atmosfera controlada, em função da temperatura ou do tempo. O método termogravimétrico fornece informações sobre reações de decomposição e oxidação, e de processos físicos como vaporização, sublimação e desorção (HOLLER, 2009). Em preparações farmacêuticas uma curva típica mostra a aplicação da termogravimetria através de componentes voláteis, como misturas e solventes; perda de água de cristalização; decomposição; resíduos (como cinzas), resíduos carbonáceos enegrecidos, formados durante a decomposição numa atmosfera inerte (AMUTIO *et al.*, 2012).

De acordo com Pereira (2014) os principais métodos termogravimétricos classificam-se em dinâmico, isotérmico e quase isotérmico. No método dinâmico, a perda de massa é registrada continuamente à medida que a temperatura aumenta. No método isotérmico, a temperatura é medida e mantida constante, sendo registrada a variação da massa em função do tempo. Já no método quase isotérmico, a partir do momento em que começa incidir a perda de massa da amostra, a temperatura é medida constantemente, até que a massa se estabilize novamente.

Segundo Medeiros (2001) as principais aplicações da termogravimetria são as seguintes: estudo da decomposição e da estabilidade térmica de substâncias orgânicas e inorgânicas, de fármacos, minerais, metais, polímeros, produtos alimentícios entre outros; determinação de pureza e da estabilidade térmica de reagentes analíticos, inclusive padrões primários e secundários; desenvolvimento de processos analíticos gravimétricos; estudo sobre a velocidade de destilação e evaporação de líquidos por diferentes gases e em faixas amplas de temperatura; estudos sobre a velocidade de destilação e evaporação de líquidos e de sublimação de sólidos; estudo cinético de reações no estado sólido; definição da estequiometria.

A Análise Térmica Diferencial consiste na diferença da temperatura entre a amostra e uma substância de referência que é medida em função da temperatura. Enquanto, a amostra e a referência são submetidas a um programa de temperatura controlada (MOTHÉ; AZEVEDO, 2003).

Giron (1995), afirma que as técnicas termoanalíticas, principalmente Análise térmica diferencial pode ser utilizadas no controle de qualidade de produtos farmacêuticos, além de ser usada na pré-formulação para o estudo de polimorfismo e para o estudo de interações fármaco-excipiente de drogas vegetais.

A termogravimetria e a análise térmica diferencial são as técnicas termoanalíticas mais utilizadas para caracterizar o perfil de decomposição térmica da matéria vegetal seca em diferentes intervalos de temperatura, quanto à perda de massa e fluxo de calor, respectivamente (PROCÓPIO *et al.*, 2011; WANG *et al.*, 2011; CUINICA; MACÊDO, 2018). Durante a análise, as variações de temperatura na amostra ocorre em função das transições entálpicas, reações endotérmicas ou exotérmicas (ARÉVALO *et al.*, 2017). As curvas representam as variações da amostra em função da temperatura ou do tempo, razão pela qual, os eventos são apresentados na forma de picos ascendentes (eventos exotérmicos) e os descendentes (endotérmicos) (PURMALIS *et al.*, 2011).

## 7. Taninos e flavonoides

Nos vegetais, os compostos fitoquímicos são produtos naturais, conhecidos como metabólitos secundários, que apresentam funções ecológicas importantes como proteção contra herbívoros e patógenos, ação alelopática, além de agir como atrativos para animais polinizadores (TAIZ; ZEIGER, 2013). Os compostos fenólicos são amplamente distribuídos no reino vegetal e caracterizam-se por um anel aromático com um ou mais substituintes hidroxílicos, incluindo seus grupos funcionais. Estes compostos englobam desde moléculas simples até outras com alto grau de polimerização (SOARES *et al.*, 2008). Taninos e flavonoides são compostos fenólicos de estruturas variadas que podem atuar como agentes redutores, sequestrantes de radicais livres, quelantes de metais ou desativadores do oxigênio singuleto (LARCHER, 2004, TAIZ; ZEIGER, 2013). Tais compostos teem sido amplamente estudados devido suas propriedades benéficas a saúde (ROSSA, 2013).

Os taninos são compostos fenólicos de alto peso molecular, que precipitam proteínas, incluindo proteínas salivares da cavidade oral, as quais são fundamentais na proteção vegetal contra patógenos e na detenção de herbívoros que se alimentam destas plantas. Esses compostos são divididos em dois grupos, de acordo com seu tipo estrutural: taninos hidrolisáveis encontrados em dicotiledôneas herbáceas e lenhosas e taninos condensados ou proantocianidinas que ocorrem mais amplamente em espécies lenhosas. A complexação entre taninos e proteínas é a base para suas propriedades como fator controlador de insetos, fungos e bactérias, sendo extremamente importante nas interações entre a planta e ecossistema (SANTOS; MELO, 2004). Este é um dos motivos também pelo qual as plantas florestais apresentam tanta variação quanto aos teores deste marcador na literatura, tendo em vista que a matéria prima das análises é de base extrativista.

Os flavonoides representam um dos grupos mais importantes e diversificados de origem vegetal que se encontram geralmente em folhas, flores, raízes e frutos das plantas (COWAN, 1999), apresentando diferentes concentrações dependendo do órgão vegetal, as quais podem ser influenciadas por diversos fatores naturais como radiação solar, raios UV, estações do ano e ainda outros fatores como poluentes que podem alterar o metabolismo da planta. Dentre as funções exercidas nos vegetais, os flavonoides destacam-se na proteção da radiação UV, a proteção contra microrganismos, ação antioxidante, inibição enzimática, (NIJVELDT *et al.*, 2001).

Já foram descritos mais de 8000 tipos de flavonoides, sendo as suas principais classes os flavonóis flavonas, flavanonas, flavanas, isoflavonoides e antocianinas (MARCHAND, 2002; BHAGWAT, 2011; SANDHAR *et al.*, 2011). Os flavonoides têm ganhado destaque em virtude das suas amplas atividades biológicas e terapêuticas como atividade antioxidante, vascular, citotóxica e anti-tumoral demonstradas em condições experimentais e em seres humanos (NIJVELDT *et al.*, 2001; ZHANG *et al.*, 2007; CUSHNIE; LAMB, 2011). Ensaios biológicos utilizando compostos isolados têm demonstrado que os flavonoides atuam em diversos sistemas do corpo humano. O flavonoide quercetina aumenta o tempo de vida de animais com cirrose por diminuir de maneira significante as alterações bioquímicas provocadas pela doença (MILTERSTEINER *et al.*, 2003), bem como sua propriedade antioxidante aparenta ser responsável pela forte atividade neuro protetora do cérebro no tratamento de isquemias, diminuindo o volume das lesões (DAJAS *et al.*, 2003).

Taninos e flavonoides constituem um dos grupos de metabólitos secundários mais abrangentes nas plantas. Ahmad e Beg (2001) ao avaliarem 40 plantas de uso medicinal na Índia, observaram que 77% e 38% delas continham taninos e flavonoides, respectivamente. De acordo com os autores, esta informação justifica o uso tradicional dessas plantas, principalmente para doenças infecciosas.

A produção destes compostos nas plantas está relacionada com índices pluviométricos, diferentes condições climáticas, fatores edáficos, cultivo, parte da planta utilizada (JACOBSON *et al.*, 2005; MONTEIRO *et al.*, 2006). As concentrações destes metabólitos variam também de acordo com a técnica de extração, método de secagem etc., sendo necessário validação analítica dos métodos.

Estas informações corroboram para que a busca da compreensão da dinâmica destes metabólitos principalmente para fins medicinais deve associar estudos que contemplem não apenas métodos de quantificação analítica e validação, mas a ecologia vegetal das plantas originárias da droga vegetal.

## REFERÊNCIAS

- AGRA, M.F. *et al.* Synopsis of the plants known as medicinal and poisonous in Northeast of Brazil. **Revista Brasileira de Farmacognosia**, v.17, n.1, p.114- 140, 2007.
- AGUIAR, J.T.E. *et al.*. The Caatinga. Pp 174-181. In: MITTERMEIER, C.G *et al.* (eds.), **Wilderness: earth's last wild places**. Cemex, Agrupación Serra Madre, S.C., México. 181p. 2002
- AHMAD, I. e BEG, A. Z. Antimicrobial and phytochemical studies on 45 Indian medicinal plants against multi-drug resistant human pathogens. **Journal of Ethnopharmacology** v. 74, p.113–123, 2001.
- ALBUQUERQUE, D. S. *et al.* Cenário da desertificação no território brasileiro e ações de combate à problemática no estado do Ceará, Nordeste do Brasil. **Desenvolvimento e Meio Ambiente**, v. 55, p. 673-696, 2020.
- ALBUQUERQUE, U.P.; ANDRADE, L.H.C. Uso de recursos vegetais da Caatinga: O caso do Agreste do estado de Pernambuco (Nordeste do Brasil). **Interciênciac**, v.27, p. 336-345, 2002.
- ALBUQUERQUE, U. P.; HANAZAKI, N. As pesquisas etnodirigidas na descoberta de novos fármacos de interesse médico e farmacêutico: fragilidades e perspectivas. **Revista Brasileira de Farmacognosia**, v. 16, p. 678-689, 2006.
- ALVES, J. J. A. Geoecologia da caatinga no semi-árido do Nordeste brasileiro. **CLIMEP: Climatologia e Estudos da Paisagem**, Rio Claro, v.2, n.1, p. 58-71, 2007.
- ALVES J. J. A.; ARAÚJO M. A.; NASCIMENTO, S.S. Degradação da Caatinga: Uma Investigação Eco geográfica, **Revista Caatinga Mossoró** v.22, n3, p 126-135, 2009.
- AMARANTE, O. P. de. **Determinação do ácido 2,4-diclorofenoxyacético e seu principal produto de degradação em solos de campos de cultivo de eucaliptos**. Dissertação (Mestrado), Universidade Federal do Maranhão, São Luís, 2002.

AMUTIO, M. M. *et al.* Biomass oxidative flash pyrolysis: autothermal operation, yields and product properties. **Energy Fuels**, v. 2, n. 26, p. 1353-1362, 2012.

ANGIONI, A. *et al.* Chemical composition, seasonal variability, and antifungal activity of *Lavandula stoechas* L. ssp. *stoechas* essential oils from stem/leaves and flowers. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v.54, n.12, p.4364 - 70, 2003.

ANVISA. Agência Nacional de Vigilância Sanitária **RESOLUÇÃO DA DIRETORIA COLEGIADA - RDC N° 18, DE 03 DE ABRIL DE 2013**, Dispõe sobre as boas práticas de processamento e armazenamento de plantas medicinais, preparação e dispensação de produtos magistrais e oficinais de plantas medicinais e fitoterápicos em farmácias vivas no âmbito do Sistema Único de Saúde (SUS). Disponível em: Ministério da Saúde ([saude.gov.br](http://saude.gov.br)) Acesso em: Dezembro de 2019.

\_\_\_\_\_. Agência Nacional de Vigilância Sanitária. Resolução da Diretoria Colegiada - RDC N° 166, 24/07/2017. **Guia para validação de métodos analíticos** - Disponível em: [https://www.in.gov.br/materia/-/asset\\_publisher/Kujrw0TzC2Mb/content/id/19194581/do1-2017-07-25-resolucao-rdc-n-166-de-24-de-julho-de-2017-19194412](https://www.in.gov.br/materia/-/asset_publisher/Kujrw0TzC2Mb/content/id/19194581/do1-2017-07-25-resolucao-rdc-n-166-de-24-de-julho-de-2017-19194412). Acesso em Julho, 2021.

ARAÚJO-NETO, V. *et al.* Therapeutic benefits of *Sideroxylon obtusifolium* (Humb. ex Roem. & Schult.) T.D. Penn., Sapotaceae, in experimental models of pain and inflammation. **Revista Brasileira de Farmacognosia**, v.20, p.933-8, 2010.

AQUINO, P. *et al.* Evaluation of the Topical Anti-inflammatory Activity and Antibacterial Activity of Methanol Extract in the *Sideroxylon obtusifolium* Leaves. **Acta Biológica Colombiana**, v. 21, n. 1, p. 131-140, 2016.

AQUINO, P. E. A. *et al.* The Wound Healing Property of N-Methyl-(2S,4R)-trans-4-Hydroxy-L-Proline from *Sideroxylon obtusifolium* is Related to its Anti-Inflammatory and Antioxidant Actions. **Journal of Evidence-Based Integrative Medicine**, Vol.24. 2019.

AQUINO, P. E. A *et al.* A proline derivative-enriched fraction from *Sideroxylon obtusifolium* protects the hippocampus from intracerebroventricular pilocarpine-induced injury associated with status epilepticus in mice. **International journal of molecular sciences**, v. 21, n. 11, p. 4188, 2020.

ARÉVALO, A. M. Z. *et al.* Conceptual approach to thermal analysis and its main applications. **Prospects**, v. 15, n. 2, p. 117–125, 2017.

BAGGIO, A. J. Aroeira como potencial para usos múltiplos na propriedade rural. Embrapa Florestas-Artigo em periódico indexado (ALICE), 1988. **Ethnopharmacology**, v. 131, n. 2, p. 326-342, 2010.

BHAGWAT, S. USDA Database for the Flavonoid Content of Selected Foods. U.S. Department of Agriculture: Agricultural Research Center, **Release 3**, pp. 10-12. 2011.

BNDES - BANCO NACIONAL DE DESENVOLVIMENTO SOCIAL. **Há espaços competitivos para a indústria farmoquímica brasileira?** Reflexões e propostas para políticas públicas. Rio de Janeiro: BNDES, Setorial 41, 2015. p. 43-78.

BNDES - BANCO NACIONAL DE DESENVOLVIMENTO SOCIAL. **O desafio do envelhecimento populacional na perspectiva sistêmica da saúde.** Rio de Janeiro: BNDES, Setorial 44, set. 2016. p. 199-124.

BONFILIO, R. *et al.* Analytical validation of quantitative high-performance liquid chromatographic methods in pharmaceutical analysis: A practical approach. **Critical Reviews in Analytical Chemistry**, v. 42, p. 87-100, 2012.

BOTREL, P.P. *et al.* Variações no teor e na composição de *Hyptis marruboides* EPL. Cultivado no campo e em casa de vegetação. **Química Nova**, v.33, n.1, p.33-7, 2010.

BRAGA, R. **Plantas do Nordeste: Especialmente do Ceará.** Natal: fundação Guimarães duque. Coleção Mossoroense, v. 42. 1976.

BRASIL. Ministério da Saúde. **PORTARIA Nº 886, DE 20 DE ABRIL DE 2010 Institui a Farmácia Viva no âmbito do Sistema Único de Saúde (SUS).** Disponível em: [http://bvsms.saude.gov.br/bvs/saudelegis/gm/2010/prt0886\\_20\\_04\\_2010.html](http://bvsms.saude.gov.br/bvs/saudelegis/gm/2010/prt0886_20_04_2010.html). Acesso em: Dezembro de 2020.

\_\_\_\_\_. Ministério do gabinete. **PORTARIA DE CONSOLIDAÇÃO N° 5, DE 28 DE SETEMBRO DE 2017 Consolidação das normas sobre as ações e os serviços de saúde do Sistema Único de Saúde.** Disponível em: <https://portalarquivos2.saude.gov.br/images/pdf/2018/marco/29/PRC-5-Portaria-de-Consolidacao-n-5-de-28-de-setembro-de-2017.pdf>. Acesso em: Dezembro de 2020.

\_\_\_\_\_. Ministério da Saúde. **Relação Nacional de Plantas Medicinais de Interesse ao SUS.** Disponivel em <http://portalarquivos2.saude.gov.br/images/pdf/2014/maio/07/renisus.pdf>. Acesso em mai. 2018.

BRAZ, L. G. *et al.* Quality control and TLC profile data on selected plant species commonly found in the Brazilian market. **Brazilian Journal of Pharmacognosy**, v.22, n.5, p. 1111-111, 2012.

BRESSOLLE, F.; BROMET-PETIT, M.; AUDRAN, M. Validação de cromatográficos e cromatografia em fase gasosa métodos líquidos Aplicações à farmacocinética. **Journal of Chromatography B: Ciências Biomédicas e Aplicações**, v 686, n. 1, p. 3-10, 1996.

CALIXTO, J.B. Efficacy, safety, quality control, marketing and regulatory guidelines for herbal medicines (phytotherapeutic agent). **Brazilian Journal of Medical and Biological Research**, v. 33, n.2, p. 179-89, 2000.

CÁRITAS BRASILEIRA, caderno 3: **O Semi-Árido brasileiro**; 2002. Disponível em: <http://caritas.org.br/novo/wp-content/uploads/2011/03/caderno-3.pdf>. Acesso: 29 ago. 2015.

CARNEIRO, C.E. *et al.* Sapotaceae in Lista de Espécies da Flora do Brasil. **Rodriguésia**, v.66, n.4, p.1085-1113, 2015.

CARTAXO, S. L.; SOUZA, M. M. A.; ALBUQUERQUE, U. P. Medicinal plants with bioprospecting potential used in semi-arid northeastern Brazil. **Journal of Ethnopharmacology**, v. 131, n. 2, p. 326-342, 2010.

CASIMIRO, M. H. *et al.* Análise calorimétrica aplicada a polímeros biológicos. **Parte I: Fundamentos teóricos. Bol-Soc Port Quím**, v. 98, p. 29-36, 2005.

CAVALCANTI, *et al.* Studies with *Cissampelos sympodialis*: the search towards the scientific validation of a traditional Brazilian medicine used for the treatment of asthma. **Brazilian Journal of Pharmacognosy**, v.23, n.3, p.527–541, 2013.

CHAN, C.C. Principles and practices of analytical method validation: validation of analytical methods is timeconsuming but essential. **The Quality Assurance Journal**, v. 14, n. 3-4, p. 61-64, 2011.

CORADIN, L. J. C. *et al.* A Iniciativa Plantas para o Futuro *In: Espécies nativas da flora brasileira de valor econômico atual ou potencial*. Ministério do Meio Ambiente, Secretaria de Biodiversidade. – Brasília: MMA, 2018. 1311 p.

CORADIN, L.; CAMILLO, J. **Introdução Plantas do Futuro para a Região Nordeste**. Futuro *In: Espécies nativas da flora brasileira de valor econômico atual ou potencial*. Ministério do Meio Ambiente, Secretaria de Biodiversidade. – Brasília: MMA, 2018. 1311 p.

CORREIA, L. P. *et al.* *Sideroxylon obtusifolium* herbal medicine characterization using pyrolysis GC/MS, SEM and different thermoanalytical techniques. **Journal of Thermal Analysis and Calorimetry**, v. 123, n. 2, p. 993-1001, 2016.

COWAN, M.M. Plant Products as Antimicrobial Agents. **Clinical Microbiology Reviews**, p.12, n.4, p. 562 – 584, 1999.

CRUZ, F. R. S. **Fenologia, banco de sementes e produção de mudas de *Sideroxylon obtusifolium* (Roem. & Schult.) T.D.Penn.** 157fl. 2018. Tese (Doutorado em Agronomia). Universidade Federal da Paraíba, Areia, 2018.

CUINICA, L. G.; MACÊDO, R. O. Thermoanalytical characterization of plant drug and extract of *Urtica dioica* L. and kinetic parameters analysis. **Journal of Thermal Analysis and Calorimetry**, v. 133, n. 1, p. 591-602, 2018.

CUSHNIE, T., LAMB, A.J. Recent advances in understanding the antibacterial properties of flavonoids. **International Journal of Antimicrobial Agents**, v. 38, p. 99 – 107, 2011.

DAJAS, F. *et al.* Neuroprotection by flavonoids. **Brazilian Journal of Medical and Biological Research**, v. 36, p.1613-1620, 2003.

DANTAS, I.C.; SOUZA, C.M.C. Arborização urbana na cidade de Campina Grande-PB: inventário e suas espécies. **Revista de Biologia e Ciências da Terra**, Campina Grande-pb, n. 2, 2004.

DESMARCHELIER C, *et al.* Antioxidant and free radical scavenging activities in extracts from medicinal trees used in the 'Caatinga' region in northeastern Brazil. **J Ethnopharmacol**, v. 67, p. 69-77, 1999.

DRUMOND, M. A. *et al.* **Avaliação e identificação de ações prioritárias, para a conservação, utilização sustentável e repartição de benefícios da biodiversidade do bioma caatinga: estratégias para o uso sustentável da biodiversidade da caatinga.** Petrolina, 23p, 2000.

FERRAZ, J.S.F *et al.* Valor de uso e estrutura da vegetação lenhosa às margens do Riacho do Navio, Floresta, Pernambuco. **Acta Botanica Brasilica**, Porto Alegre, v. 20, p. 1-10, 2006.

FLORA DO BRASIL. **Flora do Brasil 2020 em construção.** Jardim Botânico do Rio de Janeiro. Disponível em: <<http://foradobra-sil.jbrj.gov.br/>>. Acesso em: 15 ago 2017.

GANEM, R. S. **Caatinga: Estratégias de Conservação.** Consultoria Legislativa, 2017.

GIRON, D. Thermal-analysis and calorimetric methods in the characterization of polymorphs and solvates. **Thermochim Acta**, v. 48, p.1-59. 1995.

GOMES, R. *et al.* Biologia floral de *Manilkara subsericea* e de *Sideroxylon obtusifolium* (Sapotaceae) em restinga. **Revista Brasileira de Botânica**, v. 33, p. 271-283, 2010.

GUILHERMINO, J. F. *et al.* Caracterização e Institucionalização do Sistema Nacional das Redesfito: Elementos que Contribuirão para a Elaboração de um Termo de Referência. **Revista Fitos**, v .5 n. 01, p. 1-18, 2010.

HAECKEL, R.; SONNTAG, O. Validation of quantitative analytical procedures in laboratory Medicine. **Journal of Laboratory Medicine**, v. 36, n. 2, p. 111-118, 2012.

HASENCLEVER, L. *et al.* A indústria de fitoterápicos brasileira: desafios e oportunidades. **Ciencia e Saude Coletiva**, v. 22, n.8, 2017.

HOLLER F. J.*et al.* **Princípios de Análise Instrumental**, 6º edição, Bookman, Porto Alegre, 2009.

HUBER, L. **Validation of analytical methods: review and strategy**. LC/GC International, p. 96-105, 1998.

ICH – International Conference on Harmonization of technical requirements for registration of pharmaceuticals for human use. **Validation of Analytical Procedure: Text and Methodology Q2 (R1)**. ICH Steering Committee, Switzerland, 2005.

ICMBio – Instituto Chico Mendes da Biodiversidade. **Caatinga**. 2016. Acesso em: Dezembro de 2020. Disponível em: <https://www.icmbio.gov.br/portal/protecao1/49-menu-o-que-fazemos/4260-caatinga>.

ICMBio – Instituto Chico Mendes da Biodiversidade. **Caatinga**. 2016. Acesso em: Dezembro de 2020. Disponível em: <https://www.icmbio.gov.br/portal/protecao1/49-menu-o-que-fazemos/4260-caatinga>.

JACOBSON, T. K. B. *et al.* Influência de fatores edáficos na produção de fenóis totais e taninos de duas espécies de barbatimão (*Stryphnodendron* sp.). **Pesquisa Agropecuária Tropical**, v. 35 n. 3, p. 163-169, 2005.

KIILL, L. H. P. *et al.* Biologia reprodutiva de *Sideroxylon obtusifolium* (Roem. & Schult.) TD Penn.(Sapotaceae) na regiao semiárida da Bahia. **Revista árvore-Sociedade de Investigações Florestais (Viçosa-Brasil)**, v. 38, n. 6, p. 1015-1025, 2014.

LACERDA, A.V. *et al.* **Flora arbustiva-arbórea de três áreas ribeirinhas no semiárido paraibano, Brasil**. Biota Neotropica, v. 10, n.4, 2010.

LARCHER, W. **Ecofisiologia Vegetal**. 1<sup>a</sup> ed. São Carlos: RiMa. 2004. 531p.

LA ROCA, M. F. *et al.* Desenvolvimento e validação de método analítico: passo importante na produção de medicamentos. **Rev. Bras. Farm**, v. 88, n. 4, p. 177-180, 2007.

LEITE, N. S. *et al.* Evaluation of the cicatrizing, topical anti-inflammatory and antioxidant activities of the ethanol extract of *Sideroxylon obtusifolium*. **Revista Brasileira de Plantas Medicinais**, v. 17, n. 1, p. 164-170, 2015

LEMOS, H.M. Fundamentos da política nacional de conservação e utilização sustentável da diversidade biológica. In: Congresso Brasileiro de Unidades de Conservação, 1., 1997: Curitiba, PR. **Anais**. Curitiba, PR: IAP, UNILIVRE, Rede Nacional Pró Unidades de Conservação, 1997. v. 1. p. 304-319

LIETH, H.; SCHULTZ, G. Contributions from biometeorological workshops focusing on seasonality. **Journal of Biogeography**, New York, v. 3, p. 229, 1976.

LIMA, L.R. *et al.* Desenvolvimento e validação da metodologia de quantificação gravimétrica de resina glicosídica em fitoterápicos contendo *Operculina macrocarpa* (L.) Urban. **Revista Brasileira de Farmacognosia**, v.16, n.4, p. 562-7, 2006.

LORENZI, H. **Árvores Brasileiras: Manual de identificação e cultivo de plantas arbóreas nativas do Brasil**. 1<sup>a</sup> ed. Vol. 02. Instituto Plantarum, Nova Odessa, 1998.

LORENZI, H. **Árvores brasileiras: manual de identificação e cultivo de plantas arbóreas nativas do Brasil**. Nova Odessa: Plantarum, 2002. 368p.

LORENZI, H. *et al.* **Frutas brasileiras e exóticas e cultivadas (de consumo in natura)**. São Paulo: Instituto Plantarum de Estudos da Flora, 2006. 640p.

MACEDO, M. C. *et al.* Biometry of fruit and seeds and germination of *Magonia pubescens* ST. Hil (SAPINDACEAE). **Revista Brasileira de Sementes**, v. 31, n. 2, p. 202-211, 2009.

MAIA, G. N. **Caatinga: Árvores e arbustos e suas utilidades.** 1<sup>a</sup> ed. São Paulo. Leitura e Arte editora, 2004, 413 p.

MAJTAN, J. *et al.* Fir honeydew honey flavonoids inhibit TNF- $\alpha$ -induced MMP-9 expression in human keratinocytes: a new action of honey in wound healing. **Archives of dermatological research**, v.305, n.7, p.619-27, 2013.

MARCHAND, L. Cancer preventive effects of flavonoids - a review. **Biomed. Pharmacother**, 56, pp. 296 – 301, 2002.

MARIOT, A.; MANTOVANI, A.; REIS, M. S. Uso e conservação de *Piper cernuum* Vell. (Piperaceae) na Mata Atlântica: I. Fenologia reprodutiva e dispersão de sementes. **Revista Brasileira de Plantas Medicinais**, v. 5, n. 2, p. 1-10, 2003.

MAROTO, A.; RIU, J.; BOQUÉ, R.; RIUS, F. X. Estimating uncertainties of analytical results using informations from the validation process. **Analytica Chimica Acta**, v. 391, p. 173-185, 1999.

MARQUES, J.B. **Comércio e conservação de três espécies vegetais da caatinga ameaçadas de extinção e de uso medicinal em duas áreas do Cariri oriental Paraibano.** 2008. 105 fl. (Dissertação de mestrado) João Pessoa. Programa regional de pós-graduação em desenvolvimento e meio ambiente universidade UFPB E UEPB. João Pessoa, 2008.

MARQUES, J.B. *et al.* Efeitos do comércio para fins medicinais sobre o manejo e a conservação de três espécies ameaçadas de extinção, em duas áreas do Cariri Oriental Paraibano. In: GARIGLIO, M.A. *et al.* **Uso sustentável e conservação dos recursos florestais da caatinga**, p.180-86. Serviço Florestal Brasileiro, Brasília, Brazil. 2010.

MEDEIROS, A.C.D. **Dissertação de mestrado.** Laboratório de Tecnologia Farmacêutica. João Pessoa, UFPB, 2001.

MENDES, B.V. **Alternativas tecnológicas para a agropecuária do semiárido.** São Paulo: Nobel, 1986. 171p.

MILTERSTEINER, A. *et al.* Uso de quer cetina a longo prazo em ratos cirróticos. **Acta**

**Cirúrgica Brasileira**, v. 18, n. 3, p. 232-237, 2003.

**MMA. Caatinga – monitoramento do desmatamento dos biomas brasileiros por satélite.**  
Relatório Técnico 2010-2011. Acesso em set.2017. 2017. Disponível em:  
<http://www.mma.gov.br/index.php/comunicacao/agenciainformmma?view=blog&id=2096>.

\_\_\_\_\_. **MacroZEEBHSF**: Atualização e complementação do macrozoneamento ecológico-econômico da bacia hidrográfica do rio São Francisco. Revisão Final, Tomo II, nov.2016.

MONTEIRO J.M. *et al.* Use patterns and knowledge of medicinal species among two rural communities in Brazil's semi-arid northeastern region. **Journal of ethnopharmacology** v. 105, p. 173- 186, 2006.

MORAES, L. D; SOUSA *et al.* Avaliações Qualitativas e Quantitativas da Variação de Metabólitos Secundários em *Tournefortia paniculata* Cham (Boraginaceae). **Revista Brasileira de Biociências**, v. 5, n. 2, p. 1032-1034, 2007.

MOTHÉ, C.; AZEVEDO, G. A. D. **Análise térmica de materiais**. São Paulo: Editora, 2002.  
p. 113-115.

NEVES, E. L. *et al.* Comportamento fenológico de três espécies de *Jatropha* (Euphorbiaceae) da Caatinga, semiárido do Brasil. **Revista Brasileira de Botânica**, São Paulo, v. 33, n. 1, p. 155-166, 2010.

NIJVELDT, R. J. *et al.* Flavonoids: a review of probable mechanisms of action and potential applications. **Am J Clin Nutr**, v.74, pp. 418-425, 2001.

OLIVEIRA, D. R. *et al.* Antibacterial and modulatory effect of *Stryphnodendron rotundifolium*. **Pharm. Biol.** 49, 1265–1270, 2011.

OLIVEIRA, E. M.; SELVA, V. S. F. Estudo da erosão no Seridó paraibano como indicador do processo de desertificação: Juazeirinho, Paraíba. **Revista Brasileira de Geografia Física**, v.12, n.3, p. 876-894, 2019.

OLIVEIRA, F. C. *et al.* Avanços nas pesquisas etnobotânicas no Brasil. **Acta Botanica Brasílica**, v. 23, n. 2, p: 590-605, 2009.

PARAÍBA – Secretaria de Estado dos Recursos Hídricos, do Meio Ambiente e da Ciência e Tecnologia. **Programa de Ação Estadual de Combate à desertificação e Mitigação dos Efeitos da Seca no Estado da Paraíba-PAE-PB** , 2011. Disponível em: <[https://www.mma.gov.br/images/arquivos/gestao\\_territorial/desertificacao/programas\\_estaduais/pae\\_pb\\_versao\\_final.pdf](https://www.mma.gov.br/images/arquivos/gestao_territorial/desertificacao/programas_estaduais/pae_pb_versao_final.pdf)>. Acesso em: abr. 2020.

PAREYN, F. G. C. A importância da produção não-madeireira na Caatinga. In: GARIGLIO, M. A. *et al.* (orgs.) **Uso sustentável e conservação dos recursos florestais da Caatinga**. Brasília: Ministério do Meio Ambiente/Serviço Florestal Brasileiro. 2010. P. 131-144.

PAULA, J.A.M. *et al.* Infraspecific chemical variability in the essential oils of *Pimenta pseudocaryophyllus* (Gomes) L.R. Landrum (Myrtaceae). **Biochemical Systematics and Ecology**, v. 39, n.4-6, p.643 - 50, 2011.

PEREIRA, F. K. D. **Síntese e Caracterização da Sílica Mesoporosa do Tipo SBA-15 contendo Magnésio (MgSBA-15)**. Monografia de Graduação. 78p. Universidade Federal de Campina Grande: UFCG, Cuité –PB, 2014.

PROCÓPIO, J. V. V. *et al.* Application of thermal analysis and pyrolysis coupled to GC/MS in the qualification of simvastatin pharmaceutical raw material. **Journal of Thermal Analysis and Calorimetry**, v. 106, p. 665–670, 2011.

PURMALIS, O. *et al.* Differential Thermal Analysis of Peat and Peat Humic Acids. **Material Science and Applied Chemistry**, v. 24, p. 89–94, 2011.

QUEIROZ *et al.* A Região Nordeste *In: Espécies nativas da flora brasileira de valor econômico atual ou potencial*. Ministério do Meio Ambiente, Secretaria de Biodiversidade. – Brasília: MMA, 2018. 1311 p.

RANDAU, K. P. *et al.* Desenvolvimento e validação analítica para anti-retroviral zidovudina (AZT) - Matéria-Prima. **Acta Farmaceutica Bonaerense**, Buenos Aires, v. 24, n. 1, p. 104-108, jan./mar. 2005.

REBOUÇAS, Ana Clara Moura Neves *et al.* Métodos para superação da dormência de sementes de quixabeira (*Sideroxylon obtusifolium* (Roem. & Schult.) TD Penn.). **Ciência Florestal**, v. 22, n. 1, p. 183-192, 2012.

RIBANI, M. *et al.* Validação em métodos cromatográficos e eletroforéticos. **Química Nova**, v. 27, n. 5, p. 771-780, 2004.

RIBEIRO-FILHO,A. A *et al.* Composição florística da Floresta Ciliar do Rio Mandassaia, Parque Nacional da Chapada Diamantina, Bahia, Brasil. **Rodriguésia** v. 2 n. 60 p. 265-276, 2009.

RICARDO, S. D. F. *et al.* Reference collection of plant phytoliths from the Caatinga biome, Northeast Brazil. **Flora**, v. 249, n.1, p. 1-8, 2018.

ROSSA, U. B. **Produtividade e compostos foliares de erva-mate sob efeitos de luminosidade e fertilização.** 2013, 208f. Tese (Doutorado em Engenharia Florestal)– Universidade Federal do Paraná, Curitiba.

SANTOS, S. C.; MELLO, J. C. P., 2004. Taninos. In : **Farmacognosia:** da planta ao medicamento. In: SIMÕES, C. M. O. *et al.* (orgs.) 5º edição, revisada, ampliada, primeira reimpressão – Porto Alegre/Florianópolis: Editora da UFRGS/Editora da UFSC, 1096p. 2004.

SANTOS, S. L. *et al.* Plantas utilizadas como medicinais em uma comunidade rural do semi-árido da Paraíba, Nordeste do Brasil. **Revista Brasileira de . Farmácia**, v. 93, n. 1, p. 68-79, 2012.

RODAL, M.J.N.; NASCIMENTO, L.M. Levantamento florístico da floresta serrana da reserva biológica de Serra Negra, microrregião de Itaparica, Pernambuco, Brasil. **Acta Botanica Brasilica**, v. 16 p. 481-500, 2002.

SHABIR, G.A. *et al.* Evaluation and application of best practice in analytical method validation. **Journal of Liquid Chromatography & Related Technologies**, v. 30, p. 311-333, 2007.

SANDHAR, H.K *et al.* A Review of Phytochemistry and Pharmacology of Flavonoids. **Internationale Pharmaceutica Sciencia**, v.1, n.1, pp. 25 - 34, 2011.

SILVA, F. F. S.; DANTAS, B. F. *Sideroxylon obtusifolium* (Humb. ex Roem. & Schult.) TD Penn. quixabeira. **Embrapa Semiárido-Nota Técnica/Nota Científica (ALICE)**. 2017.

SILVA, K. B. *et al.* Variabilidade da germinação e caracteres de frutos e sementes entre matrizes de *Sideroxylon obtusifolium* (Roem. & Schult.) TD Penn. **Revista Eletrônica de Biologia (REB)**, v. 7, n. 3, p. 281-300, 2014.

SILVA, K. B. *et al.* Qualidade fisiológica de sementes de *Sideroxylon obtusifolium* (Roem. & Schult.) Penn. classificadas pelo tamanho. **Revista Brasileira de Biociências**, v. 13, n. 1, 2015.

SKOOG, D. A.; "Principles of instrumental analysis"; 5th ed, Philadelphia, Harcourt Brace College, 1998.

SOARES, D. G. *et al.* Avaliação de compostos com atividade antioxidante em células da levedura *Saccharomyces cerevisiae*. **Revista Brasileira de Ciências Farmacêuticas** v. 41 n. 1, p. 95-100, 2008.

STUBBERUD, K. P.; ASTROM, O. Separation of ibuprofen, codeine phosphate, their degradation products and impurities by capillary electrophoresis: II Validation. **Journal of Chromatography**. A., v. 826, p. 95-102, 1998

TABARELLI, M.; SILVA, J.M.C. Áreas e ações prioritárias para a conservação da biodiversidade da caatinga. In: LEAL, I.R.; TABARELLI, M.; SILVA, J.M.C. (Eds) **Ecologia e Conservação da caatinga**. Recife, Editora Universitária 2003. p. 777-796.

TAIZ, L.; ZEIGER, E. **Fisiologia Vegetal**. 4. ed. Porto Alegre: Artmed. 2013. 820p.

TEIXEIRA, M. N. O sertão semiárido. Uma relação de sociedade e natureza numa dinâmica de organização social do espaço. **Sociedade e Estado**, v. 31, n. 3, p. 769-797, 2016.

TISTAERT, C.; DEJAEGHER, B.; HEYDEN, Y. V. Técnicas de separação cromatográficas e métodos de manipulação de dados para impressões digitais à base de plantas: uma revisão. **Analytica chimica acta**, v. 690, n. 2, p. 148-161, 2011.

VASCONCELOS, I. E. **Estudo prospectivo para implantação de um polo farmacêutico e farmacoquímico de Pernambuco:** simulação de uma planta industrial de proteína recombinante e de um arranjo produtivo local do bioma caatinga o óleo de licuri. 2019. 209 fl. Tese (Doutorado em engenharia química) – Universidade Federal de Pernambuco. Recife, 2019.

VELLOSO, A. *et al.* **Ecorregiões:** Propostas para o Bioma Caatinga. Recife: APNE/The Nature Conservancy do Brasil. 2002. 76p.

WANG, L. *et al.* Application of pyrolysis–gas chromatography and hierarchical cluster analysis to the discrimination of the Chinese traditional medicine *Dendrobium candidum* Wall. ex Lindl. **Journal of Analytical and Applied Pyrolysis**, v. 90, p. 13–17, 2011.

WENDLANDT, W. W.; **Thermal Analysis**, Willey: New York, 1986

WORLD HEALTH ORGANIZATION. **Quality control methods for medicinal plants material.** Geneva, 1998. 122 p.

WORLD HEALTH ORGANIZATION. **General guidelines for methodologies on research and evaluation of traditional medicine.** Geneva, 2000, 80 p.

ZHANG, L.N. *et al.* Synthesis and antimicrobial activities of 7 – O – modified genistein derivatives. **European Journal of Medicinal Chemistry**, v.43, pp.1543-1551, 2008.

## *CAPÍTULO II*

**Fenologia, Produção e Desenvolvimento Vegetal de Espécimes de *Sideroxylon obtusifolium* (Roem. & Schult.) T.D.Penn. no Semiárido Paraibano**

## Fenologia, Produção e Desenvolvimento Vegetal de Espécimes de *Sideroxylon obtusifolium* (Roem. & Schult.) T.D.Penn. no Semiárido Paraibano

**RESUMO:** Informações sobre o comportamento fenológico e ecológico de espécies da Caatinga como *Sideroxylon obtusifolium* (Roem. & Schult.) T.D.Penn. são extremamente importantes para reintegração destas espécies ao seu meio natural, bem como para seu cultivo otimizado e padronizado para fins medicinais. Objetivou-se estudar o comportamento fenológico de *S. obtusifolium* em duas áreas no Semiárido paraibano e a sua influência na produção e desenvolvimento de novas espécimes. O estudo fenológico foi realizado com 30 espécimes no Cariri paraibano. Foram avaliados a intensidade e sincronia das fenofases entre os ambientes. Três espécimes foram selecionados para produção vegetal, as quais tiveram as suas sementes caracterizadas quanto aos aspectos biométricos. Na produção vegetal foram aplicados testes pré-germinativos e parâmetros de vigor e de qualidade para indivíduos integrais e podados ao longo de 12 meses. O conjunto de dados foi correlacionado para verificação da influência de cada parâmetro no comportamento da espécie estudada. O comportamento fenológico dos espécimes de *S. obtusifolium* do município de Sumé é diferente das matrizes do município de São João do Cariri, principalmente nas fenofases reprodutivas. A precipitação de cada ambiente influenciou as fenofases de formas distintas. As matrizes de Sumé não são sincrônicas no que se refere aos estágios de floração e frutificação, sendo a fenofase frutificação a menos sincrônica com índice de 0,17. As matrizes de São João do Cariri apresentaram sincronia com índices de 0,77, 0,82 e 0,92 para as fenofases botões florais, floração e frutificação respectivamente. Os dados biométricos para frutos e sementes mostram que existe diferença entre todos os espécimes para os parâmetros comprimento e diâmetro. A imersão em água durante 72 horas otimizou a emergência, índice de velocidade de emergência e vigor das plântulas. Considerando o desenvolvimento de todas as matrizes ao longo do tempo, observou-se diferença significativa entre indivíduos integrais e podados para o parâmetro biomassa dos 2 aos 6 meses de desenvolvimento. Os indivíduos de maior qualidade fisiológica são os integrais aos 12 e 10 meses, seguido dos podados com análise após 8 meses. Observou-se correlação inversa entre os dados fenológicos reprodutivos com praticamente todos os índices de qualidade de Dickson, o qual possui correlação positiva com os dados biométricos das sementes, principalmente com a massa das sementes, evidenciando os parâmetros biométricos de sementes como elementos fundamentais na qualidade do desenvolvimento das mudas ao longo do tempo.

**Palavras-Chave:** Fenofases, Biometria de sementes, Desenvolvimento vegetal, Espécie florestal, Caatinga

## **Phenology, Production and Plant Development of Specimens of *Sideroxylon obtusifolium* (Roem. & Schult.) T.D.Penn. in the Semiarid Region of Paraíba**

**ABSTRACT:** Information on the phenological and ecological behavior of Caatinga species such as *Sideroxylon obtusifolium* (Roem. & Schult.) T.D.Penn. are extremely important for the reintegration of these species to their natural environment, as well as for their optimized and standardized cultivation for medicinal purposes. The objective was to study the phenological behavior of *S. obtusifolium* in two areas in the semi-arid region of Paraíba and its influence on the production and development of new specimens. The phenological study was carried out with 30 specimens in the Cariri region of Paraíba. The dataset was correlated to verify the influence of each parameter on the behavior of the studied specie. The phenological behavior of *S. obtusifolium* specimens from the municipality of Sumé is different from the matrices from the municipality of São João do Cariri, mainly in the reproductive phenophases. The precipitation of each environment influenced the phenophases in different ways. Sumé matrices are not synchronous with regard to the flowering and fruiting stages, with the fruiting phenophase being the least synchronous with an index of 0.17. The matrices of São João do Cariri showed synchrony, with indexes of 0.77, 0.82 and 0.92 for flower buds, flowering and fruiting phenophases, respectively. Biometric data for fruits and seeds show that there is a difference between all specimens for the parameters length and diameter. The immersion in water for 72 hours optimized the emergence, emergence speed index and seedling force. Considering the development of all matrices over time, there was a significant difference between intact and pruned individuals for the biomass parameter from 2 to 6 months of development. The individuals with the bigger physiological quality are the intact ones at 12 and 10 months, followed by those pruned with analysis after 8 months. Inverse correlation was observed between the reproductive phenological data with practically all Dickson quality indices, which has a positive correlation with the biometric data of the seeds, especially with the seed mass, showing the biometric parameters of seeds as fundamental elements in quality seedling development over time.

**Keywords:** Phenophases, Seed Biometry, Plant development, Forest specie, Caatinga

## 1. INTRODUÇÃO

O conhecimento ecológico do funcionamento dos ecossistemas, bem como a produção vegetal de espécies florestais é extremamente importante para conservação e uso sustentável dos recursos disponíveis nos sistemas naturais. As respostas dos estudos fenológicos permitem conhecer o funcionamento dos ecossistemas e conservar outras espécies dentro de relações interespecíficas, uma vez que estudam a frequência, intensidade e sincronismo dos eventos do ciclo de vida, das causas de sua ocorrência com relação às forças seletivas bióticas e abióticas, bem como da interrelação entre as fases caracterizadas por esses eventos, em uma ou diferentes espécies (LIETH 1974; NEVES *et al.*, 2010).

O comportamento fenológico é alterado de acordo com mudanças das condições ambientais (MORELLATO; LEITÃO FILHO, 1992), sendo as variações no padrão climático as principais causas dessas mudanças, participando assim em alterações no desenvolvimento das plantas e mudanças na distribuição geográfica (WALTHER *et al.*, 2005; ELLWOOD *et al.* 2019). O entendimento das redes ecológicas está associado a estudos no comportamento fenológico das comunidades, como por exemplo, a intensidade e sincronização da floração e frutificação das espécies vegetais (BATALHA; MARTINS 2004; ALDRIDGE *et al.*, 2011). A desestruturação dessas redes ecológicas, podem desestruturar toda a comunidade (CORREA-LIMA *et al.*, 2020), bem como influenciar na produção de metabólitos primários e secundários das plantas.

As fenofases das plantas influenciam significativamente nos teores de liberação dos componentes de princípios ativos, sendo estes tipos de estudos fundamentais para a compreensão das fases e períodos de extração de matéria prima de plantas medicinais. A quantificação dos compostos ativos, assim como seu comportamento durante as fenofases e o ciclo de maturação dos frutos também é importante para agregação de conhecimento dos seus aspectos de comercialização (BORGES, 2013).

*Sideroxylon obtusifoliun* (Roem. & Schult.) T.D.Penn. pertence a família Sapotaceae, é popularmente conhecida como quixabeira e é detentora de diversos potenciais no que se refere a sua importância ecológica e farmacológica, registrada através de estudos ecológicos, etnobotânicos, farmacológicos e fitoquímicos (MAIA, 2004; ALBUQUERQUE; HANAZAKI, 2006; AQUINO *et al.*, 2016), entretanto, pouco se conhece acerca dos aspectos fenológicos desta espécie em diferentes ambientes, bem como a sua produção e desenvolvimento vegetal ao longo do tempo, sendo estes parâmetros fundamentais para a produção de matéria prima padronizada para fins medicinais.

Devido ao elevado potencial medicinal, *S. obtusifolium* está como o nível populacional bastante reduzido no semiárido brasileiro em detrimento principalmente do uso das cacas. No Cariri paraibano foi registrado que o extrativismo de *Amburana cearenses* (Allemão) A.C.Sm. *Myracrodruron urundeuva* Allemão e *S. obtusifolium* para fins medicinais, causou sério impacto nas populações dessas espécies, sendo necessário a derrubada de 8 a 15 árvores por mês para aquisição de uma renda de R\$200,00 mensal (MARQUES *et al.*, 2010).

O lento crescimento de espécies clímax, a exemplo de *S. obtusifolium* é um desafio no processo de produção de mudas, sendo de fundamental importância estratégias de produção com qualidade no menor tempo possível, e com garantia de desenvolvimento uniforme (LIMA *et al.*, 2017; ANDRADE *et al.*, 2019). Fica ratificado portanto, a necessidade do conhecimento do comportamento fenológico e ecológico destas espécies, bem como o seu cultivo para reintegração ao seu meio natural e para finalidade medicinal.

Objetivou-se estudar o comportamento fenológico de *Sideroxylon obtusifolium* em duas áreas no semiárido paraibano e a sua influência na produção e desenvolvimento de novas espécimes.

## **2. MATERIAL E MÉTODOS**

### **2.1 Área de Estudo**

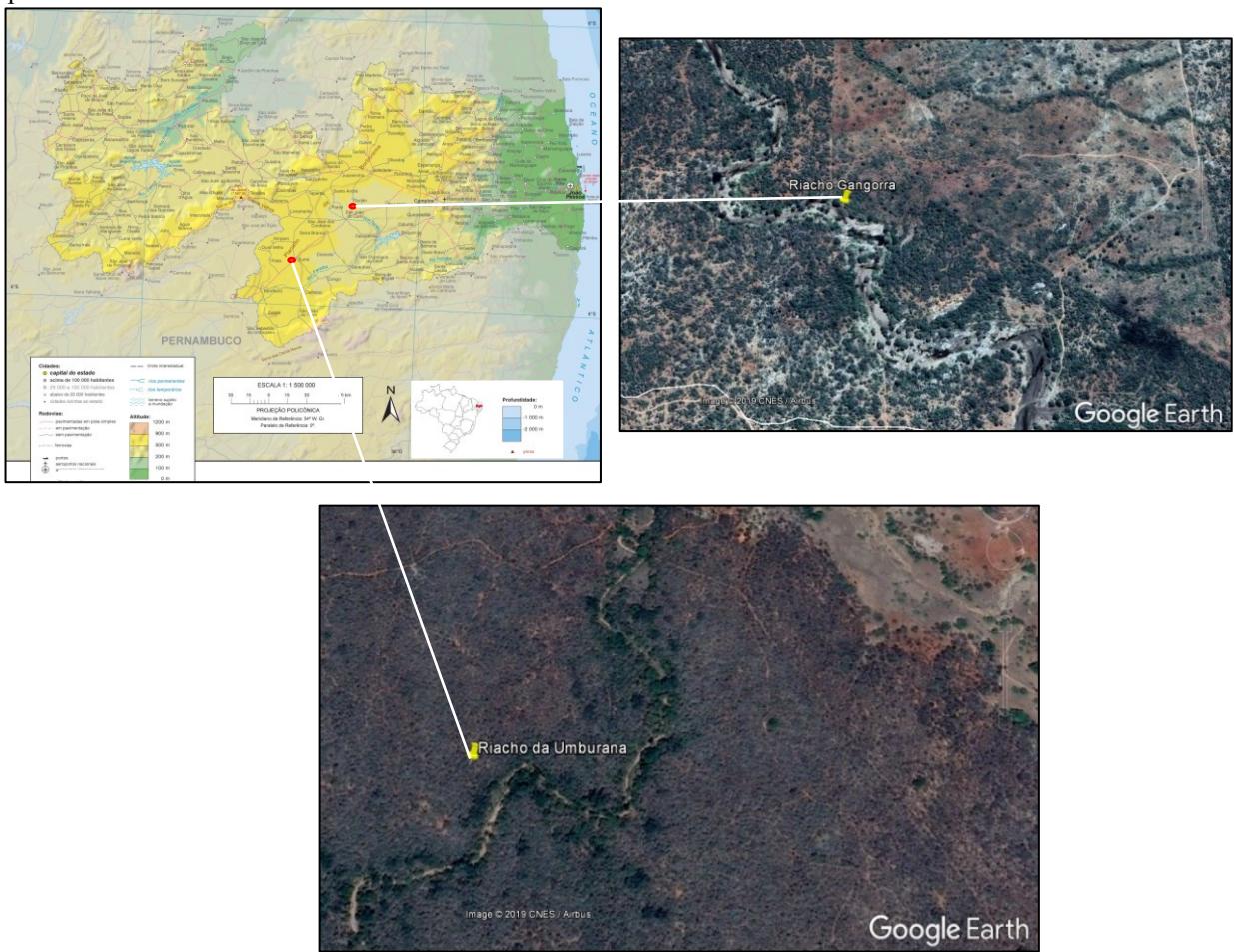
O trabalho foi desenvolvido no Cariri paraibano, o qual está localizado na franja ocidental do Planalto da Borborema, mais particularmente na porção central, referente ao estado da Paraíba (MOREIRA, 1988). O Cariri Paraibano é caracterizado por duas estações bem definidas, uma chuvosa e uma seca e pelo regime interanual, cuja irregularidade ou variabilidade ano a ano dos totais pluviométricos tem uma distribuição temporal muito dispersa (ALVES, 2009). Segundo a classificação climática de Köeppen, o clima da região enquadra-se no tipo BSh, denominado semiárido, caracterizado por insuficiência e irregularidade das precipitações pluviais, as quais se concentram em três meses do ano, e ocorrência de temperaturas elevadas.

Os solos possuem formação cristalina, são jovens, com cobertura vegetal, esparsa, caducifólia, resultando em uma estocagem de água subterrânea muito baixa, por outro lado, há poucos cursos de água, forte recessão e consequentemente um regime hidrológico torrencial com estiagens rigorosas. O regime das chuvas conjugado a outros fatores físicos, por exemplo, à baixa permeabilidade dos solos derivados das rochas cristalinas, causa profundas repercuções no regime hidrológico. As limitações climáticas associadas a fortes limitações edáficas (solos

salinos, jovens e pedregosos), influenciam substancialmente também sobre a atividade agrícola com repercussões na ocupação do espaço regional (ALVES, 2009).

Apesar da proximidade do Cariri Oriental e Ocidental, vale ressaltar as distintas caracterizações edafoclimatológicas, as quais interferem substancialmente no comportamento da vegetação. Assim, o trabalho foi realizado especificamente no riacho da Umburana ( $7^{\circ} 45' 15,3''$  S e  $36^{\circ} 58' 01,6''$  W; 571 m de altitude) no Município de Sumé (Cariri Ocidental) e no riacho Gangorra ( $7^{\circ} 25' 15''$  S e  $36^{\circ} 29' 17''$  W; 460 m de altitude) em São João do Cariri (Cariri Oriental) (Figura 1). Ambas as áreas possuem características da estrutura vegetacional semelhantes, sendo considerados como remanescentes de áreas de mata ciliar conservadas no cariri paraibano (FARIAS *et al.*, 2017; LACERDA; BARBOSA, 2018).

**Figura 1.** Localização do riacho da Umburana em Sumé e do riacho Gangorra em São João do cariri no cariri paraibano



**Fonte:** Adaptado IBGE (2020)

Em São João do Cariri, Medeiros (2015) observou variação dos totais anuais das chuvas históricas para o período de 1911-2010, onde se pode constatar que a média anual histórica é

de 410,6 mm. Já no município de Sumé a precipitação anual é de 540 mm conforme dados de uma série histórica considerando o período de 1930 a 1994 (AESÁ, 2018).

## 2.2 Coleta e análise dos dados

### 2.2.1 Fenologia

A pesquisa foi registrada no Sistema Nacional de Gestão do Patrimônio Genético e do Conhecimento Tradicional Associado (SisGen), sob o número A2CA140.

Foi adotado o método de trilhas, nas quais foram amostrados 15 indivíduos adultos (Figura 2) (RODAL *et al.*, 2013; LACERDA; BARBOSA, 2018) de *S. obtusifolium* em cada município estudado, os quais foram avaliados mensalmente ao longo de um ano. O período avaliado em Sumé e São João do Cariri compreendeu de outubro de 2016 a setembro de 2017 e de outubro de 2017 a setembro de 2018 respectivamente.

**Figura 2.** Registro da caracterização de espécimes adultas de *Sideroxylon obtusifolium* no Cariri Paraibano



**Fonte:** Acervo da pesquisa

A ocorrência das fenofases (Figura 3) foi avaliada a partir da observação direta da copa das árvores sendo registrada a presença ou ausência de folhas, botões florais, flores e frutos (BENCKE; MORELLATO, 2002). O monitoramento de cada fenofase foi registrado com base em uma escala quantitativa de 0 a 4 com intervalo de 25% entre cada categoria para estimativa do percentual de intensidade da fenofase em cada indivíduo. Em cada mês, foi realizado a soma dos valores de intensidade obtidos para todos os indivíduos e dividida pelo valor máximo possível (número de indivíduos multiplicado por quatro). O valor obtido foi então multiplicado por 100, para transformá-lo em valor percentual (FOURNIER, 1974).

**Figura 3.** Fenofases de *Sideroxylon obtusifolium* (A-B: Botões florais; C-D: Floração; E-F: Frutos imaturos) nos Municípios de Sumé e São João do Cariri – Semiárido paraibano



**Fonte:** Acervo da pesquisa

A porcentagem das fenofases foram calculadas para descrever os padrões fenológicos da população, a qual foi relacionada com a precipitação de cada ambiente por meio da correlação de Spearman.

Foi aplicado o índice de atividade (sincronia), que leva em conta a presença ou a ausência da fenofase. No nível populacional, o índice de atividade assume caráter quantitativo, indicando a porcentagem de indivíduos da população que estão manifestando determinado evento fenológico. Este método foi utilizado para estimar a sincronia entre os indivíduos da

população de Sumé e São João do Cariri, considerando-se que quanto maior o número de unidades manifestando a fenofase ao mesmo tempo, maior é a sincronia da população. Utilizou-se o método de Augspurger (1983) proposto pela seguinte fórmula:

$$xi = \frac{1}{fi} * \frac{(n-1)}{n} * (eij)$$

Onde, xi= Sincronia; fi=número de meses que o indivíduo apresentou a fenofase; n= número total de indivíduos que apresentou a fenofase; eij= Número de meses que o indivíduo apresentou a mesma fenofase simultaneamente com os demais

As exsicatas dos espécimes estão depositadas na coleção de Plantas do Laboratório de Ecologia e Botânica do Centro de Desenvolvimento Sustentável do Semiárido da Universidade Federal de Campina Grande em Sumé-PB.

Os dados climatológicos de Sumé foram obtidos da AESA (Agência Executiva de Gestão das Águas do Estado da Paraíba) através da Estação Meteorológica de Sumé, localizada no Centro de Desenvolvimento Sustentável do Semiárido da Universidade Federal de Campina Grande. Em São João do Cariri os dados foram obtidos por meio da coleta de dados na Bacia Escola, pertencente à Universidade Federal da Paraíba situada na cidade de São João do Cariri – PB.

### **3.2.2 Caracterização biométrica de frutos e sementes**

Para caracterização biométrica dos frutos e sementes (Figura 4) foram selecionadas três matrizes que refere-se as mesmas espécimes selecionadas para produção vegetal. Em Sumé não foi possível a realização deste procedimento em virtude do aborto dos frutos. Os frutos foram coletados manualmente, com auxílio de tesoura de poda, tomando-se o cuidado para não provocar danos mecânicos nos frutos e sementes. Imediatamente após a colheita, amostras de frutos e sementes foram acondicionadas em embalagens plásticas e encaminhadas ao laboratório de Ecologia e Botânica do Centro de Desenvolvimento Sustentável do Semiárido da Universidade Federal de Campina Grande (LAEB/CDSA/UFCG), dentro de caixas térmicas, para evitar alterações no teor de água.

**Figura 4.** Caracterização de frutos (A) e sementes (B) de espécimes de *Sideroxylon obtusifolium* coletadas no Município de São João do Cariri – Semiárido paraibano



Fonte: Acervo da pesquisa

O comprimento e diâmetro dos frutos e sementes foram avaliadas com o auxílio de um paquímetro digital (0,01mm marca Digmess). Foram utilizadas quatro amostras de 25 frutos e sementes, obtidos de diferentes posições na árvore, sendo os resultados expressos em milímetros.

O teor de água e massa fresca e seca de frutos e sementes foi determinado pelo método da estufa a  $105 \pm 3$  °C, durante 24 horas (BRASIL, 2009), com quatro amostras de 25 sementes e frutos. Após o período de secagem, as amostras foram colocadas em dessecador por 30 minutos e, em seguida pesadas em balança analítica com precisão de 0,0001 g.

### 3.2.3 Produção de Mudas

O trabalho foi conduzido no Viveiro para Produção de Mudas Nativas e Estudos de Ecologia e Dinâmica da Caatinga, pertencente ao LAEB/CDSA/UFCG, com sombreamento de 50%, substrato composto por areia, esterco caprino e terra de subsolo na proporção de 1,5:1,0:0,5, a qual foi revolvida com o auxílio de uma betoneira para obtenção de uma mistura homogênea.

As sementes foram submetidas a cinco tratamentos pré germinativos: testemunha (T1), imersão em água por 18, 36, 72 e 144 horas (T2, T3, T4, T5) respectivamente, objetivando acelerar a emergência e uniformizar o desenvolvimento. Em seguida foram semeadas em baldes (22,5 cm de altura por 20 cm de largura) perfurado na lateral e na base. A semeadura foi

realizada a 0,5 cm de profundidade com rega diária. Cada tratamento foi composto de quatro repetições de 25 sementes, totalizando 100 sementes por tratamento.

As avaliações de contagem das plântulas foram realizadas diariamente durante 90 dias após a semeadura quando houve estabilização na emergência. As plântulas foram consideradas emersas a partir do momento que apresentaram epicótilo acima do substrato. As variáveis avaliadas foram emergência, conforme indicações de Nakagawa (1999), índice de velocidade de emergência (IVE) proposta por Maguire (1962) e o Índice de qualidade de Dickson (IQD) (DICKSON *et al.*, 1960) a cada 60 dias ao longo de 12 meses através das seguintes fórmulas:

$$E = (N/A) \times 100$$

Onde, E=emergência; N = número de plântulas no final do teste; A= número de sementes semeadas.

$$(IVE) = E1/N1 + E2/N2 + \dots + En/Nn$$

Onde, IVE= Índice de velocidade de emergência; E1, E2, En = número de sementes emergidas computadas em cada contagem; N1, N2, Nn = número de dias, em relação à data da semeadura. sendo computada a porcentagem de plântulas, comprimento de plântulas no final do teste de emergência.

$$IQD = \frac{PMS \text{ total}}{\left(\frac{H}{DC}\right) + \left(\frac{PMSPA}{PMSRA}\right)}$$

Onde: IQD= Índice de desenvolvimento de Dickson; MST= Massa seca total (g); H; Altura (cm); DC) Diâmetro do colo (cm); PMSPA= Peso da matéria seca da parte aérea (g); PMSRA) peso da matéria seca da raiz (g); RPAR= Relação da matéria seca da parte aérea com a matéria seca de raízes; RAD= Relação da altura parte aérea com o diâmetro do coletor.

A cada 60 dias após a emergência das sementes de cada indivíduo, foi realizado durante 12 meses a determinação da altura da parte aérea com auxílio de uma régua graduada em centímetro, medindo a distância entre o colo e o ápice, e o diâmetro do caule ao nível do solo por meio de paquímetro digital (0,01mm) (Figura 5). Foi analisado também a massa fresca e seca, sendo os resultados expressos em g/plântula (NAKAGAWA, 1999) por meio de balança de precisão (0,0001g) e estufa de circulação de ar forçada a 42°C até massa constante.

Foram realizadas podas em 60 indivíduos com idade de 2, 4, 6, 8, 10 e 12 meses, os quais foram avaliados com 12, 10, 8, 6, e 2 meses respectivamente. Durante a poda foram mantidos de 5 a 15 cm do coletor/caule, os quais foram avaliados a cada dois meses quanto aos parâmetros biométricos e índice de qualidade de mudas (DICKSON *et al.*, 1960) (Figura 4). Os

cortes foram realizados em biesel no ângulo de 45°. Observou-se rápida cicatrização do tecido vegetal sem necessidade de intervenção.

**Figura 5.** Imagens do monitoramento biométrico da produção vegetal de *Sideroxylon obtusifolium*



**Fonte:** Dados da pesquisa

O delineamento estatístico utilizado foi inteiramente casualizado, sendo os dados submetidos a análise de variância (ANOVA) com quatro repetições. A comparação das médias foi realizada através do teste de Tukey a 5% de probabilidade. Foi aplicado a análise multivariada por meio da análise de fatores por componentes principais e matriz de correlação. Os resultados foram obtidos com auxílio do suplemento do Excel Action Stat Pro versão 3.5.

### 3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

#### 3.1 Fenologia de *Sideroxylon obtusifolium*

As matrizes de campo das áreas estudadas caracterizaram-se por apresentar média de diâmetro ao nível do solo equivalente a 0,94 m e altura média de 7,7 m, valores esses que os enquadram na categoria de indivíduos de comunidade adulta, por possuir DNS  $\geq 0,3$  m e altura  $\geq 1,0$  m (RODAL *et al.*, 2013; LACERDA; BARBOSA, 2018). O comportamento fenológico dos espécimes de *S. obtusifolium* do município de Sumé são diferentes das matrizes do município de São João do Cariri, principalmente nas fenofases reprodutivas.

No estudo comparativo dos dois ambientes estudados, observou-se que, em geral, não existe um padrão pluviométrico total para o impulso e término do ciclo de cada fenofase de *S.*

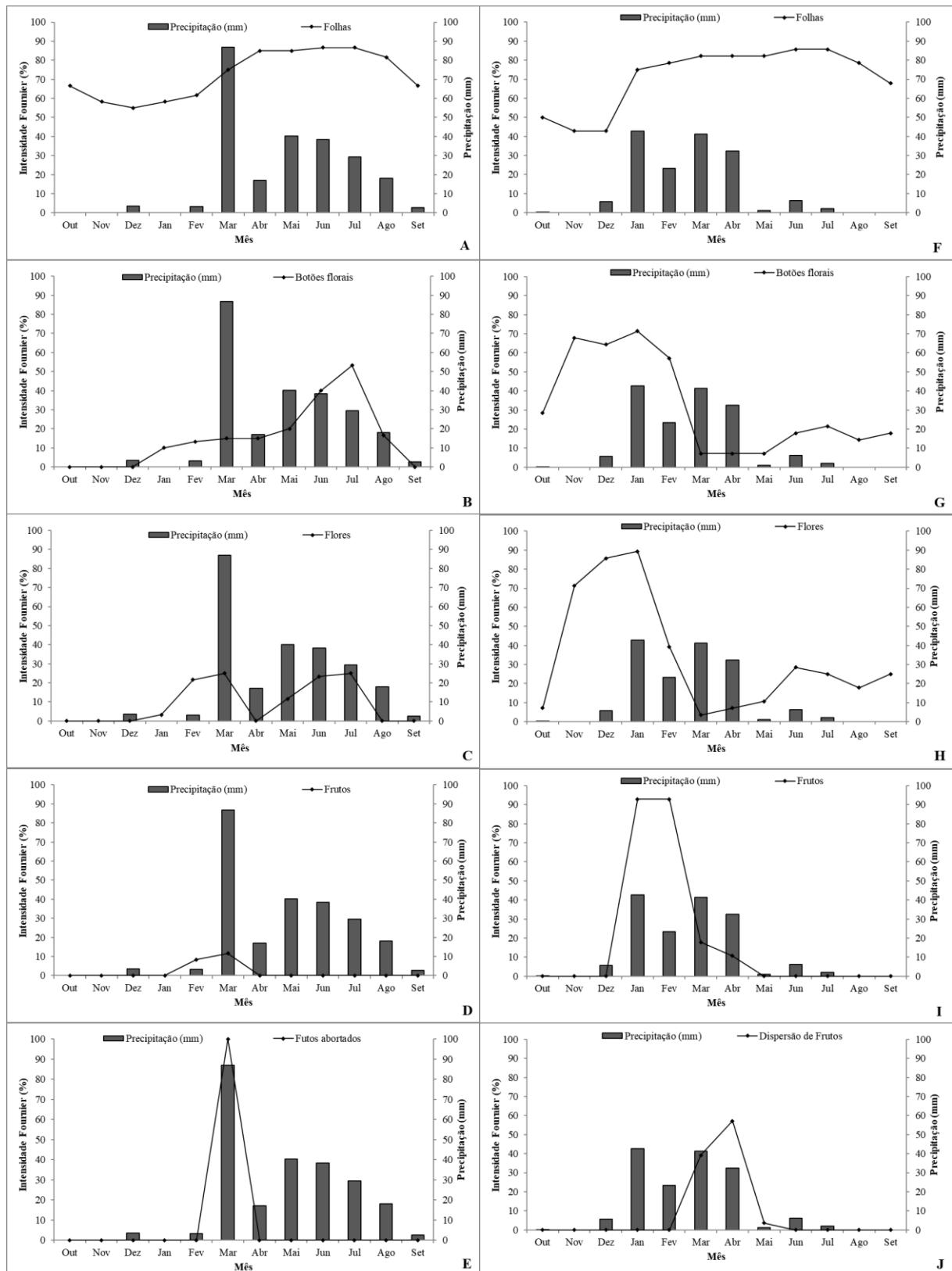
*obtusifolium*, devido à adaptação específica de cada espécime de acordo com a ambiente em que está localizado. Em Sumé a precipitação anual foi de 239,2 mm, e a intensidade de Fournier variou de 0 a 53% (Figura 1A-E), com intensidade de apenas 11,6% para a fenofase frutificação, seguida de aborto total antes da fase de maturação (Figura 1E). No município de São João do Cariri, foi registrada precipitação anual de 155,22 mm, entretanto, a intensidade de Fournier variou de 0 a 92,8%, com a efetivação dos ciclos para todas as fenofases (Figura 1F-J). Em ambos os municípios, os valores pluviométricos ficaram abaixo da média histórica de 500,1 mm e 468,7 mm para Sumé e São João do Cariri respectivamente, de acordo com os dados pluviométricos de 30 anos (AESÁ, 2018).

Em Sumé a maior produção de folhas encontra-se no período de abril a julho com variação de 75,0 a 86,6%, com queda significativa no mês de dezembro (45%), tendo o processo de senescência foliar duração do mês de setembro a fevereiro (Figura 6A). Em São João do Cariri a fase vegetativa apresenta ápice entre os meses de janeiro a agosto com valores que variam de 75,0 a 85,7%, com queda nos meses de novembro e dezembro de acordo com a intensidade Fournier (Figura 6F).

Em Sumé o abotoamento floral ocorreu de janeiro a agosto e a floração de janeiro a julho. Vale salientar que apenas após quatro meses consecutivos com pluviometria entre 17 e 87 mm a intensidade de Fournier para o abotoamento floral aumentou de 15 para 53,3% em julho quando atingiu o ápice. A floração mostrou-se pouco impulsionada pela chuva, passando de 21,6% para 25,0% após o maior registro pluviométrico mensal do ano que ocorreu em março (87 mm). Entretanto, todas as flores abortaram no mês seguinte, sendo que as matrizes voltaram a florar no mês de maio, com ápice de 25,0% em julho, após, quatro meses seguidos de chuvas (Figura 6 B, C). Em São João do Cariri o abotoamento floral e floração perdurou por todo o ano com pico variando de 57,1 a 71,4% e 71,4 a 89,2% respectivamente entre os meses de novembro e fevereiro, a partir do qual esses valores caem e voltam a crescer em junho variando de 14,2 a 28,7% de botões florais até o mês de outubro, e 25 a 28,5% de floração até o mês de setembro (Figura 6 G, H).

A frutificação de *S. obtusifolium* no município de Sumé ocorreu apenas nos meses de fevereiro (8,3%) e março (11,6%), entretanto todos os frutos abortaram quando ainda imaturos (Figura 6 D, E). Os espécimes de São João do Cariri foram registrados com frutos entre os meses de janeiro a maio, sendo janeiro e fevereiro os meses de maior intensidade para esta fenofase (92,8%). Abril foi o período em que houve maior dispersão dos frutos tendo em vista o seu ponto ótimo de maturação e a duração de três meses para a efetivação do seu ciclo (Figura 6 I, J).

**Figura 6.** Comportamento fenológico de *Sideroxylon obtusifolium* com base na Intensidade de Fournier e precipitação nos Municípios de Sumé (A, B, C, D, E) de 2016-2017 e São João do Cariri (F, G, H, I, J) de 2017-2018.



**Fonte:** Dados da pesquisa

De acordo com a correlação de Spearman, em Sumé a precipitação apresentou correlação significativa com a produção de folhas ( $\rho = 0,71$ ;  $P = 0,01$ ), botões florais ( $\rho = 0,79$ ;  $P = 0,002$ ) e com a floração ( $\rho = 0,63$ ;  $P = 0,03$ ). São João do Cariri apresentou comportamento diferente, pois a precipitação apresentou correlação significativa apenas com a frutificação ( $\rho = 0,81$ ;  $P = 0,001$ ) e com a dispersão dos frutos ( $\rho = 0,59$ ;  $P = 0,04$ ). Os dados mostram diferentes necessidades de teor de água para cada fenofase dos exemplares de acordo com o ambiente, porém, vale ressaltar que embora Sumé tenha mais parâmetros correlacionáveis com a precipitação, que foi superior à de São João do Cariri, os espécimes, além de apresentarem menor intensidade fenológica, não foram capazes de completar o ciclo reprodutivo devido ao aborto dos frutos.

Souza *et al.* (2014), estudando a fenologia de seis espécies arbóreas nativas em uma área conservada na Caatinga, observaram que todas as espécies apresentaram correlação positiva entre a precipitação e a formação de novas folhas. Dentre as espécies estudadas, apenas *Poincianella pyramidalis* (Tul.) L.P. Queiroz (Fabaceae) e *Manihot pseudoglaziovii* Pax & K. Hoffm. (Euphorbiaceae) apresentou correlação significativa entre precipitação e floração. Essas espécies juntamente com *Handroanthus heptaphyllus* (Vell.) Mattos (Bignoniaceae) também apresentaram correlação positiva entre frutificação e precipitação.

Os estudos fenológicos e ecológicos, são poucos relatados na literatura para o gênero *Sideroxylon*. Havendo assim, poucas informações acerca do comportamento fenológico de *S. obtusifolium* e de suas relações com fatores bióticos e abióticos. As informações registradas até o momento, demonstram uma grande variação no que se refere as fenofases da espécie estudada nos diferentes biomas brasileiros.

Em Alagoinha, PE, a floração de *S. obtusifolium* foi relatada na estação chuvosa, com frutificação no período chuvoso e formação de folhas novas na transição do período chuvoso para o seco (BARBOSA *et al.*, 1989, 2003). Na restinga de Maricá, RJ, Gomes *et al.* (2010), registraram padrão anual das fenofases reprodutivas, com correlação significativa positiva entre floração e frutificação com os fatores abióticos. Os autores observaram também que 70,1% dos frutos foram abortados.

Relacionado à maturação dos frutos no período chuvoso, Batalha e Martins (2004), afirmam que esta é uma situação comum em espécies arbóreas zoocóricas de ambientes sazonais, tendo em vista que nesta época, os frutos permanecem atrativos por mais tempo, favorecendo a dispersão das sementes.

A floração no período de estiagem parece ser uma estratégia reprodutiva das espécies arbóreas de florestas tropicais, já que o período intenso de chuvas destas florestas acarretaria a

destruição da estrutura floral de espécies que possui flores minúsculas e frágeis (DANTAS, 2012), como as de *S. obtusifolium*.

De acordo com Alencar (1994), a disponibilidade de água mostra-se como um elemento fundamental para a frutificação das espécies da família Sapotaceae, que caracterizam-se pela presença de frutos carnosos. Os dados pluviométricos abaixo da média histórica podem ter influenciado na baixa frutificação e aborto total dos frutos no município de Sumé, entretanto o mesmo não aconteceu com os frutos de São João do Cariri que também obteve índice pluviométrico abaixo da média histórica. Na família Sapotaceae, um alto índice de aborto de frutos foi registrado para *Pouteria venosa* (Mart.) Baehni e *Manilkara subsericea* (Mart.) Dubard (GOMES *et al.*, 2008).

Para Kiill *et al.* (2014), as variações no padrão de floração e de frutificação de *S. obtusifolium* nos diferentes ambientes, pode estar relacionado com as condições climáticas de cada região. Estes autores relatam ainda que a maior formação de frutos desta espécie deve-se a polinização cruzada por *Apis mellifera* e dípteros. Assim polinizadores desta espécie pode também ter sido atingido pelo déficit hídrico no município de Sumé com possíveis reduções populacionais, reduzindo consequentemente a polinização das flores.

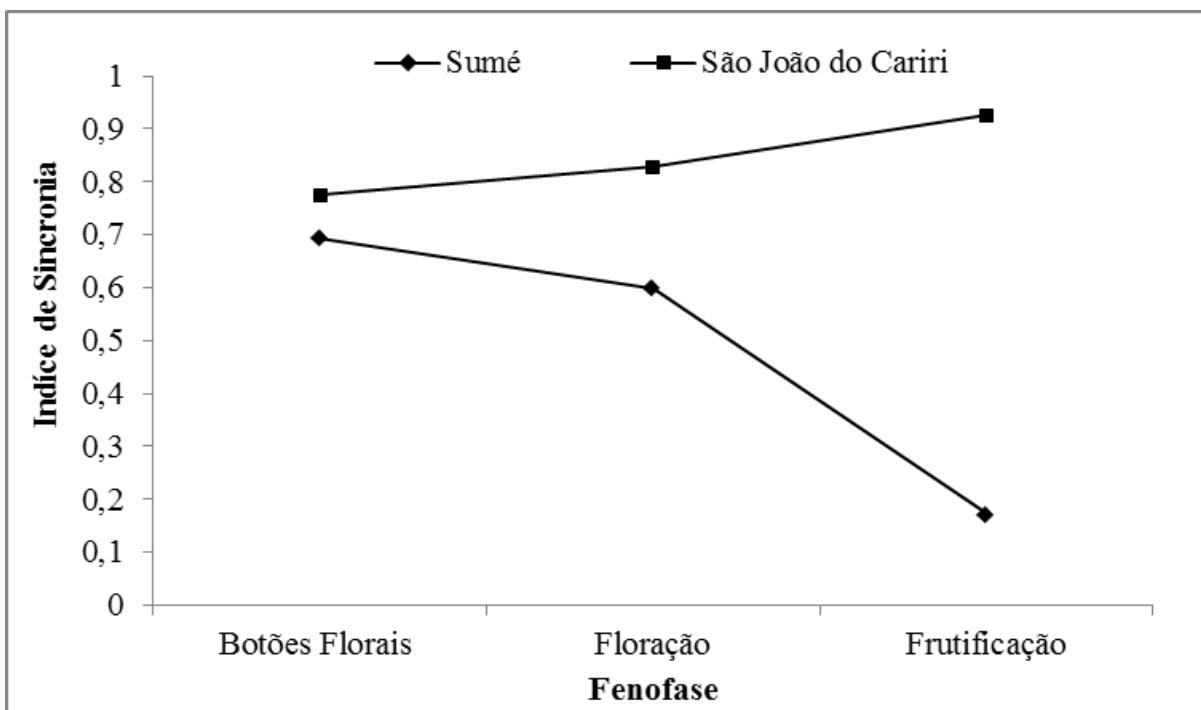
Na avaliação da influência de parâmetros climáticos nas fenofases de *S. obtusifolium*, Cruz (2018) observou que com exceção da correlação significativa entre a intensidade de brotamento e a precipitação, em nenhum outro evento foi constatado correlação significativa com as variáveis ambientais, sendo a intensidade da senescência, botão floral, floração e frutificação independentes das variáveis temperatura, umidade e precipitação pluvial, reforçando a necessidade da avaliação fenológica desta espécie frente às particularidades de outras áreas para comparação do comportamento da espécie às variações do clima.

Diversos autores teem referenciado que os ciclos fenológicos de plantas tropicais são complexos, apresentando padrões irregulares de difícil inferência, principalmente em estudos de curto prazo (NEWSTROM *et al.*, 1994; FREITAS, 1996; BENCKE; MORELLATO, 2002). Para Kiil *et al.* (2014) diferenças no comportamento fenológico, na biologia floral e nos agentes polinizadores de *S. obtusifolium* indicam as variáveis climáticas como um dos diversos fatores capazes de influenciar essa relação.

O índice de sincronia de *S. obtusifolium* mostrou que as matrizes de Sumé não são sincrônicas no que se refere aos estágios de floração e frutificação, sendo a fenofase frutificação a menos sincrônica com índice de apenas 0,17. Já as matrizes de São João do Cariri apresentaram valores de sincronia elevados em todas as fenofases reprodutivas avaliadas, de

forma que a sincronização foi progressiva, com índices de 0,77, 0,82 e 0,92 para as fenofases botões florais, floração e frutificação respectivamente (Figura 7).

**Figura 7.** Índice de sincronia de *Sideroxylon obtusifolium* no período reprodutivo nos Municípios de Sumé e São João do Cariri



Fonte: dados da pesquisa

Estudos fenológicos realizados por Freitas *et al.* (2015) na Amazônia Brasileira apontam que *Manilkara paraensis* (Huber) Standl. (Sapotaceae) apresenta sincronia de floração alta ( $Z=0,75$ ), havendo sincronia perfeita para um indivíduo, e sincronia alta para os demais indivíduos. Para a fenofase frutificação, os indivíduos de *M. paraensis* apresentaram sincronia alta ( $Z=0,90$ ), não havendo sincronia perfeita para os indivíduos, porém sendo demonstrado sincronia alta entre eles, diferentemente do que foi observado neste trabalho.

O baixo índice de sincronia no estágio reprodutivo quando comparado as matrizes de São João do Cariri é um forte indicativo que os espécimes do Riacho da Umburana em Sumé estão menos adaptados às mudanças de fatores bióticos, abióticos e de suas interações, como o efeito de chuvas abaixo da média histórica sobre a vegetação.

### 3.2 Caracterização biométrica de sementes e produção vegetal *Sideroxylon obtusifolium*

Os dados biométricos para frutos e sementes de *S. obtusifolium* mostram que existe diferença entre todas as matrizes para os parâmetros comprimento e diâmetro de fruto e sementes. Em relação a massa fresca dos frutos e sementes, apenas a matriz 3 apresentou

diferença por caracterizar-se com média bastante inferior as demais matrizes, principalmente para os valores de massa fresca do fruto (0,776g) (Tabela 1).

**Tabela 1.** Caracterização biométrica de frutos e sementes de diferentes espécimes de *Sideroxylon obtusifolium* do Riacho Gangorra, São João do Cariri no Cariri Paraibano

	Comprimento cm)		Diâmetro (cm)		Massa fresca (g)	
	Fruto	Semente	Fruto	Semente	Fruto	Semente
M1	1,21 b	0,87 c	1,16 a	0,55 a	1,1951 a	0,1362 a
M2	1,31 a	0,98 a	1,08 b	0,54 b	1,2117 a	0,1333 a
M3	1,18 c	0,89 b	0,91 c	0,47 c	0,7761 b	0,1180 b

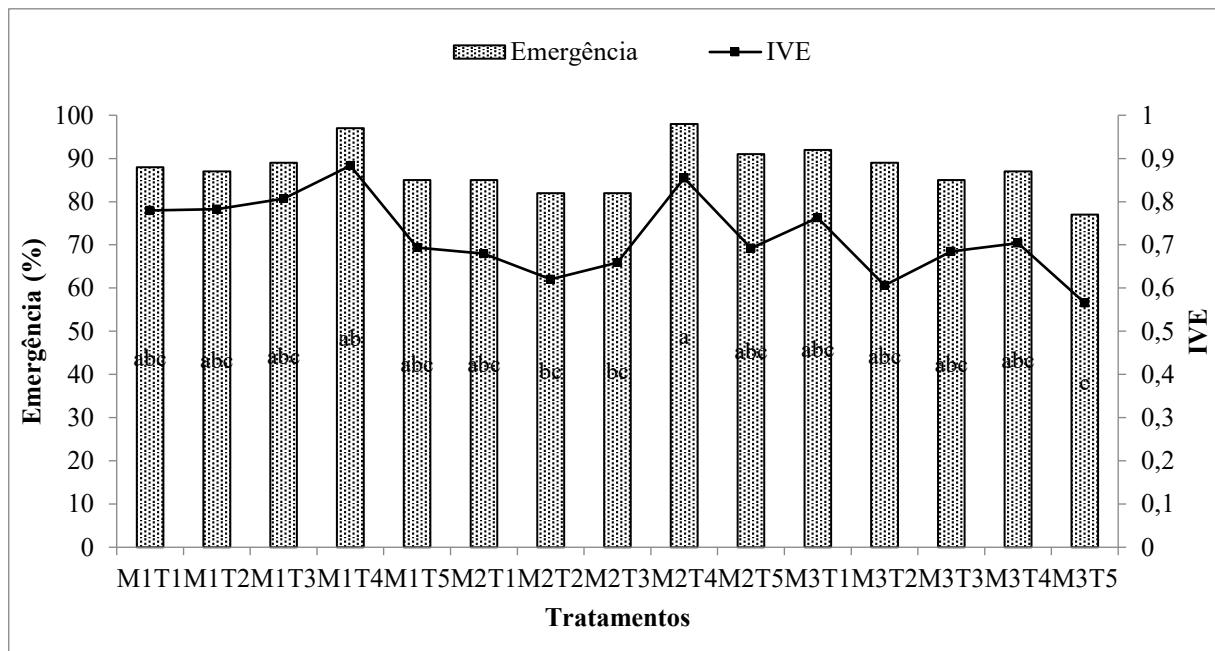
Médias seguidas de mesma letra na coluna são estatisticamente iguais entre si pelo teste de Tukey a 5% de probabilidade

**Fonte:** Dados da pesquisa

De acordo com Lourenço (2013) a variabilidade de uma mesma espécie é bastante extensa, sendo a análise biométrica de frutos e sementes um instrumento importante para essa detecção. A caracterização biométrica de frutos e sementes pode fornecer subsídios importantes para trabalhos de melhoramento genético de populações, padronizações de testes em laboratórios, bem como na melhoria das condições de armazenamento de sementes e produção de mudas, além de ter grande utilidade na identificação e diferenciação de espécies do mesmo gênero (CRUZ *et al.*, 2001; MACÊDO *et al.*, 2009). Além disso, pode vir a ser um instrumento auxiliador na padronização da seleção de matrizes fornecedoras de matéria prima de drogas vegetais.

Os dados de emergência e índice de velocidade de emergência apresentam relação com os parâmetros biométricos das matrizes. As sementes avaliadas não apresentaram dormência, uma vez que a testemunha de todas as matrizes apresentou elevado percentual de emergência, o qual variou de 85 a 92%. Entretanto, a imersão em água durante 72 horas (T<sub>4</sub>) otimizou o resultado para até 98%. Vale salientar que os tratamentos aplicados apresentaram diferentes efeitos nas matrizes avaliadas, sendo a matriz 1 sensível a imersão por período superior a 72 horas, uma vez que o percentual de emergência baixou. A matriz 2 foi mais tolerante de forma que o percentual de emergência (91%) às 144 horas de imersão foi superior a testemunha e imersões durante 18, e 36 horas. A matriz 3 mostrou-se a mais sensível a imersão, uma vez que o percentual mais alto ocorreu na testemunha (92%) e baixou à medida que o tempo de imersão aumentava, chegando a 77% às 144 horas de imersão (Figura 8).

**Figura 8.** Emergência e Índice de Velocidade de Emergência de diferentes matrizes submetidas a diferentes tratamentos de superação de dormência de *Sideroxylon obtusifolium* do Município de São João do Cariri no Cariri Paraibano - T<sub>1</sub>: testemunha – sementes intactas, T<sub>2</sub>, T<sub>3</sub>, T<sub>4</sub> e T<sub>5</sub> imersão em água a temperatura ambiente por 18, 36, 72 e 144 horas respectivamente.



Letras iguais entre barras referem-se a tratamentos estatisticamente iguais entre si pelo teste de Tukey a 5% de probabilidade

**Fonte:** Dados da pesquisa

O índice de velocidade de emergência ao longo de dois meses após a semeadura seguiu o mesmo padrão em relação aos tratamentos usados na emergência, de forma que os melhores valores foram obtidos na imersão após 72 horas para as matrizes 1 e 2 que obtiveram índice de 0,88 e 0,85 respectivamente e 0,76 na testemunha da matriz 3. O resultado expressa uma baixa velocidade que é justificada principalmente pelo tempo decorrido para o impulsionamento da emergência podendo gerar plântulas desuniformes.

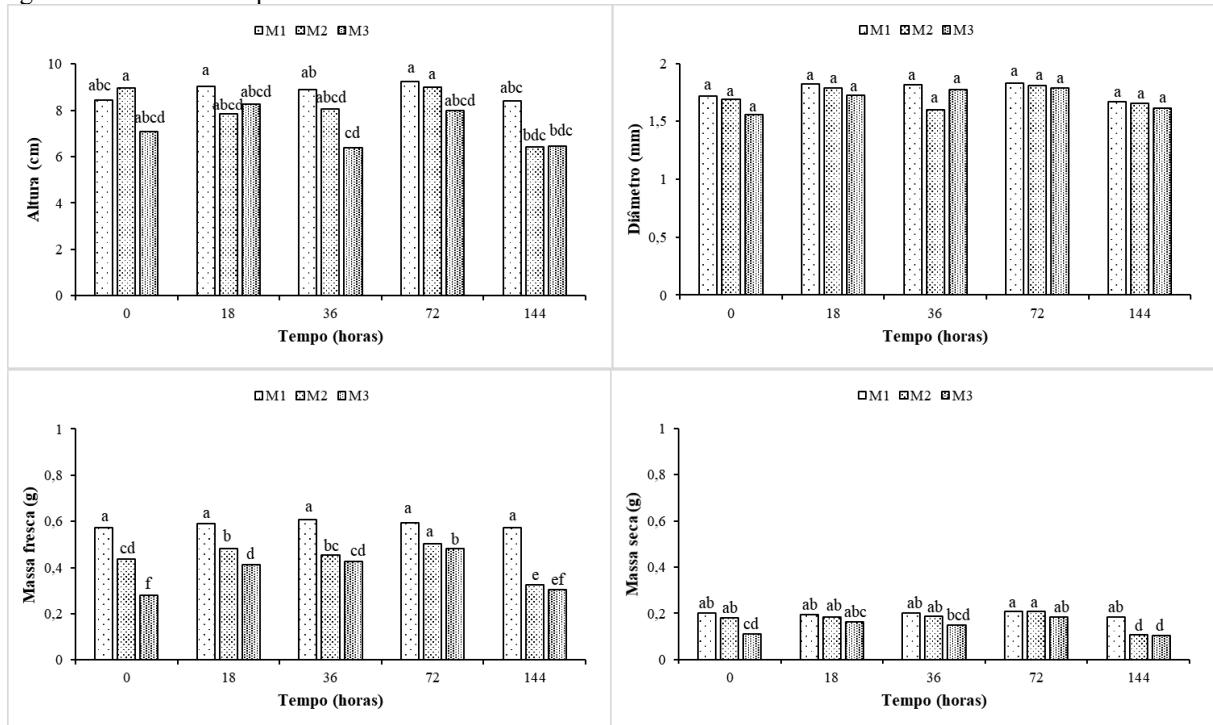
Silva *et al.* (2014) registrou grande variabilidade entre as árvores matrizes de *S. obtusifolium* coletadas em remanescentes florestais dos municípios de Sertânia e Custódia no Estado de Pernambuco e nos municípios de Boa Vista e Campina Grande no Estado da Paraíba, quanto aos caracteres biométricos de frutos, sementes e processo germinativo. Os autores atribuem que essa variabilidade pode resultar da combinação de uma série de fatores, entre eles, aqueles relacionados com a variabilidade genética e fecundidade da população, sendo necessário a realização de teste progênie para verificar a superioridade das matrizes.

A literatura registra trabalhos com baixos valores de emergência e índice de velocidade de emergência para *S. obtusifolium*, tendo em vista que a mesma tem sido descrita até o presente momento como espécie de dormência tegumentar. A emergência geralmente varia de 0 a menos

de 70%, sendo este último valor resultante de tratamentos de superação de dormência. Resultados mais satisfatórios são encontrados quando é realizado seleção de matrizes para avaliação de variabilidade e seleção de sementes para estudos de caracterização biométrica, acontecendo o mesmo para o índice de velocidade de emergência. Tratamentos comuns para superação de dormência desta espécie são: escarificação em lixa, imersão em ácido sulfúrico por diferentes tempos (REBOUCAS, *et al.*, 2012; MACÊDO *et al.*, 2009; SILVA *et al.* 2014, 2015, SILVA; DANTAS, 2017).

Os tratamentos pré-germinativos influenciaram no vigor de *S. obtusifolum*. A imersão por 72 horas proporcionou o melhor desenvolvimento em todos os parâmetros avaliados. A matriz 1 não apresentou diferença estatística para a altura de plântulas entre os diferentes tempos de imersão, com médias que variaram de 8,42 a 9,25 cm. A matriz 2 apresentou-se com valores inferiores e com diferença estatística significativa da imersão por 144 horas em relação aos demais tratamentos, resultados semelhantes foram encontrados para a matriz 3. Os valores de diâmetro ao nível do solo não se distinguiram estatisticamente, embora, valores mais elevados tenham sido registrados na imersão por 72 horas para todas as matrizes (1,79 a 1,83 mm). No parâmetro massa seca, a imersão por 72 horas para as matrizes M2 e M3 diferiram estatisticamente de todos os tratamentos, com valor de 0,50 e 0,48 g respectivamente, resultado semelhante foi encontrado para a massa seca da matriz 3, a qual caracterizou-se com o resultado significativamente diferente (0,18 g) na imersão por 72 horas (Figura 9).

**Figura 9.** Vigor com base no desenvolvimento de altura, diâmetro e massa fresca e seca de indivíduos de *S. obtusifolium* dois meses após a emergência submetidos a diferentes tratamentos pré-germinativos por imersão em água em diferentes tempos.



Letras iguais entre barras referem-se a tratamentos estatisticamente iguais entre si pelo teste de Tukey a 5% de probabilidade

**Fonte:** Dados da pesquisa

A água é um fator exógeno imprescindível, tendo em vista que a germinação se inicia com a absorção por meio de imersão, que gera outros mecanismos metabólitos, atuando no amolecimento do tegumento permitindo a transferência de nutrientes solúveis. O tempo de absorção da água é distinto entre certas espécies (SÁ, 2017). A imersão de sementes em água trata-se de um método natural que não oferece riscos ao meio ambiente. Diversas técnicas para acelerar e uniformizar o processo de germinação de *S. obtusifolium* tem sido utilizada, as quais envolvem escarificação mecânica, imersão em água após escarificação, desponte, diferentes temperaturas de germinação, escarificação química, variabilidade de matrizes (REBOUÇAS, 2012; SILVA *et al.* 2012; SILVA *et al.*, 2014; SILVA, 2015; SÁ, 2017 CRUZ 2018) entretanto, nenhum resultado tinha se mostrado conclusivo, face aos baixos valores de germinação. Além disso, os principais resultados estão associados a métodos químicos que podem provocar danos as plantas dependendo do objetivo da produção de mudas.

Ao confrontar os dados da presente pesquisa com a literatura, observa-se que a baixa germinalidade de *S. obtusifolium* registrada na literatura pode não estar relacionada apenas a presença de dormência na semente, mas à qualidade de sementes provenientes de diferentes espécimes, uma vez que observou-se comportamento reprodutivo altamente diferente entre

indivíduos da espécie estudada de acordo com diferentes ambientes, onde todos os espécimes que apresentaram alta intensidade nas fenofases reprodutivas também produziram sementes com alto percentual de emergência.

A literatura registra que o uso da escarificação química com ácido sulfúrico e mecânica (lixa) apresentam os melhores resultados de emergência e vigor de sementes de *S. obtusifolium*. Entretanto, os valores apresentados são inferiores aos obtidos no presente trabalho. Rebouças *et al.* (2012) registraram com estes tratamentos comprimento de plântulas de aproximadamente 9 cm e massa seca de 0,6 mg. Por meio do uso da escarificação com lixa seguida da imersão de sementes em água destilada por 24 h e fervidas por 20 min, Silva *et al.* (2012) registrou plântulas (rádica + parte aérea) com aproximadamente 10,25 cm. A escarificação com lixa nº 80 resultou aos 50 dias após a semeadura em plântulas com 8,9 a 16,21 cm de altura, entretanto com massa seca de apenas 0,009 a 0,059 g (SILVA, 2015), valor muito inferior ao obtido na presente pesquisa.

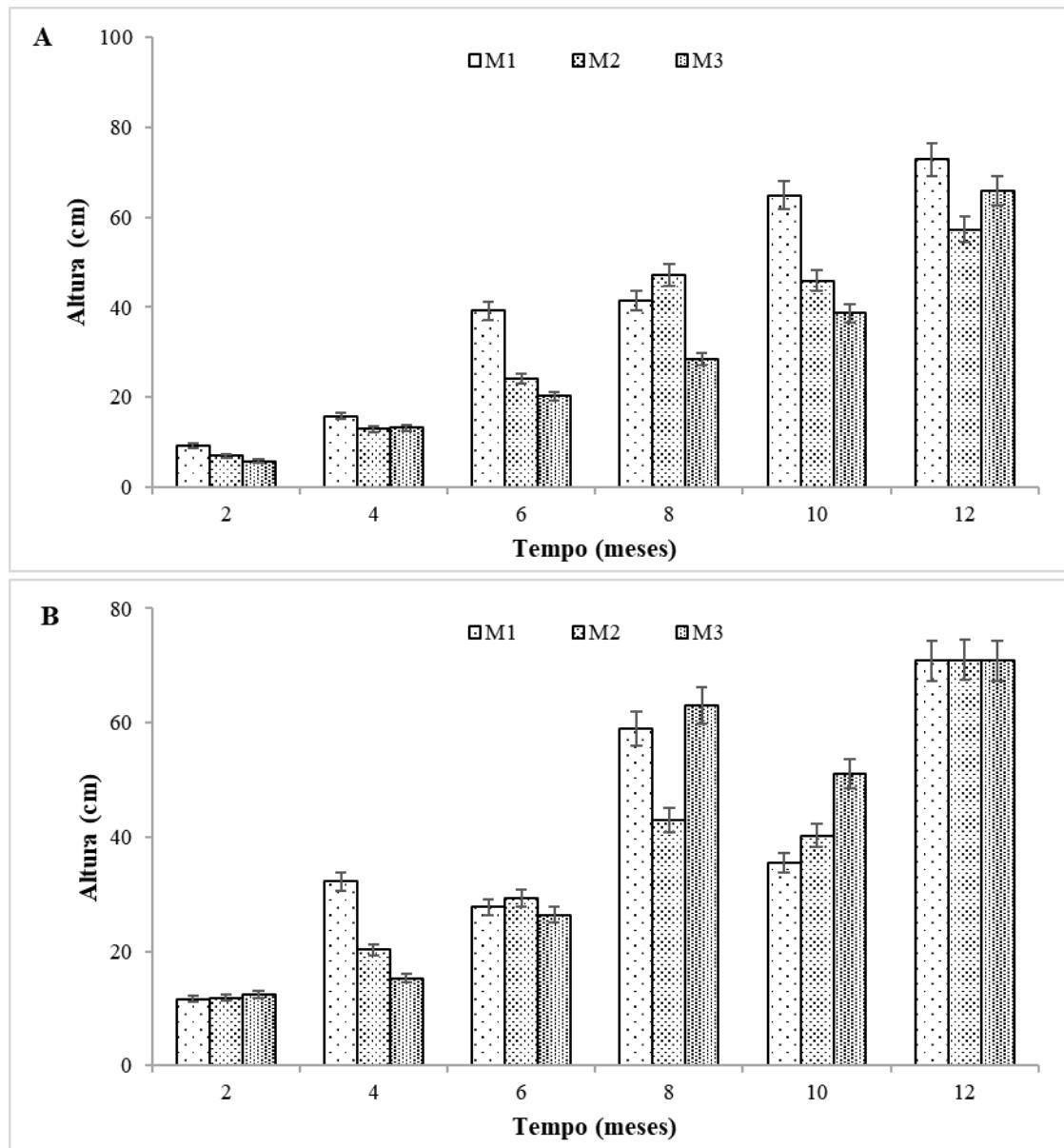
Na avaliação de 31 matrizes de *S. obtusifolium* de diferentes procedências da Paraíba e Pernambuco, Silva *et al.* (2014) aplicou como teste pré-germinativo a fermentação de frutos por 72 horas em sacos plásticos, os quais observaram que boa parte das matrizes não germinaram, o comprimento e massa seca média das plântulas que germinaram variaram de 1,66 a 6,56 cm e 0,0020 a 0,0526 g respectivamente 50 dias após a semeadura. Embora alguns trabalhos relacionem a fermentação de frutos com aumento na germinabilidade de sementes, neste processo a ação de bactérias, podem produzir também compostos que interfiram na germinação das sementes, como o etanol, que pode causar aumento na liberação de espécies reativas de oxigênio (FUKAO; BAILEY-SERRES, 2004) e o ácido acético que é tóxico para a germinação das sementes (HIMANEN *et al.*, 2012).

Portanto, os resultados obtidos para as diferentes matrizes nos tempos de imersão trabalhados mostraram-se mais eficaz do que os métodos adotados previamente na literatura, sendo a imersão em água por 72 horas o tratamento mais adequado para emergência e vigor de todas as matrizes de *S. obtusifolium*.

Ao longo de um ano, observou-se que a poda realizada nos indivíduos aumentou o desenvolvimento em altura em relação aos indivíduos integrais, ocorrendo exceções apenas aos 6 meses para a matriz 1, para a matriz 2 aos 8 meses, para as matrizes 1 e 2 aos 10 meses e para a matriz 1 aos 12 meses. Considerando todas as matrizes, observou-se que a poda realizada, além de impulsionar o desenvolvimento, tende a homogeneizar a altura das matrizes, como observado principalmente aos 2, 6 e 12 meses, enquanto, que no desenvolvimento dos

indivíduos integrais a aproximação da média de altura das matrizes ocorreu apenas aos dois meses após a semeadura (Figura 10).

**Figura 10.** Desenvolvimento do comprimento de mudas integrais (A) e de mudas podadas (B) de *Sideroxylon obtusifolium* ao longo de um ano



**Fonte:** Dados da pesquisa

*S. obtusifolium* encontra-se dentro do grupo ecológico das espécies clímax e, consequentemente, de lento crescimento (SCIPIONI; GALVÃO; LONGHI, 2013; TSUKAMOTO FILHO *et al.*, 2013). Esta característica demanda pesquisas que visem produzir indivíduos de crescimento mais rápido e uniforme ao longo do tempo. Testes com diferentes níveis de sombreamento, substratos e recipientes tem sido amplamente estudo na perspectiva

de obtenção de melhores resultados na produção de *S. obtusifolium* e de outras espécies da Caatinga (SILVA; DANTAS 2014; CRUZ 2018).

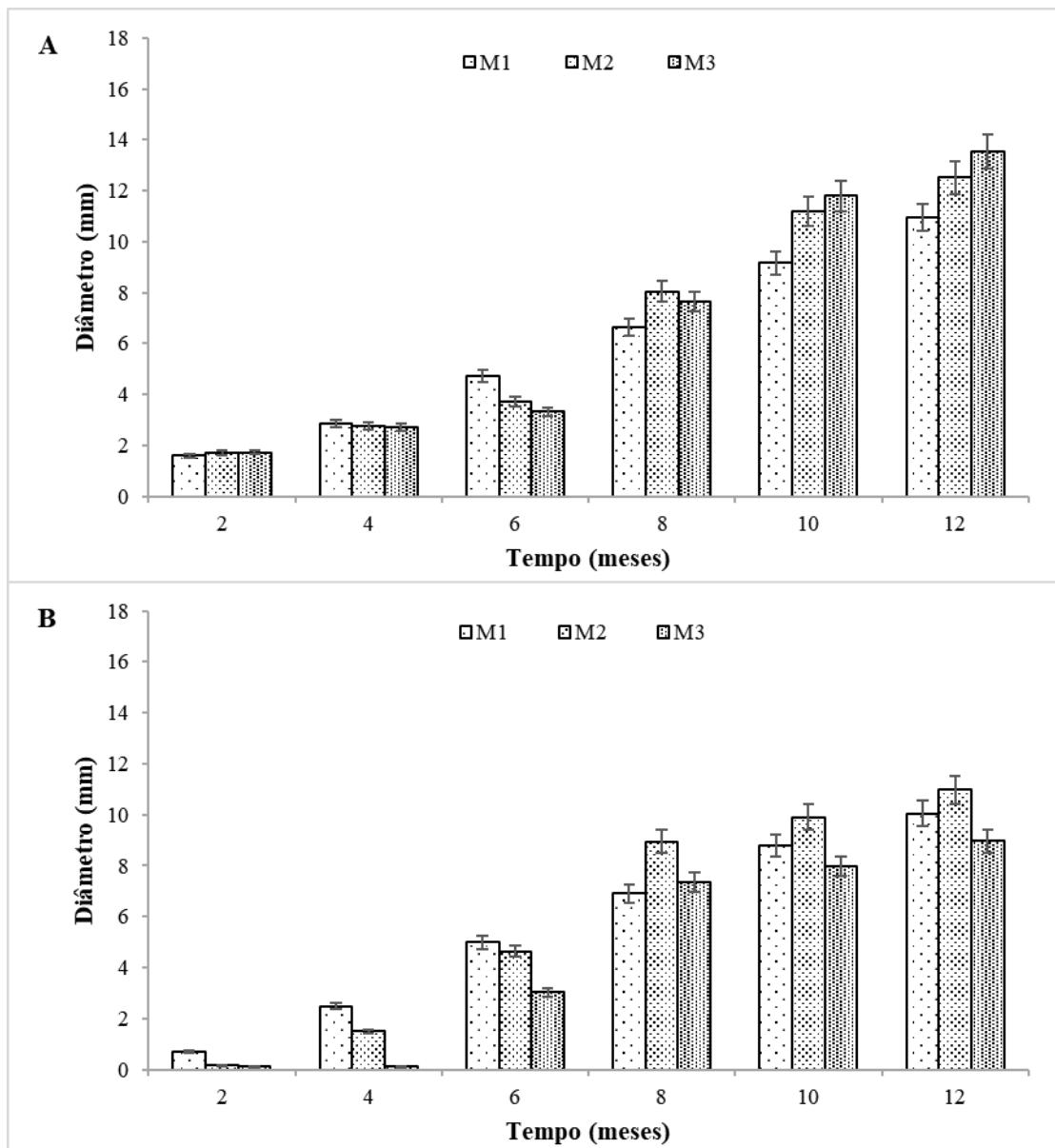
Aos seis meses após a semeadura de sementes de *S. obtusifolium*, Cruz (2018) observou que, dentro de uma faixa de 30 a 70% de sombreamento, 50% é uma faixa ótima de desenvolvimento em altura, onde as plantas aos 6 meses atingem até 21,7 cm. Na análise de diferentes substratos para produção de mudas, Cruz *et al.* (2021) observaram que o melhor substrato proporcionou altura de mudas de 24,48 cm aos seis meses de desenvolvimento. O resultado de ambos os autores é inferior aos encontrado na presente pesquisa para todas as matrizes avaliadas.

Relacionado ao desenvolvimento diamétrico, observou-se que os indivíduos integrais, apresentaram desenvolvimento máximo aos 12 meses com médias que variam de 10,94 a 13,53 mm (Figura 11A), comportamento semelhante foi observado para os indivíduos podados com variação de 8,96 a 10,97 mm para o mesmo período avaliado (Figura 11B). O menor desenvolvimento diamétrico dos indivíduos podados pode estar relacionado a um investimento no desenvolvimento de outra parte da planta, como a parte aérea. Os indivíduos integrais também proporcionaram maior uniformidade diamétrica entre as matrizes nos dois primeiros meses dos períodos avaliados.

Indivíduos de *S. obtusifolium* com seis meses após a semeadura, apresentam na literatura diferentes comportamentos no desenvolvimento diamétrico quando submetidos à diferentes substratos. Cruz *et al.* (2021) registrou para o substrato ótimo trabalhado (Terra de subsolo (75%) + areia lavada (15%) + esterco bovino (10%)) 4,49 mm de diâmetro, valor semelhante ao encontrado na presente pesquisa. De acordo com Cruz (2018) a curva de regressão do diâmetro do colo das mudas de *S. obtusifolium* estimou valor máximo (4,5 mm) no nível de sombreamento a 16%, com posterior decréscimo. A curva de regressão estimou valores médios muito próximos de diâmetro do colo em até 30% de sombreamento.

Mudas com diâmetro de coleto superior associam-se a um desenvolvimento mais acentuado da parte aérea e, em especial, do sistema radicular, favorecendo a sobrevivência e o desenvolvimento das mudas após o plantio (GRAVE *et al.*, 2007), sendo um importante parâmetro de avaliação do potencial da planta para a sobrevivência e crescimento após o plantio (SCALON *et al.*, 2002).

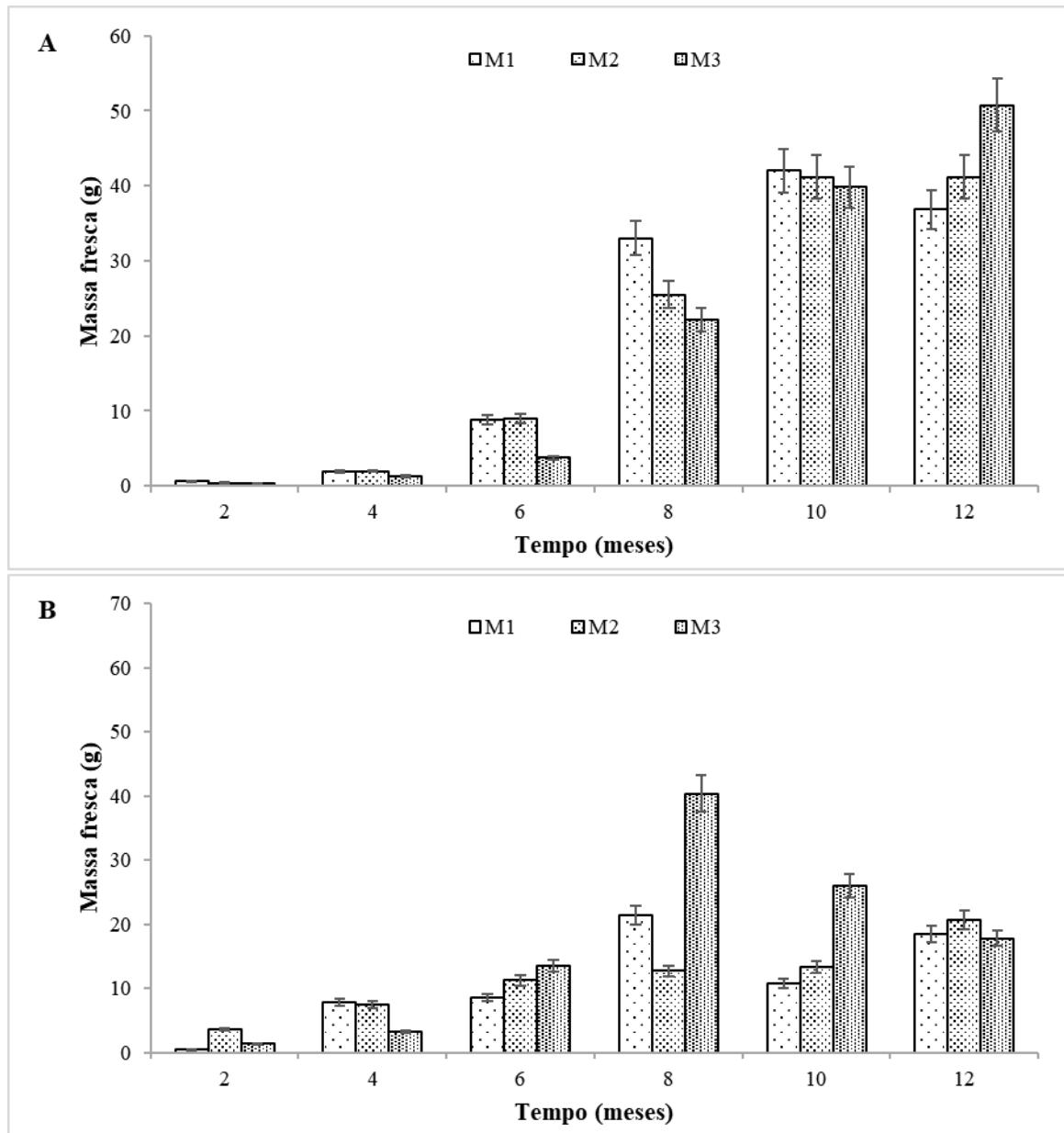
**Figura 11.** Desenvolvimento diamétrico de mudas integrais (A) e de mudas podadas (B) de *Sideroxylon obtusifolium* ao longo de um ano



**Fonte:** Dados da pesquisa

A produção de massa fresca de *S. obtusifolium* aumentou ao longo do tempo nos indivíduos integrais chegando a 50,7 g aos 12 meses, já os indivíduos podados apresentaram desenvolvimento crescente dos 2 aos 8 meses com pico máximo de 40,3 g, seguido por um decréscimo para as matrizes 1 e 2 aos 10 e 12 meses e para a matriz 3 aos 10 meses (Figura 12).

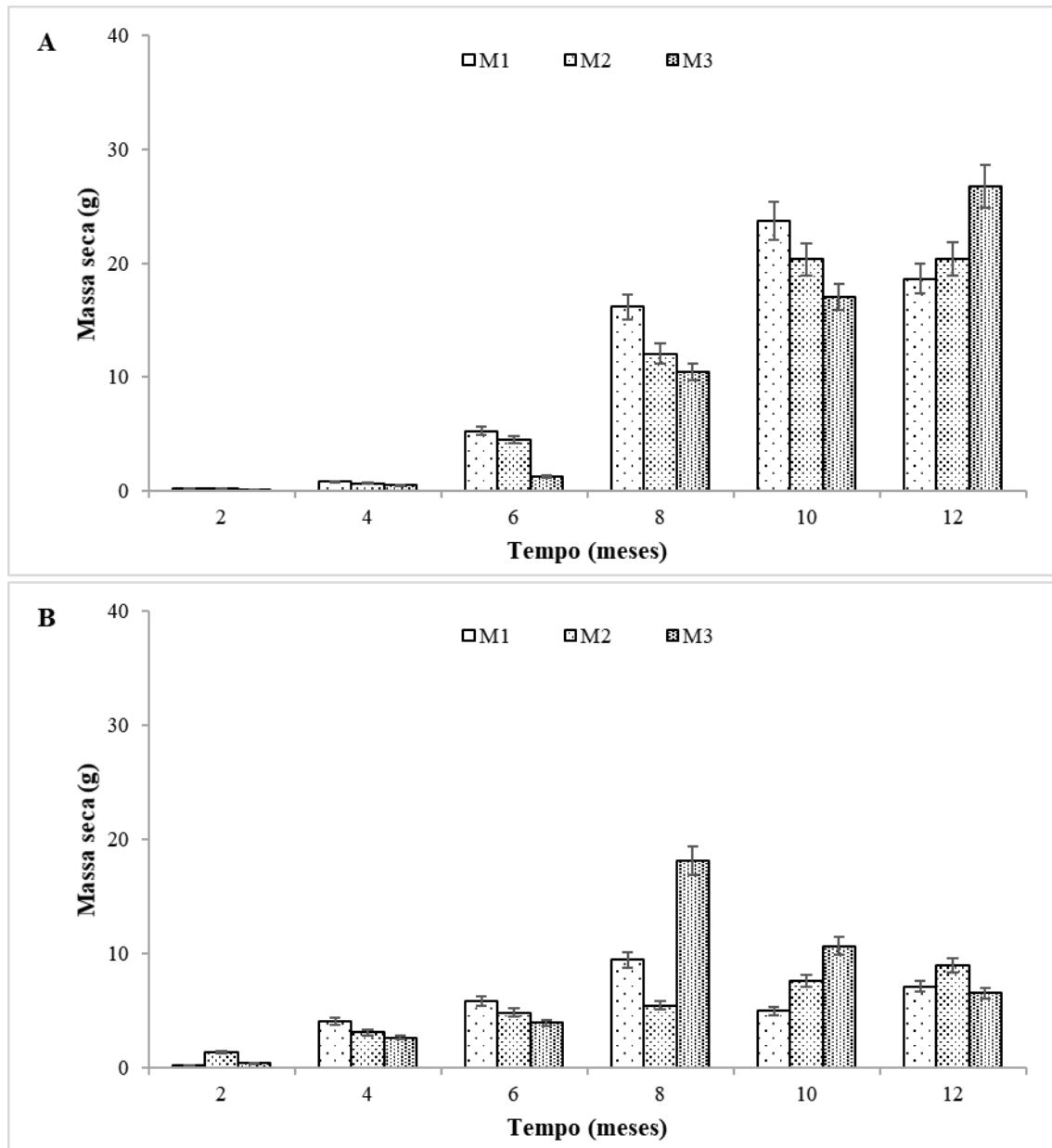
**Figura 12.** Desenvolvimento de massa fresca de mudas integrais (A) e de mudas podadas (B) de *Sideroxylon obtusifolium* ao longo de um ano



**Fonte:** Dados da pesquisa

O padrão de desenvolvimento observado na massa fresca foi refletido na massa seca, onde a massa de indivíduos integrais aumentou no decorrer do tempo. Os indivíduos submetidos a poda apresentaram ápice aos oito meses após a poda. Englobando todas as matrizes a perda de água para os indivíduos integrais foi de 10,0821 g (50,3 %) e de 7,3882 (55,7 %) para os indivíduos podados (Figura 13).

**Figura 13.** Desenvolvimento de massa seca de mudas integrais (A) e de mudas podadas (B) de *Sideroxylon obtusifolium* ao longo de um ano



**Fonte:** Dados da pesquisa

Considerando sombreamento de 0, 25 e 75%, plantas de *S. obtusifolium* provenientes da Paraíba e Bahia apresentaram após 3 meses de desenvolvimento maior teor de massa seca quando submetidas a sombreamento de 75% e 0% respectivamente (SILVA; DANTAS, 2014). Os resultados encontrados por estes autores são muito inferiores aos obtidos na presente pesquisa aos 2 meses de desenvolvimento, principalmente para as matrizes da Paraíba onde obtiveram valores médios de 0,074 g, para a Bahia os resultados foram de 0,146 g. O substrato provocou pouco efeito sobre os diferentes sombreamentos, entretanto o substrato solo+areia, na proporção de 1:1 acrescidos de superfosfato simples farelado na proporção de 1kg para 60L

de substrato apresentou o maior teor de massa seca (0,185 g), valor semelhante ao encontrado na presente pesquisa para a maioria das matrizes aos dois meses de desenvolvimento e muito inferior ao obtido aos 4 meses de desenvolvimento.

O tempo de acompanhamento de estudos de desenvolvimento de indivíduos jovens de *S. obtusifolium* varia de 2 a 6 meses, evidenciando uma grande variação nos meses iniciais do desenvolvimento de diferentes matrizes. Estas variações são atribuídas às características das suas progêniés, local de coleta e condições ambientais.

Considerando o desenvolvimento de todas as matrizes ao longo do tempo, observou-se que em relação à altura e diâmetro, não houve diferença estatística entre os indivíduos integrais e os indivíduos podados a partir dos quatro meses de desenvolvimento. No período de maior desenvolvimento, os indivíduos integrais caracterizaram-se por 65,29 cm de altura e 12,33 mm de diâmetro, enquanto os indivíduos podados atingiram 70,9 cm de altura e 10,71 mm de diâmetro. Observou-se ainda, aumento diamétrico nos valores dos indivíduos podados em relação aos integrais aos 6 e 8 meses. A massa fresca e seca dos indivíduos podados foram significativamente maiores em relação aos integrais aos 2, 4 e 6 meses. Aos 8 meses não houve diferença estatística e aos 10 e 12 meses, os indivíduos integrais apresentaram valores significativamente maiores em relação as plantas podadas (Tabela 2).

**Tabela 2.** Desenvolvimento de indivíduos integrais e de indivíduos podados ao longo do tempo de *Sideroxylon obtusifolium*

	Altura	Diâmetro	Massa fresca	Massa seca	IQD
Integral (2 meses)	7,37 b	1,67 a	0,4357 b	0,1549 b	0,11 a
Poda (2 meses)	12,00 a	0,33 b	1,7718 a	0,6783 a	0,02 b
Integral (4 meses)	14,02 a	2,77 a	1,7521 b	0,6538 b	0,19 a
Poda (4 meses)	22,58 a	1,37 a	6,1701 a	3,2779 a	0,16 a
Integral (6 meses)	27,85 a	3,93 a	7,1652 b	3,6845 b	0,34 a
Poda (6 meses)	27,79 a	4,21 a	11,0745 a	4,8919 a	0,45 a
Integral (8 meses)	39,04 a	7,45 a	26,9154 a	12,895 a	0,68 a
Poda (8 meses)	54,96 a	7,73 a	24,8087 a	11,0267 a	0,65 a
Integral (10 meses)	49,79 a	10,72 a	40,9866 a	20,3828 a	0,88 a
Poda (10 meses)	42,29 a	8,89 a	16,7081 b	7,747 b	0,81 a
Integral (12 meses)	65,29 a	12,33 a	42,9347 a	21,9257 a	0,98 a
Poda (12 meses)	70,90 a	10,71 a	18,9648 b	7,5466 b	0,76 a

Médias seguidas pela mesma letra na coluna entre parâmetros integral e poda no mesmo período não se diferenciam entre si a 5% de probabilidade pelo teste de Tukey

**Fonte:** dados da pesquisa

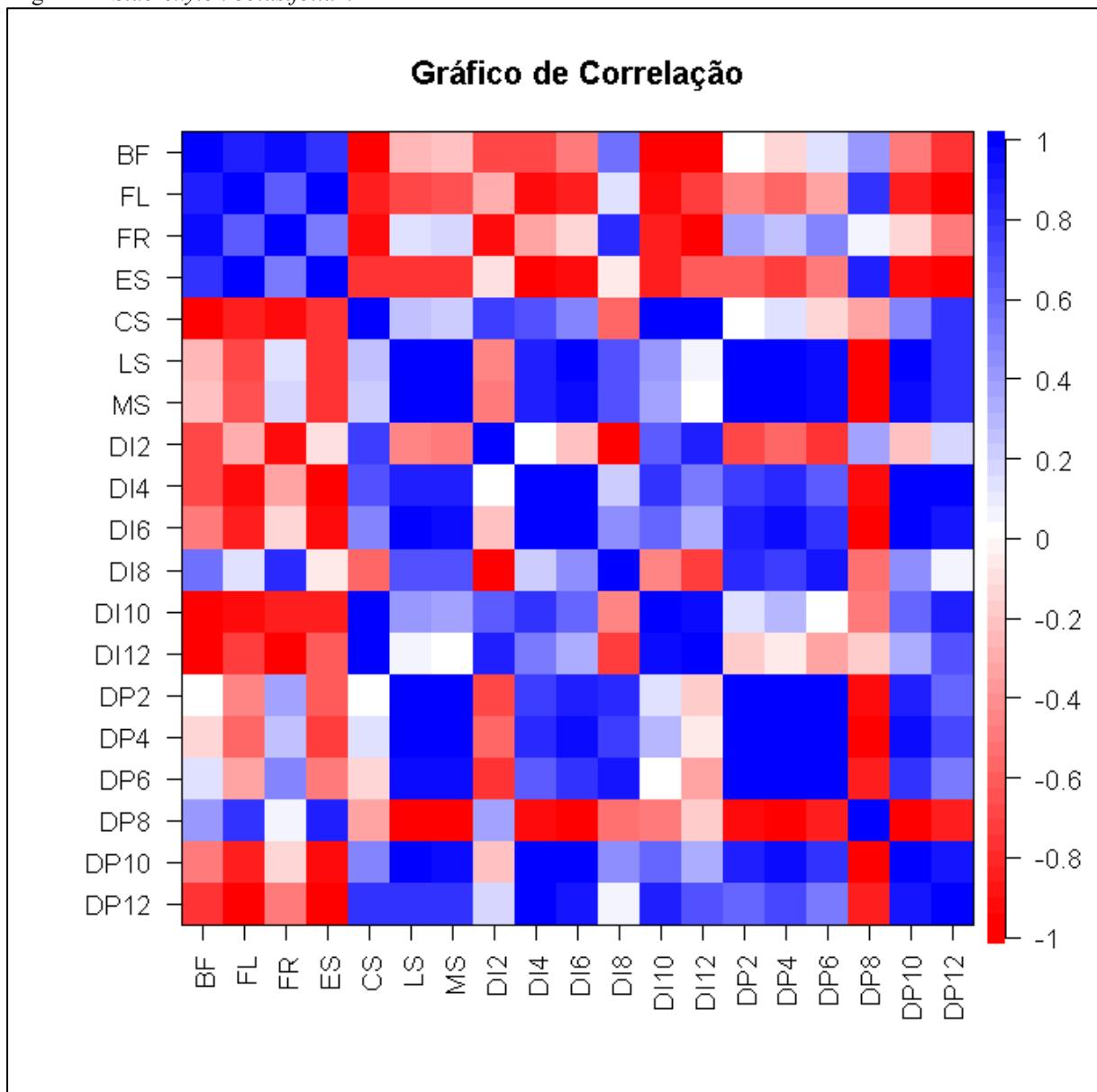
O baixo valor de massa seca e fresca dos indivíduos podados com análise aos 12 e 10 meses em relação aos integrais está relacionado ao tempo precoce de poda que ocorreu aos 2 e

4 meses respectivamente. O aumento da massa dos indivíduos podados em relação aos integrais aos 2, 4 e 6 meses é um indicativo que ao se desejar maior massa vegetal associado a algum outro parâmetro influenciado por sistema de poda a exemplo de produção de metabólitos secundários, a poda para esta espécie deve ocorrer a partir de 8 meses de desenvolvimento em especial aos 10 meses, com coleta aos 4 meses.

De acordo com o índice de qualidade de Dickson (IQD) (Tabela 2) não foi observado efeito significativo positivo da poda sobre os indivíduos integrais. Os indivíduos de maior qualidade fisiológica são os integrais aos 12 e 10 meses e os podados com análise após 10 e 12 meses respectivamente. De acordo Medeiros *et al.* (2018), o índice de qualidade de Dickson é um importante indicador da qualidade das mudas, por considerar o equilíbrio da distribuição da biomassa na planta, ponderando os resultados de parâmetros morfológicos de altura, diâmetro e biomassa que são empregados para avaliação da qualidade da muda.

Observou-se correlação inversa significativa ( $P<0,05$ ) entre dados fenológicos reprodutivos que referem-se a brotação floral (BT), floração (FL), frutificação (FR) e emergência de sementes (ES) das espécimes de São João do Cariri com índices de qualidade de Dickson das plantas avaliadas em condição integral ( $\rho$  -0,85 à -0,98), o qual possui correlação positiva com os dados biométricos das sementes, principalmente a massa (MS) e diâmetro (LS) de sementes, ( $\rho$  0,89 à 0,98). Observou-se para os indivíduos podados aos 8 meses correlação inversa significativa com a massa e diâmetro de sementes ( $\rho$  -0,98) (Figura 14).

**Figura 14.** Correlação entre as fenofases reprodutivas, caracterização de sementes, produção e desenvolvimento vegetal de *Sideroxylon obtusifolium*

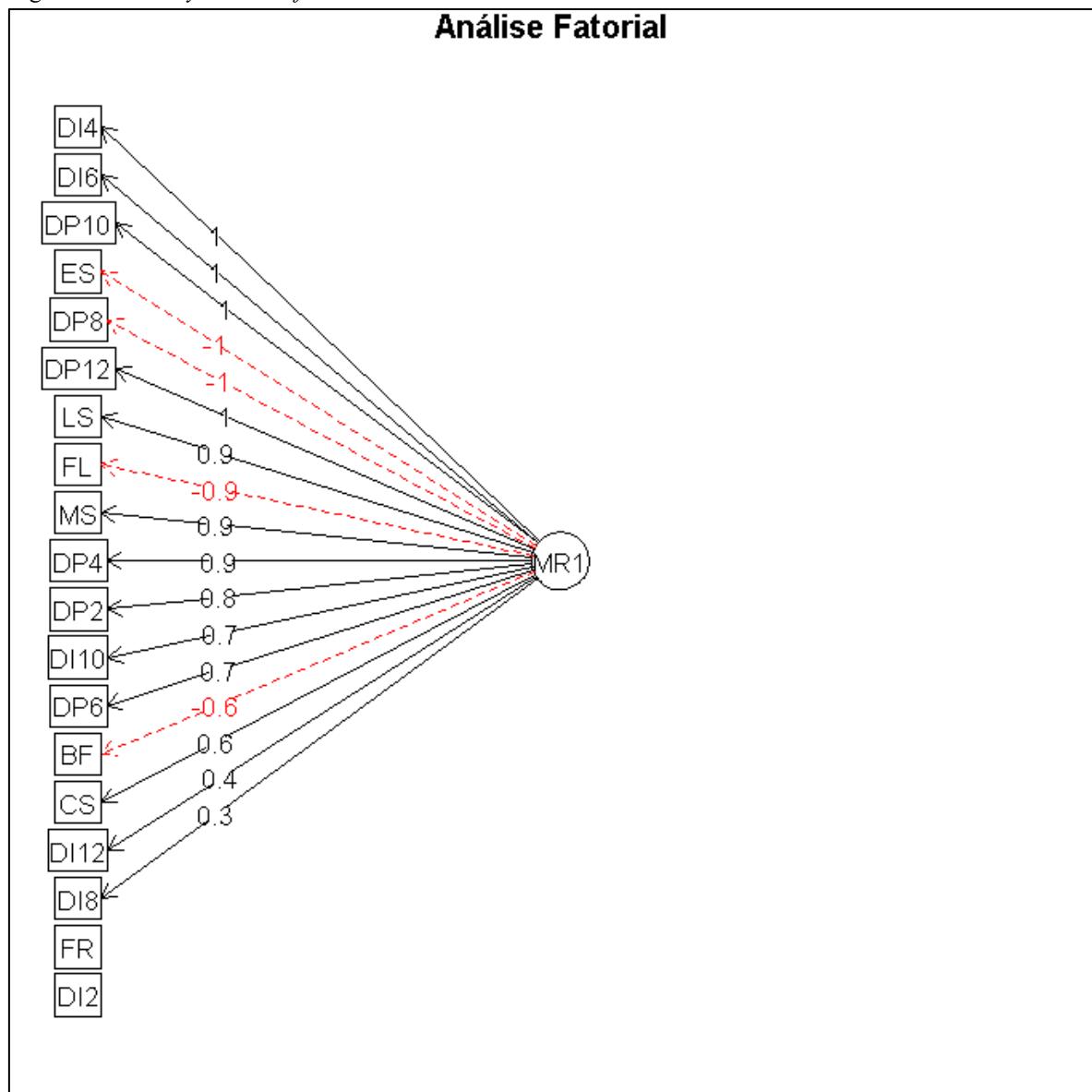


**Legenda:** FB: botão floral; FL: floração; FR: frutificação; ES: emergência de sementes; CS: comprimento de sementes; LS: diâmetro de sementes; MS: massa de sementes; DI e DP 2, 4, 6, 8, 10, 12: índice de qualidade de Dickson de indivíduos integrais e podados respectivamente aos 2, 4, 6, 8, 10 e 12 meses de desenvolvimento

**Fonte:** Dados da pesquisa

O potencial de correlação da produção de frutos e índice de qualidade de Dickson para mudas integrais aos 2 meses com os demais parâmetros foi baixo, portanto, este fator foi excluído do agrupamento devido à sua baixa carga fatorial. Os demais fatores foram agrupados em um único nível devido à alta correlação entre si, com exceção apenas para o índice de qualidade Dickson das plantas integrais aos 8 e 12 meses que apresentaram carga fatorial inferior a 5,0 (Figura 15).

**Figura 15.** Análise fatorial das fenofases reprodutivas, caracterização de sementes, produção e desenvolvimento vegetal de *Sideroxylon obtusifolium*



**Legenda:** FB: botão floral; FL: floração; FR: frutificação; ES: emergência de sementes; CS: comprimento de sementes; LS: diâmetro de sementes; MS: massa de sementes; DI e DP 2, 4, 6, 8, 10, 12: índice de qualidade de Dickson de indivíduos integrais e podados respectivamente aos 2, 4, 6, 8, 10 e 12 meses de desenvolvimento

**Fonte:** Dados da pesquisa

Na Tabela 3 são apresentadas as communalidades e variâncias específicas de todas as variáveis.

**Tabela 3.** Comunalidades e Variância Específica das categorias das fenofases reprodutivas, caracterização de sementes, produção e desenvolvimento vegetal de *Sideroxylon obtusifolium*

	Variâncias específicas	Comunalidade	Cargas
BF	0,620	0,379	-0,615
FL	0,160	0,839	-0,916
FR	0,921	0,078	-0,280
ES	0,056	0,943	-0,971

	<i>Variâncias específicas</i>	<i>Comunalidade</i>	<i>Cargas</i>
CS	0,646	0,353	0,594
DS	0,151	0,848	0,921
MS	0,176	0,823	0,907
DI2	0,989	0,010	-0,103
DI4	0,009	0,990	0,995
DI6	0,019	0,980	0,990
DI8	0,907	0,092	0,303
DI10	0,500	0,500	0,706
DI12	0,814	0,185	0,430
DP2	0,371	0,628	0,793
DP4	0,244	0,755	0,869
DP6	0,497	0,500	0,704
DP8	0,065	0,934	-0,966
DP10	0,019	0,980	0,990
DP12	0,068	0,931	0,965

**Legenda:** FB: botão floral; FL: floração; FR: frutificação; ES: emergência de sementes; CS: comprimento de sementes; DS: diâmetro de sementes; MS: massa de sementes; DI e DP 2, 4, 6, 8, 10, 12: índice de qualidade de Dickson de indivíduos integrais e podados respectivamente aos 2, 4, 6, 8, 10 e 12 meses de desenvolvimento

**Fonte:** Dados da pesquisa

Os valores de comunalidade asseguram que a análise fatorial é uma técnica adequada a ser aplicada nos dados, visto que são as quantidades das variâncias (correlações) de cada variável explicada pelos fatores. Quanto maior a comunalidade, maior será o poder de explcação da variável pelo fator. Considera-se como seguro comunalidades superiores a 0,5 (NEISSE; HONGYU, 2016). Entre os parâmetros utilizados, apenas botões florais, frutificação, comprimento de sementes e o índice de qualidade de Dickson dos indivíduos integrais aos 2, 8 e 12 meses apresentam valores menores do que 0,50.

De acordo com as cargas fatoriais, a emergência de sementes, floração e os indivíduos podados aos 8 meses de desenvolvimento apresentaram impacto inverso no fator por apresentarem altas correlações de valor negativo. O índice de qualidade de Dickson que refere-se a qualidade dos indivíduos ao longo do período avaliado, apresentou alta correlação positiva com a massa e diâmetro de sementes e correlação inversa com a emergência, evidenciando os parâmetros biométricos de sementes como elementos fundamentais na qualidade do desenvolvimento das mudas ao longo do tempo. Maiores investigações são necessárias para compreensão do impacto inverso dos indivíduos podados com análise após 8 meses de desenvolvimento, dentro do fator, entretanto salienta-se que as plantas passam constantemente por processos fisiológicos que alteram seu metabolismo os quais são intensificados por fatores externos como a poda.

#### 4. CONCLUSÃO

*S. obtusifolium* apresenta comportamento diferente entre as duas áreas estudadas, principalmente nas fenofases reprodutivas. Nas fenofases reprodutivas as matrizes de Sumé (Cariri Ocidental) são assincrônicas e as matrizes de São João do Cariri (Cariri Oriental) altamente sincrônicas. A precipitação de cada ambiente também influencia as fenofases de formas distintas.

Os dados biométricos de comprimento, diâmetro e massa de frutos e sementes são parâmetros que auxiliam na diferenciação de espécimes. As sementes de São João do Cariri apresentam alta qualidade fisiológica com elevado percentual de emergência otimizado pela imersão em água durante 72 horas.

Os dados fenológicos reprodutivos de *S. obtusifolium* apresentam de modo geral correlação inversa com o índice de qualidade de Dickson na produção vegetal, o qual possui correlação positiva com os dados biométricos das sementes. A caracterização biométrica de sementes é portanto, fundamental na qualidade do desenvolvimento das mudas de *S. obtusifolium* ao longo do tempo, principalmente quando submetida a condições estressantes como a poda.

## REFERÊNCIAS

AESA. Agencia natural das águas Nacional da Águas. **Tabelas de dados da estação de Sumé**. Disponível em: [http://pcd.aesa.pb.gov.br/?command=RTMCescreen=Tabela\\_Sume](http://pcd.aesa.pb.gov.br/?command=RTMCescreen=Tabela_Sume). Acesso em 01 de setembro de 2018.

ALBUQUERQUE, U. P.; HANAZAKI, N. As pesquisas etnodirigidas na descoberta de novos fármacos de interesse médico e farmacêutico: fragilidades e perspectivas. **Revista Brasileira de Farmacognosia**, v. 16, p: 678-689, 2006.

ALDRIDGE, G., *et al.* Emergence of a mid-season period of low floral resources in a montane meadow ecosystem associated with climate change. **Journal of Ecology**, v. 99, p. 905– 913. 2011.

ALENCAR, J.C. Fenologia de cinco espécies arbóreas tropicais de Sapotaceae correlacionadas a variáveis climáticas na Reserva Ducke, Manaus, AM. **Acta Amazonica** v. 24, p. 161-182, 1994.

ANDRADE, L. K. F. *et al.* Fenologia Reprodutiva de Rubiaceae Juss. na Mata Atlântica Paraibana. **Oecologia Australis**, v. 24, n. 4, p. 848, 2020.

ALVES, J. J. A. Geoecologia da caatinga no semi-árido do Nordeste brasileiro. **CLIMEP: Climatologia e Estudos da Paisagem**, v.2, n.1, p. 58-71, 2007.

AQUINO, P. *et al.* Evaluation of the Topical Anti-inflammatory Activity and Antibacterial Activity of Methanol Extract in the *Sideroxylon obtusifolium* Leaves. **Acta Biológica Colombiana**, v. 21, n. 1, p. 131-140, 2016.

AUGSPURGER, C. K. “Phenology, flowering synchrony, and fruit set of six neotropical shrubs”. **Biotropica**, v. 15, p. 257–267. 1983

BARBOSA, D.C.A. *et al.* Dados fenológicos de 10 espécies arbóreas de uma área de caatinga (Alagoinha-PE). **Acta Botânica Brasílica**, v.3, n.2, p.109-118, 1989.

BARBOSA, D. C. A.; BARBOSA, M. C. A.; LIMA, L. C. M. Fenologia de espécies lenhosas da Caatinga. In: LEAL, I. R.; TABARELLI, M.; SILVA, J. M. C. (Ed.). **Ecologia e conservação da Caatinga**. Recife : Ed. Universitária da UFPE, 2003. p.657-694.

BATALHA, M. A.; MARTINS, M. R. Reproductive phenology of the cerrado plant community in Emas National Park (central Brazil). **Australian Journal of Botany** v.2, p.149–161, 2004.

BENCKE, C. S. C.; MORELLATO, L. P. C. Estudo comparativo da fenologia de nove espécies arbóreas em três tipos de floresta atlântica no sudeste do Brasil. **Revista Brasileira de Botânica**, v. 25, n.2, p. 237-248. 2002.

BORGES, G. S. C. **Determinação de compostos bioativos e avaliação da atividade antioxidante das diferentes frações dos frutos de juçara 137 (*Euterpe edulis* Mart.) cultivados no estado de Santa Catarina**. 2013. 165 p. Tese (Doutorado em Ciência dos Alimentos), Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2013.

BRASIL, Ministério da Agricultura e da Reforma Agrária. **Regras para análise de sementes**. Brasília: 2009. 399p.

CORREA-LIMA, A. P. A.*et al.*. Spatio-temporal effects of climate change on the geographical distribution and flowering phenology of hummingbird- **Oecol. Aust.** v. 24, n. 4, p. 834–848, 2020.

CRUZ, E. D. *et al.* Biometria de frutos e sementes e germinação de jatobá-curuba (*Hymenaea intermedia* Ducke, Leguminosae - Caesalpinoideae). **Revista brasileira de Botânica**, v.24, n.2, p.161-165, 2001.

CRUZ, F. R. S. **Fenologia, banco de sementes e produção de mudas de *Sideroxylon obtusifolium* (Roem. & Schult.) T.D.Penn.** 157fl. 2018. Tese (Doutorado em Agronomia). Niversidade Federal da Paraíba, Areia, 2018.

DANTAS, A. R. **Fenologia de andirobeiras (Carapa spp.) em floresta de várzea do Estuário Amazônico**. 50 f. 2012. Monografia Graduação em Engenharia Florestal) - Universidade do Estado do Amapá, 2012.

DICKSON, A. *et al.* Quality appraisal of white spruce and white pine seedling stock in nurseries. **The Forest Chronicle**, v. 36, p. 10-13, 1960.

ELLWOOD, E.R. *et al.* 2019. Emerging frontiers in phenological research. **Applications in Plant Sciences**, v. 7, n. 3, p. 1–2.

FARIAS, R. C. *et al.* Riqueza florística em uma área ciliar de Caatinga no Cariri Ocidental da Paraíba, Brasil. **Revista Brasileira de Gestão Ambiental e Sustentabilidade**, v. 4, n. 7, p. 109-118, 2017.

FOURNIER, L. A. Un metodo cuantitativo para la medición de características fenológicas en arboles. **Turrialba**, v. 24, n. 4, p. 422-423. 1974.

FREITAS, J. L. **Fenologia de espécies arbóreas tropicais na Ilha do Pará-pará, no estuário do rio Amazonas. 1996. 103f.** 1996. Tese de Doutorado. Dissertação (Mestrado)–Faculdade de Ciências Agrárias do Pará, Belém.

FREITAS, L.J. *et al.* Fenologia reprodutiva de cinco espécies arbóreas em ecossistema de terra firme na Amazônia Brasileira. **Biota Amazônia (Biote Amazonie, Biota Amazonia, Amazonian Biota)**, v. 5, n. 2, p. 38-44, 2015.

FUKAO, T.; BAILEY-SERRES, J. Plant responses to hypoxia - Is survival a balancing act? **Trends in Plant Science**, v. 9, n. 9, p. 449–456, 2004.

GOMES, R. *et al.* Biologia floral de *Manilkara subsericea* e de *Sideroxylon obtusifolium* (Sapotaceae) em restinga. **Revista Brasileira de Botânica**, v. 33, p. 271-283, 2010.

GOMES, R. *et al.* Fenologia reprodutiva de quatro espécies de Sapotaceae na restinga de Maricá, RJ. **Revista Brasileira de Botânica**, v. 31, n. 4, p. 679-687, 2008.

HIMANEN, M., *et al.* Phytotoxicity of lowweight carboxylic acids. **Chemosphere**, v. 88, n. 4, p. 426–431, 2012.

IBGE. Instituto Brasileiro de Geografia e Estatística. **Mapa Político da Paraíba**. Disponível em: [Portal de mapas do IBGE](#). Acesso em: Setembro de 2021

KIILL, L. H. P.; MARTINS, C.T.V.D; SILVA, P.P. Biologia reprodutiva de *Sideroxylon obtusifolium* (Roem. & Schult.) TD Penn.(Sapotaceae) na regiao semiárida da Bahia. **Revista árvore-Sociedade de Investigações Florestais (Viçosa-Brasil)**., v. 38, n. 6, p. 1015-1025, 2014.

LACERDA, A. V.; BARBOSA, F. M. Fitossociologia de Vegetação Arbustivo-Arbórea de uma Área Ribeirinha, Semiárido Paraibano, Brasil. **Gaia Scientia**, v. 12, n. 2, 2018.

LIETH, H.; SCHULTZ, G. Contributions from biometeorological workshops focusing on seasonality. **Journal of Biogeography**, New York, v. 3, p. 229, 1976.

LIMA, L.F. *et al.* Morfologia de frutos, sementes e plântulas de *Guettarda platypoda* DC. (Rubiaceae). **Biota Neotropica**, v. 10, n.1, p. 156–160, 2010.

LOURENÇO, I. P. *et al.* Caracterização de frutos de genótipos de muricizeiros cultivados no litoral cearense. **Revista Ciência Agronômica**, v. 44, n. 3, p. 499- 504, 2013.

MAGUIRE, J. D. Speed of germination aid in selection and evaluation for seedling emergence and vigor. **Crop Science**, Madison, v. 2, n. 2, p.176-77, 1962.

MACEDO, Marichel Canazza de *et al.* Biometry of fruit and seeds and germination of *Magonia pubescens* ST. Hil (SAPINDACEAE). **Revista Brasileira de Sementes**, v. 31, n. 2, p. 202-211, 2009.

MAIA, G. N. **Caatinga: Árvores e arbustos e suas utilidades**. 1<sup>a</sup> ed. São Paulo. Leitura e Arte editora, 2004, 413 p.

MARQUES, J.B. *et al.* Efeitos do comércio para fins medicinais sobre o manejo e a conservação de três espécies ameaçadas de extinção, em duas áreas do Cariri Oriental Paraibano. In: GARIGLIO, M.A. *et al.* **Uso sustentável e conservação dos recursos florestais da caatinga**, p.180-86. Serviço Florestal Brasileiro, Brasília, Brazil. 2010.

MEDEIROS, M. B. C. L. *et al.* Índice de qualidade de Dickson e característica morfológica de mudas de pepino, produzidas em diferentes substratos alternativos. **Revista Agroecossistemas**, v. 10, n. 1, p. 159-173, 2018.

MEDEIROS, R. M. *et al.* Caracterização agroclimática e aptidão de culturas para diferentes municípios e regiões da Paraíba. **Agropecuária Científica no Semiárido**, v. 11, n. 2, p. 99-110, 2015

MORELLATO, L. P. C.; LEITÃO FILHO, H. F. Padrões de frutificação e dispersão na Serra do Japi. In: Morellato, L.P.C. (Ed.). **História natural e preservação de uma área florestal no sudoeste do Brasil**. pp. 111–140. Campinas - SP: Editora da UNICAMP. 1992.

NAKAGAWA, J. Testes de vigor baseados no desempenho de plântulas. In: KRZYZANOWSKI, F. C.; VIEIRA, R. D.; FRANÇA-NETO, J. B. (Ed.). **Vigor de sementes: conceitos e testes**, Londrina: ABRATES. 1999. cap. 2, p. 1-24

NEVES, E. L. *et al.* Comportamento fenológico de três espécies de *Jatropha* (Euphorbiaceae) da Caatinga, semiárido do Brasil. **Revista Brasileira de Botânica**, São Paulo, v. 33, n. 1, p. 155-166, 2010.

NEISSE, A. C. HONGYU, K. Aplicação de Componentes Principais e Análise Fatorial a Dados Criminais de 26 Estados dos EUA. **Engineering and Science**, v.5, n. 2, p. 104-115, 2016.

NEWSTROM, L. E. *et al.* Diversity of long-term flowering patterns. In: MCDADE, L. A.; *et al.* (eds.). La Selva: **ecology and natural history of a neotropical rain forest** Chicago, University of Chicago Press, 1994. p.142–160.

REBOUÇAS, A. C. M. N. *et al.* Métodos para superação da dormência de sementes de quixabeira (*Sideroxylon obtusifolium* (Roem. & Schult.) TD Penn.). **Ciência Florestal**, v. 22, n. 1, p. 183-192, 2012.

- RODAL, M. J. N. F.; SAMPAIO, E. V. S. B.; FIGUEIREDO, M. A. **Manual sobre métodos de estudos florísticos e fitossociológicos: ecossistema caatinga.** Brasília: Sociedade Botânica do Brasil, 2013.
- SILVA, F. F. S.; DANTAS, B. F. *Sideroxylon obtusifolium* (Humb. ex Roem. & Schult.) TD Penn. quixabeira. **Embrapa Semiárido-Nota Técnica/Nota Científica (ALICE).** 2017.
- SILVA, K. B. *et al.* Caracterização morfológica de frutos, sementes e germinação de *Sideroxylon obtusifolium* (Roem. e Schult.) Penn. (Sapotaceae). **Revista Árvore**, v.36, n.1, p.59-64, 2012.
- SILVA, K. B. *et al.* Variabilidade da germinação e caracteres de frutos e sementes entre matrizes de *Sideroxylon obtusifolium* (Roem. & Schult.) TD Penn. **Revista Eletrônica de Biologia**, v. 7, n. 3, p. 281-300, 2014.
- SILVA, K. B. *et al.* Qualidade fisiológica de sementes de *Sideroxylon obtusifolium* (Roem. & Schult.) Penn. classificadas pelo tamanho. **Revista Brasileira de Biociências**, v. 13, n. 1, 2015.
- SCIPIONI, M.C.; GALVÃO, F.; LONGHI, S.J. Composição florística e estratégias de dispersão e regeneração de grupos florísticos em florestas estacionais deciduais no Rio Grande do Sul. **Floresta**, v.43, n.2, p.241-254, 2013.
- SOUZA, D. N. N. *et al.* Estudo fenológico de espécies arbóreas nativas em uma unidade de conservação de caatinga no Estado do Rio Grande do Norte, Brasil. **Biotemas**, v. 27, n. 2, p. 31-42, 2014.
- TSUKAMOTO FILHO, A. A. *et al.* Regime de regas e cobertura de substrato afetam o crescimento inicial de mudas de *Myracrodruon urundeuva*. **Floresta e Ambiente**, v. 20, n.4, p.521-529, 2013.
- WALTHER, G. R. An ecological ‘footprint’ of climate change. **Proceedings of the Royal Society B**, v. 272, p. 1427– 1432, 2005.

### ***CAPÍTULO III***

**Caracterização Física e Tecnológica de drogas vegetais de *Sideroxylon obtusifolium* (Roem. & Schult.) T.D.Penn.**

**Caracterização Física e Tecnológica de drogas vegetais de *Sideroxylon obtusifolium*  
(Roem. & Schult.) T.D.Penn.**

**RESUMO:** A análise térmica tem sido empregada na caracterização e controle de qualidade de drogas vegetais de espécies medicinais da Caatinga, entretanto, tem sido notável as variações dos resultados devido a variabilidade de espécimes dentro das populações nos sistemas naturais. Objetivou-se com este trabalho, caracterizar por meio de técnicas termoanalíticas e morfológicas as drogas vegetais da parte aérea e da periderme do caule de espécimes adultas e de indivíduos jovens cultivados de *Sideroxylon obtusifolium* (Roem. & Schult.) T.D.Penn. Os espécimes adultos foram coletados em dois ambientes e os indivíduos jovens cultivados em casa de vegetação, os quais foram provenientes de sementes dos espécimes adultos avaliados. A droga vegetal foi analisada em diferentes tamanhos de partículas e os indivíduos jovens analisados a cada dois meses até os 12 meses após a semeadura. As análises consistiram na termogravimetria, cinética, análise térmica diferencial e na morfologia das drogas vegetais. A atmosfera dinâmica caracterizou melhor todas as amostras em relação a atmosfera inerte, sendo possível distinguir os espécimes dos dois ambientes estudados. A energia de ativação diferenciou as drogas vegetais da parte aérea dos espécimes de Sumé e São João do Cariri nos tamanhos de partículas de 297-149 e 73-37  $\mu\text{m}$ . Os indivíduos jovens de 8 a 12 meses possuem energia de ativação de 161,3  $\text{kJ}\cdot\text{mol}^{-1}$ , diferindo significativamente das drogas vegetais dos indivíduos de 2 a 6 meses e dos espécimes de São João do Cariri adultos, que obtiveram energia de 123,50 e 100,04  $\text{kJ}\cdot\text{mol}^{-1}$  respectivamente. Na parte aérea o menor tamanho de partícula apresentou maior entalpia, caracterizando os espécimes de São João do Cariri ( $\text{SJC03}=1,58 \text{ kJ}\cdot\text{g}^{-1}$ ) e Sumé ( $\text{SM03}=1,35 \text{ kJ}\cdot\text{g}^{-1}$ ) como diferentes. O mesmo ocorreu para a periderme do caule, na qual foi registrado valor de entalpia de 1,53  $\text{kJ}\cdot\text{g}^{-1}$  para os espécimes de São João do Cariri no menor tamanho de partícula que diferiram estatisticamente do maior tamanho de partícula em ambos municípios. O evento comum a todas as amostras na faixa de temperatura de 463,77 a 487,27°C, permitiu diferenciar os espécimes adultos dos espécimes jovens, na qual estas apresentam elevado valor de entalpia ( $3,27\text{-}3,34 \text{ kJ}\cdot\text{g}^{-1}$ ). A análise morfológica demonstrou alta heterogeneidade das partículas das drogas vegetais, evidenciando limitação no processamento. Os dados demonstram, portanto, que as técnicas utilizadas diferenciam a integridade dos indivíduos jovens e adultos, bem como a parte aérea e periderme do caule entre indivíduos adultos, sendo parâmetros de fundamental importância dentro do controle de qualidade das drogas vegetais.

**Palavras-chave:** Diversidade de espécimes, Caatinga, Morfologia, Termogravimetria, Análise térmica diferencial

**Physical and Technological Characterization of Plant Drugs from *Sideroxylon obtusifolium* (Roem. & Schult.) T.D.Penn.**

**ABSTRACT:** Thermal analysis has been used in the characterization and quality control of plant drugs of medicinal species from the Caatinga, however, the variations in results have been notable due to the variability of specimens within populations in natural systems. The objective of this work was to characterize, through thermoanalytical techniques, plant drugs from the aerial part and the periderm of the stem of adult specimens and young individuals cultivated of *Sideroxylon obtusifolium* (Roem. & Schult.) T.D.Penn. The adult specimens were collected in two environments and the young individuals were cultivated in a greenhouse, which were collected from the seeds of the evaluated adult specimens. The plant drug was analyzed in different particle sizes and young individuals analyzed every two months until 12 months after sowing. The analyzes consisted of the morphology of plant drugs, thermogravimetry, kinetics and differential thermal analysis. The dynamic atmosphere better characterized all samples in relation to the inert atmosphere, making it possible to distinguish the specimens from the two studied environments. The activation energy differentiated plant drugs from the aerial part of specimens from Sumé and São João do Cariri in particle sizes of 297-149 and 73-37  $\mu\text{m}$ . Young individuals aged 8 to 12 months have an activation energy of 161.3  $\text{kJ}\cdot\text{mol}^{-1}$ , differing significantly from the plant drugs of individuals aged 2 to 6 months and specimens from São João do Cariri that obtained energy of 123.50 and 100.04  $\text{kJ}\cdot\text{mol}^{-1}$  respectively. Lower enthalpy values were observed for the largest particle size for specimens from Sumé ( $1.06 \text{ kJ}\cdot\text{g}^{-1}$ ) and São João do Cariri ( $1.20 \text{ kJ}\cdot\text{g}^{-1}$  and  $1.23 \text{ kJ}\cdot\text{g}^{-1}$ ), which did not differ statistically. The smallest particle size obtained the highest enthalpy characterizing specimens from São João do Cariri ( $1.58 \text{ kJ}\cdot\text{g}^{-1}$ ) and Sumé ( $1.35 \text{ kJ}\cdot\text{g}^{-1}$ ). The event common to all samples in the temperature range from 463.77 to 487.27°C allowed to differentiate adult specimens from young specimens, in which they have a high enthalpy value ( $3.27$ - $3.34 \text{ kJ}\cdot\text{g}^{-1}$ ). The morphological analysis showed high heterogeneity of the plant drug particles, evidencing limitations in processing. The data therefore demonstrate that the techniques used differentiate the integrity of young and adult individuals, as well as the aerial and periderm of the stem of adult individuals, which are parameters of fundamental importance within the quality control of plant drugs.

**Keywords:** Specimen diversity, Caatinga, Morphology, Thermogravimetry, Differential thermal analysis

## 1. INTRODUÇÃO

A análise térmica consiste em um grupo de técnicas em que uma propriedade de uma substância e/ou seus produtos de reação é medida em função da temperatura, submetida a um programa de temperatura controlada, numa atmosfera específica (CASIMIRO *et al.*, 2005). A implementação da análise térmica na indústria farmacêutica tem sido utilizada no controle de qualidade de medicamentos, visando à análise global da qualidade do produto final e a determinação de parâmetros de qualidade tecnológica de medicamentos tendo em vista que trata-se de um método analítico, quantitativo e comparativo, capaz de produzir resultados rápidos e reproduutíveis (WENDLANDT, 1986).

Entre as técnicas termoanalíticas empregadas na indústria farmacêutica, destacam-se a Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC), Análise Térmica Diferencial (DTA) e Termogravimetria (TG), estas duas últimas tem sido bastante utilizadas na caracterização de drogas vegetais (BRANDÃO *et al.*, 2016; GUIMARÃES *et al.*, 2018; ANDRADE *et al.*, 2019). A análise termogravimétrica estuda a relação entre a massa de um analito e a temperatura, e a análise térmica diferencial mede a diferença de temperatura entre a amostra e um material de referência, enquanto ambos são submetidos às mesmas condições térmicas (KANG *et al.*, 2011).

Em preparações farmacêuticas a aplicação termogravimétrica é demonstrada em curvas típicas através de componentes voláteis, como misturas e solventes; perda de água de cristalização; decomposição; resíduos (como cinzas), resíduos carbonáceos enegrecidos, formados durante a decomposição numa atmosfera inerte (AMUTIO *et al.*, 2012). A análise térmica diferencial é frequentemente utilizada no controle de qualidade de produtos farmacêuticos, além de ser usado na pré-formulação para o estudo de polimorfismo e para o estudo de interações fármaco-excipiente (GIRON 1995; GUIMARÃES *et al.*, 2019).

De acordo com Flores e Quiñones (2018) em virtude da quantidade de parâmetros cinéticos que podem ser calculados, a análise termogravimétrica é uma das técnicas mais utilizadas para avaliar a decomposição térmica de materiais, sendo os estudos cinéticos eficazes na interpretação do mecanismo de reação e de fenômenos catalíticos, comportamento em base molecular, otimização e desenvolvimento de novos processos químicos. Em estudos cinéticos do estado sólido, a energia de ativação é definida como a energia mínima necessária para que as reações químicas ocorram (PAN *et al.*, 2015). A energia de ativação tem se mostrado um parâmetro capaz de distinguir diferentes materiais. Pós de drogas vegetais em diferentes tamanhos de partículas foram diferenciados pela energia de ativação em atmosfera de ar sintético (CORREIA *et al.*, 2016; CUINICA *et al.*, 2018; GUIMARÃES *et al.*, 2018). Esta

técnica apresenta rápido desempenho, confiabilidade e precisão (COSTA *et al.*, 2013).

Diversas técnicas de análises térmicas tem sido empregadas na caracterização e controle de qualidade de drogas vegetais de espécies medicinais da Caatinga, dentre as quais *Sideroxylon obtusifolium* (Roem. & Schult.) T.D.Penn. já foi caracterizada do ponto de vista químico, físico e biológico no que se refere a matéria prima proveniente das folhas (HOLANDA NETO, 2013; CORREIA *et al.*, 2013, 2016), entretanto, é notável as variações de resultados na literatura para esta e outras espécies, devido a variabilidade de espécimes dentro da população vegetal, a qual é induzida por fatores internos da própria espécie e por questões externas como o ambiente, clima, interações bióticas etc. Estas variações tornam-se cada vez mais intensas devido a matéria prima ser de origem extrativista em ambientes sem nenhum tipo de controle, uma vez que não existe cultivo de plantas medicinais da Caatinga.

Objetivou-se com este trabalho caracterizar por meio de técnicas termoanalíticas e morfológicas as drogas vegetais da parte aérea e da periderme do caule de espécimes adultas e indivíduos jovens cultivados de *S. obtusifolium*.

## **2. MATERIAL E MÉTODOS**

### **2.1 Obtenção e processamento das drogas vegetais**

Foram coletados a parte aérea e periderme do caule de matrizes adultas de *S. obtusifolium* nos municípios de Sumé e São João do Cariri na Paraíba. As matrizes de Sumé foram coletadas em julho de 2017 no riacho da Umburana e as de São João do Cariri no riacho Gangorra em julho de 2018. Os indivíduos jovens são descendentes de matrizes adultas de São João do Cariri, os quais foram cultivados em casa de vegetação, monitorados e coletados a cada dois meses após a emergência.

Após a coleta, todo o material vegetativo foi selecionado de acordo com os dados fitossanitários, higienizado e sanitizado com água corrente, imersão em hipoclorito de sódio por 10 minutos na concentração de 250 ppm a 2,5% e posteriormente lavados com água destilada. As amostras coletadas foram secas em estufa de circulação de ar à temperatura de 42°C até massa constante. Após a secagem e completa estabilização (eliminação de água, inativação de enzimas, etc.) o material das matrizes adultas e jovens foi pulverizado em moinho de facas, sendo o material dos indivíduos jovens macerados quando necessário, obtendo-se o material vegetal seco e pulverizado de indivíduos adultos e jovens.

A droga vegetal pulverizada das matrizes adultas foi submetida a um sistema de peneiras em tamisador industrial com diferentes tamanhos de poros, correspondentes a 50, 100 e 200 mesh, sendo retidas partículas na faixa granulométrica de 297-149, 148-74 e 73-37 µm.

respectivamente. A droga vegetal das matrizes jovens foi submetida apenas ao tamis de 50 mesh que equivale a retenção de partículas de 297-148 µm. Os pós obtidos nas diferentes granulometrias foram acondicionados separadamente em sacos herméticos polietileno, fosco e devidamente fechados para proteção da luz e da umidade, e acondicionados em Freezer no modo refrigeração até a análise do material.

## **2.2 Caracterização termogravimétrica (TG)**

Para obtenção das curvas termogravimétricas das drogas vegetais da parte aérea, periderme do caule e de indivíduos jovens de *S. obtusifolium* em diferentes tamanhos de partículas foi utilizada uma termobalança modelo TGA-50H (Shimadzu, Japão), calibrada com oxalato de cálcio monohidratado, nas razões de aquecimento de 10, 20 e 40°C/min<sup>-1</sup>, variando de 25 °C até 900 °C. Foi utilizada atmosfera de nitrogênio (50 mL·min<sup>-1</sup>) e de ar sintético, com fluxo de 20 mL/min<sup>-1</sup>. Utilizou-se massa de 5,00 ± 0,05 mg acondicionada em cadinho de alumina para cada amostra.

As curvas foram analisadas através do software TA 60 WS (Shimadzu, Japão) para caracterizar as etapas de perda de massa, e plotadas no programa Origin Pro. versão 8.0. A cinética de degradação foi obtida com base nos dados das curvas termogravimétricas, usando o método de Ozawa para determinar a energia de ativação (*Ea*) da principal etapa de degradação. A determinação desse parâmetro foi obtida no software TGA Kinetic Analysis Program.

## **2.3 Análise térmica diferencial (DTA)**

Para a análise térmica diferencial (DTA) das drogas vegetais foram obtidas curvas utilizando um analisador térmico diferencial (DTA-50, Shimadzu, Japão) em atmosfera inerte (nitrogênio) com fluxo de 50 mL·min<sup>-1</sup>. As amostras foram acondicionadas em cadinho de alumina (5,00 ± 0,100 mg) e submetidas a uma programação de elevação de temperatura de 25 a 900 °C, com  $\beta = 10\text{ }^{\circ}\text{C} \cdot \text{min}^{-1}$ . O equipamento foi calibrado utilizando o ponto de fusão e a entalpia de fusão do índio e zinco como padrões. Os dados foram analisados através do software TA 60 WS (Shimadzu, Japão) e as curvas foram plotadas com o auxílio do software Origin Pro 8.0.

## **2.4 Caracterização morfológica dos diferentes tamanhos de partículas das drogas vegetais**

Os aspectos morfológicos e a distribuição do tamanho das partículas das drogas vegetais foram estudados através do sistema analisador de imagens automático Morphologi-G3SE

(Malvern Instruments, Malvern, Reino Unido). A análise foi realizada através da captura de imagens das amostras pelo equipamento em tempo real, utilizando lentes objetivas com aumento de 2,5x e 5x, seguida de processamento dos dados pelo software. As partículas foram classificadas de acordo com sua faixa de diâmetro equivalente em circunferência (CE diameter), bem como determinou-se a contribuição em número e volume de cada classe no total das partículas analisadas.

A análise foi realizada na Unidade de Bioanálises e Bionanotecnologia do Instituto de Pesquisa em Fármacos e Medicamentos – IPeFarM/UFPB.

## **2.5 Caracterização Farmacopeica**

### *2.5.1 Material estranho*

Foi realizado o quarteamento de 25 g do pó das drogas vegetais. O material foi espalhado em camada fina sobre uma superfície plana. Os materiais estranhos à droga, inicialmente a olho nu e, em seguida, com auxílio de lente de aumento (cinco vezes) foi separado e pesado para determinação da porcentagem de matéria estranha com base no peso da amostra submetida ao ensaio.

### *2.5.2 Determinação de água*

A determinação do teor de água foi realizada pelo método gravimétrico. Foram pesadas 1 g de cada amostra, as quais foram transferidas para cadinhos, previamente dessecados e tarados. As amostras foram colocadas em estufa a 105 °C durante cinco horas, até peso constante, ou seja, até que a diferença entre duas pesagens sucessivas corresponda a, no máximo, 0,25% de amostra. O teor de água em relação à droga seca foi calculado em porcentagem.

### *2.5.3 Determinação de cinzas totais*

Foram pesados 3 g de cada amostra pulverizada, as quais foram transferidas para cadinho de porcelana previamente dessecado e tarado. As amostras foram distribuídas uniformemente no cadinho e incineradas aumentando, gradativamente, a temperatura até, no máximo 600 °C, até que todo o carvão fosse eliminado. O gradiente de temperatura utilizado foi (30 minutos a 200 °C, 60 minutos a 400 °C e 90 minutos a 600 °C) até massa constante. Foi calculado a porcentagem de cinzas em relação à droga seca.

#### *2.5.4 Densidade*

Para determinação da densidade dos extratos vegetais utilizou-se picnômetro com capacidade de 5 mL previamente calibrado. O peso da amostra foi obtido através da diferença de massa do picnômetro cheio e vazio. A densidade relativa foi calculada determinando a razão entre a massa da amostra líquida e a massa da água, ambas a 20 °C.

#### *2.5.5 Determinação de resíduo seco dos extratos*

Em um cadiño previamente dessecado e tarado, de cerca de 50 mm de diâmetro e 30 mm de altura, foi pesado rapidamente, 2,0 mL de extrato, o qual foi seco em estufa a 105°C durante três horas. Em seguida o material foi submetido a resfriamento em dessecador em presença de gel de sílica anidro concentrado por 30 minutos e pesados. Os resultados foram expressos em porcentagem

#### *2.5.6 Determinação do pH*

O pH das formulações foi avaliado utilizando potenciômetro digital previamente calibrado com soluções tampão pH 4,0 e 7,0 a temperatura de 25 °C. As amostras foram diluídas em água destilada a proporção de 1:10, e as leituras foram realizadas em triplicata, com imersão do eletrodo na solução formada.

### **2.5 Análise estatística**

Para verificação da diferença entre as atmosferas, tamanho de partículas, energia de ativação e entalpia da parte aérea e periderme do caule de diferentes ambientes, e dos indivíduos jovens foi aplicado o teste de análise de variância. A comparação de médias foi realizada através do teste de Tukey a 5% de probabilidade. Os resultados foram obtidos com auxílio do suplemento do Excel Action Stat Pro versão 3.5.

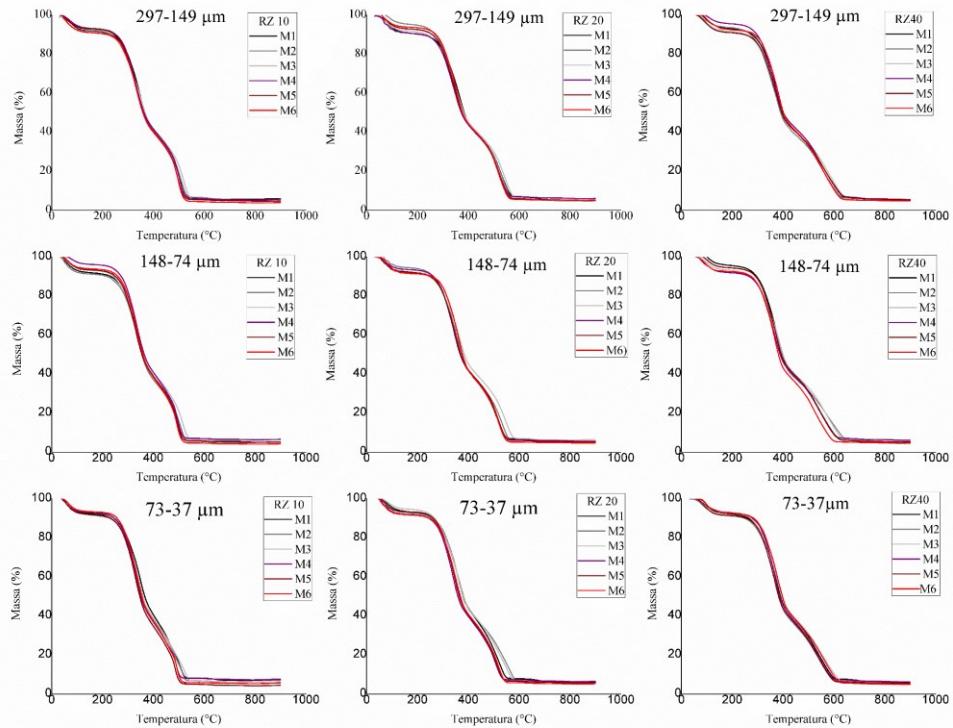
## **3. RESULTADOS E DISCUSSÃO**

### **3.1 Caracterização termogravimétrica e térmica diferencial da parte aérea de espécimes de *Sideroxylon obtusifolium***

O perfil termogravimétrico da droga vegetal da parte aérea de *Sideroxylon obtusifolium* em atmosfera de ar sintético apresentou comportamento distinto para os diferentes espécimes e para as diferentes razões aquecimento nas diferentes granulometrias. Foram observadas oito

etapas de decomposição para todas os espécimes nos tamanhos de partículas de 297-149 µm para todas as razões de aquecimento. Os espécimes M2 e M3 apresentaram oito etapas de decomposição em todas as razões de aquecimentos e tamanhos de partículas. As amostras referentes ao tamanho 148-74 e 73-37 µm apresentaram sete etapas para o espécime M1, M4, M5 e M6, estas últimas três referem-se ao município de São João do Cariri (Figura 01).

**Figura 1.** Curvas termogravimétricas em atmosfera de ar sintético em razões de aquecimento (RZ) de 10, 20 e 40 °C / min<sup>-1</sup> para drogas vegetais da parte aérea de diferentes matrizes de *Sideroxylon obtusifolium*, com diferentes tamanhos de partícula, coletadas em áreas de mata ciliar na Caatinga, nos municípios de Sumé (M1-M3) e São João do Cariri (M4-M6), Cariri paraibano, Brasil



**Fonte:** Dados da pesquisa

As etapas de degradação de cada espécime na atmosfera de ar sintético com seus respectivos intervalos de temperaturas e perda de massa nas diferentes razões de aquecimento, tamanho de partículas encontram-se detalhadas no Apêndice B. De modo geral, o aumento da razão de aquecimento provocou deslocamento de temperatura, assim como as diferentes faixas granulométricas, de modo que quanto maior a razão de aquecimento maior a temperatura e quanto menor o tamanho de partícula menor a temperatura de degradação.

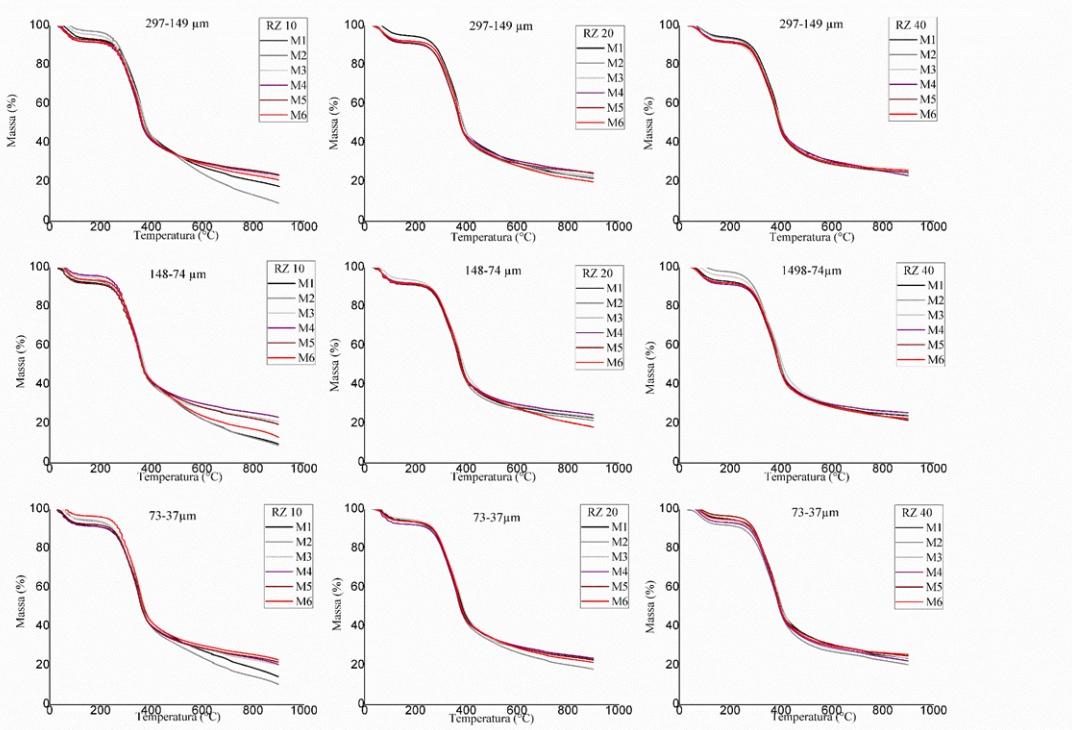
Considerando a principal etapa de decomposição para cada amostra avaliada, observou-se perda de massa de 31,69-34,47% no intervalo de temperatura de 278,26-375,80 °C na razão

de aquecimento de  $10^{\circ}\text{C min}^{-1}$  para os espécimes de Sumé (M1-M3) no tamanho de partícula de 297-149  $\mu\text{m}$ . Nesta mesma razão de aquecimento as matrizes de São João do Cariri (M4-M6) apresentaram perda de massa de 34,00-34,67% no intervalo de temperatura de 272,90-360,59  $^{\circ}\text{C}$ . No tamanho de partícula de 148-74 e 74-37  $\mu\text{m}$  os espécimes de Sumé apresentaram perda de massa de 32,18-34,46 e 32,07-34,08 em temperaturas que variaram de 284,35-363,55  $^{\circ}\text{C}$  e 273,60-390,49  $^{\circ}\text{C}$  respectivamente. Os espécimes de São João do Cariri caracterizaram-se por perda de massa de 36,03-37,35 % e 34,91-39,72% em temperaturas de 280,16-361,50 e 273,32-368,01  $^{\circ}\text{C}$  respectivamente. As drogas vegetais submetidas a razão de aquecimento de  $20^{\circ}\text{C min}^{-1}$  apresentaram perda de massa de 33,65-35,64% e 34,30-36,35% em temperaturas que variaram de 291,15-386,81 $^{\circ}\text{C}$  e 287,36-384,80  $^{\circ}\text{C}$  para espécimes de Sumé e São João do Cariri respectivamente na faixa granulométrica de 297-149  $\mu\text{m}$ . Nas faixas de 148-74  $\mu\text{m}$  e 74-37  $\mu\text{m}$  os espécimes de Sumé também apresentaram temperaturas mais elevadas com valores de 306,64-409,00  $^{\circ}\text{C}$  e 294,46-400,23 $^{\circ}\text{C}$  para perda de massa de 35,7-36,74% e 32,73-35,36% respectivamente, enquanto que os espécimes de São João do Cariri caracterizaram-se por temperatura entre 308,53-401,01 e 288,08-377,33 para perda de massa de 37,32 e 35,04-36,07% respectivamente. A razão de aquecimento à 40 $^{\circ}\text{C}$  proporcionou perda de massa de 35,07-36,74%, 32,18-37-35%, 36,43-37-32% e 35-36-37,20% à temperatura de 306,64-409,00 $^{\circ}\text{C}$ , 280,16-366,37 $^{\circ}\text{C}$ , 305,86-401,68 e 309,84-405,72 nos tamanhos de partículas de 148-74 e 74-37 para os municípios de Sumé e São João do Cariri respectivamente (Apêndice A).

O perfil termogravimétrico da droga vegetal da parte aérea de *S. obtusifolium* em atmosfera nitrogênio não diferiu os espécimes dos diferentes ambientes, nas diferentes razões de aquecimento e faixas granulométricas em relação a quantidade de etapas de degradação. Todas as curvas foram caracterizadas por 6 etapas (Figura 2).

As etapas de degradação de cada espécime na atmosfera de nitrogênio com seus respectivos intervalos de temperaturas e perda de massa nas diferentes razões de aquecimento, tamanho de partículas encontram-se detalhadas no Apêndice B. Assim como na atmosfera de ar sintético, a atmosfera de nitrogênio também permitiu deslocamento crescente de temperatura de acordo com o aumento da razão de aquecimento e aumento do tamanho de partículas.

**Figura 2.** Curvas termogravimétricas em atmosfera de Nitrogênio em razões de aquecimento (RZ) de 10, 20 e 40 °C / min<sup>-1</sup> para drogas vegetais da parte aérea de diferentes matrizes de *Sideroxylon obtusifolium*, com diferentes tamanhos de partícula, coletadas em áreas de mata ciliar na Caatinga, nos municípios de Sumé (M1-M3) e São João do Cariri (M4-M6), Cariri paraibano, Brasil



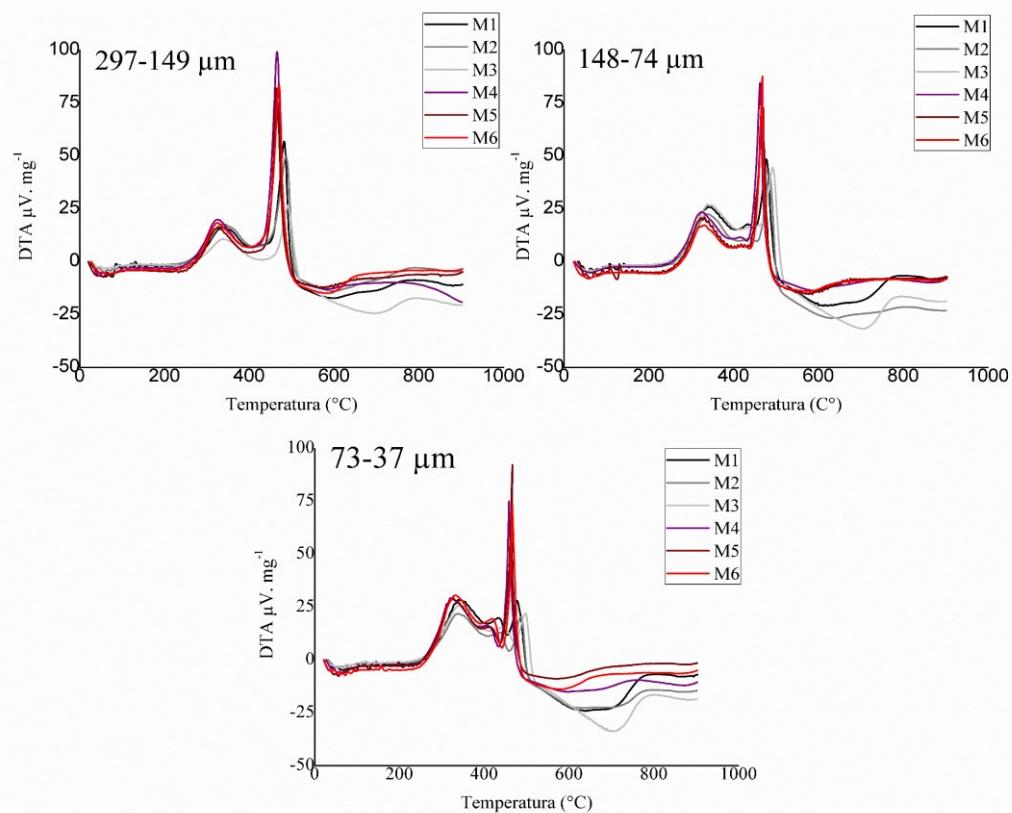
**Fonte:** Dados da pesquisa

A principal etapa de decomposição apresentou perda de massa de 27,26-37,13%, 31,62-37,77% e 31,92-38,98 nas temperaturas de 282,75-382,72 °C, 279,77-377,35°C e 270,05-373,91°C para os espécimes de Sumé nos tamanhos de partícula de 297-149, 148-74 e 74-37 µm respectivamente na razão de aquecimento de 10°Cmin<sup>-1</sup>, nestas mesmas condições foram observadas perda de massa de 29,17-32,67%, 31,91-35,56% e 30,74-33,35% à temperaturas de 282,78-365,59 °C, 282,65-365,54°C e 281,97-364,07°C para os espécimes de São João do Cariri. A razão de aquecimento a 20 °C/min<sup>-1</sup> proporcionou perda de massa de 31,83-34-97%, 36,31-38,00% e 35,36-39,19% à temperaturas de 287,23-401,43°C, 286,29-393,01°C e 281,84-396,97°C para espécimes de Sumé e 27,32-33,03%, 30,86-34,24% e 31,24-34,06% à temperaturas de 296,63-378,65°C, 288,62-378,26°C e 293,09-379,38°C para espécimes de São João do Cariri. O aumento da razão de aquecimento para 40°C/min<sup>-1</sup> provocou perda de massa de 35,08-41,64, 35,75-41,54%, 35,02-38,88% à temperatura de 298,01-413,13°C, 298,53-415,28°C e 295,41-411,47 °C para espécimes de Sumé e perda de massa de 29,56-35,03%, 32,64-35,11% e 35,30-37,50 à temperatura de 300,78-401,67°C, 305,30-397,81 °C e 304,03-404,62 °C para espécimes de São João do Cariri nos tamanhos de partículas de 297-149, 148-74 e 74-37 µm respectivamente (Apêndice B).

Foi notável as variações entre o número de etapas de decomposição entre as amostras e entre as atmosferas. As amostras submetidas à atmosfera oxidativa, em contato com o oxigênio, apresentaram de modo geral, temperatura inicial de degradação um pouco inferior às amostras submetidas à atmosfera inerte. O número de etapas de termodecomposição foi superior para as amostras avaliadas em atmosfera oxidativa. Resultados semelhantes foram registrados por Correia *et al.* (2016).

As curvas térmicas diferenciais dos pós da droga vegetal de *S. obtusifolium* em diferentes tamanhos de partículas estão representadas na Figura 3.

**Figura 3.** Curvas da análise térmica diferencial da parte aérea de diferentes espécimes *Sideroxylon obtusifolium* em diferentes faixas granulométricas



**Fonte:** Dados da pesquisa

Foram observados a formação de dois picos exotérmicos principais para o tamanho de partícula de 297-149  $\mu\text{m}$  e três picos para os tamanhos 148-74 e 73-37  $\mu\text{m}$ , os quais encontram-se detalhados com as suas respectivas entalpias e temperaturas na tabela 01.

**Tabela 1.** Descrição dos eventos observados na análise térmica diferencial da parte aérea de diferentes espécimes *Sideroxylon obtusifolium* em diferentes faixas granulométricas

<b>Matriz/granulometria</b>	<b>1 evento</b>		<b>2 evento</b>		<b>3 evento</b>	
	<b>T °(C)</b>	<b>E (kJ/g)</b>	<b>T °(C)</b>	<b>E (kJ/g)</b>	<b>T °(C)</b>	<b>E (kJ/g)</b>
M1 297-149 µm	337,58	1,05	482,27	1,69	--	--
M1 148-74 µm	339,84	1,24	432,78	0,05	477,17	1,10
M1 74-37 µm	338,38	1,36	432,89	0,13	477,75	0,72
M2 297-149 µm	339,65	1,20	486,46	1,89	--	--
M2 148-74 µm	337,21	1,39	436,96	0,02	484,03	1,16
M2 74-37 µm	338,46	1,17	435,60	0,15	486,57	0,62
M3 297-149 µm	339,37	0,94	491,11	1,09	--	--
M3 148-74 µm	338,60	1,41	456,80	0,01	491,88	1,23
M3 74-37 µm	343,68	1,53	445,62	0,11	497,49	0,59
M4 297-149 µm	326,29	1,21	465,47	2,78	--	--
M4 148-74 µm	323,95	1,31	414,63	0,02	462,22	1,76
M4 74-37 µm	326,80	1,63	408,28	0,06	458,23	1,24
M5 297-149 µm	326,11	1,16	463,81	2,20	--	--
M5 148-74 µm	331,55	1,25	469,55	0,08	675,44	0,03
M5 74-37 µm	327,45	1,51	414,41	1,86	466,37	1,24
M6 297-149 µm	324,57	1,23	470,21	2,58	--	--
M6 148-74 µm	330,83	1,13	421,55	0,01	467,53	1,50
M6 74-37 µm	332,56	1,62	419,12	0,18	466,63	1,36

**Legenda:** M1-M3=Sumé; M4-M5= São João do Cariri

**Fonte:** Dados da pesquisa

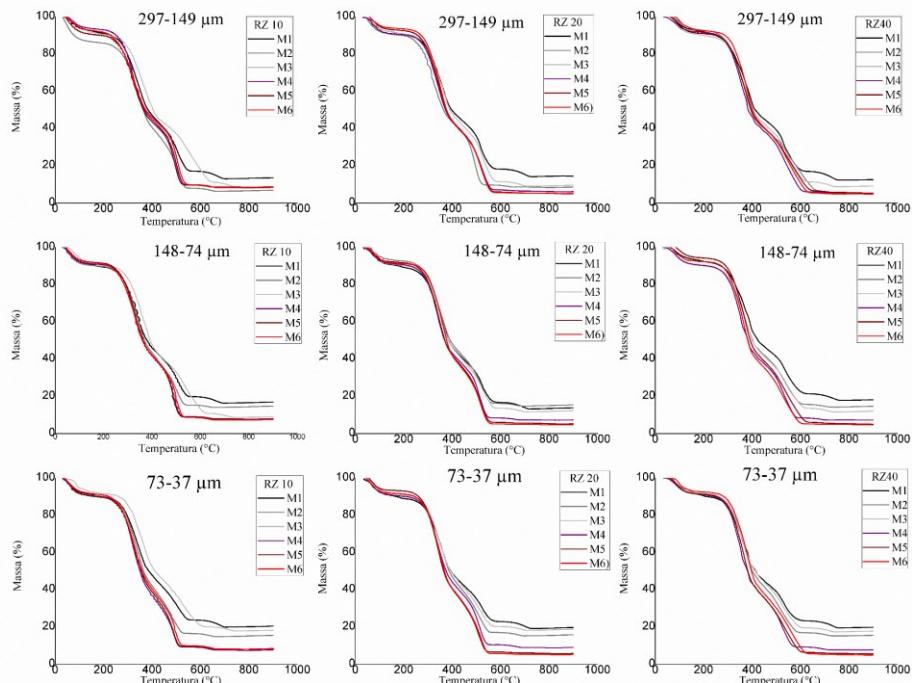
Considerando todas as amostras das drogas vegetais o primeiro evento ocorreu entre 323,95 e 339,84 °C com entalpia de 0,94 a 1,63 kJ/g<sup>-1</sup>. Observou-se que o tamanho de partícula de 148-74 e 73-37 µm proporcionou a formação de um pico que obteve variação de entalpia de 0,01-0,08 e 0,06-1,86 kJ/g<sup>-1</sup> para todas os espécimes avaliadas. Assim, o maior pico para o maior tamanho de partícula ocorreu entre 463,81 e 491,11 °C. As diferenças do comportamento térmico observado entre as amostras de diferentes tamanhos de partículas sugerem que as amostras de menores tamanhos de partículas, apresenta mais constituintes químicos, fato justificado no aparecimento de mais um evento térmico.

Analisando o perfil térmico diferencial de folhas de *S. obtusifolium* em diferentes granulometrias Correia *et al.* (2016) visualizou-se a presença de três eventos exotérmicos em comum para as três amostras. Os autores também observaram no menor tamanho de partícula a tendência ao desdobramento do primeiro evento em dois eventos, observado por uma elevação da linha de base.

### 3.2 Caracterização termogravimétrica da periderme do caule de espécimes de *Sideroxylon obtusifolium*

O perfil termogravimétrico das drogas vegetais da periderme do caule de *S. obtusifolium* em atmosfera de ar sintético nas diferentes granulometrias diferiram entre si. O espécime M1 de Sumé apresentou sete etapas de degradação para todas as razões de aquecimento. As demais matrizes apresentaram 6 etapas na razão de aquecimento de  $10^{\circ}\text{C}/\text{min}^{-1}$ . A M2 e M3 apresentaram cinco etapas nas demais razões e nas demais faixas granulométricas (Figura 4).

**Figura 4.** Curvas termogravimétricas em atmosfera de ar sintético em razões de aquecimento (RZ) de 10, 20 e  $40^{\circ}\text{C}/\text{min}^{-1}$  para drogas vegetais da periderme do caule de diferentes matrizes de *Sideroxylon obtusifolium*, com diferentes tamanhos de partículas, coletadas em áreas de mata ciliar na Caatinga, nos municípios de Sumé (M1-M3) e São João do Cariri (M4-M6), Cariri paraibano, Brasil

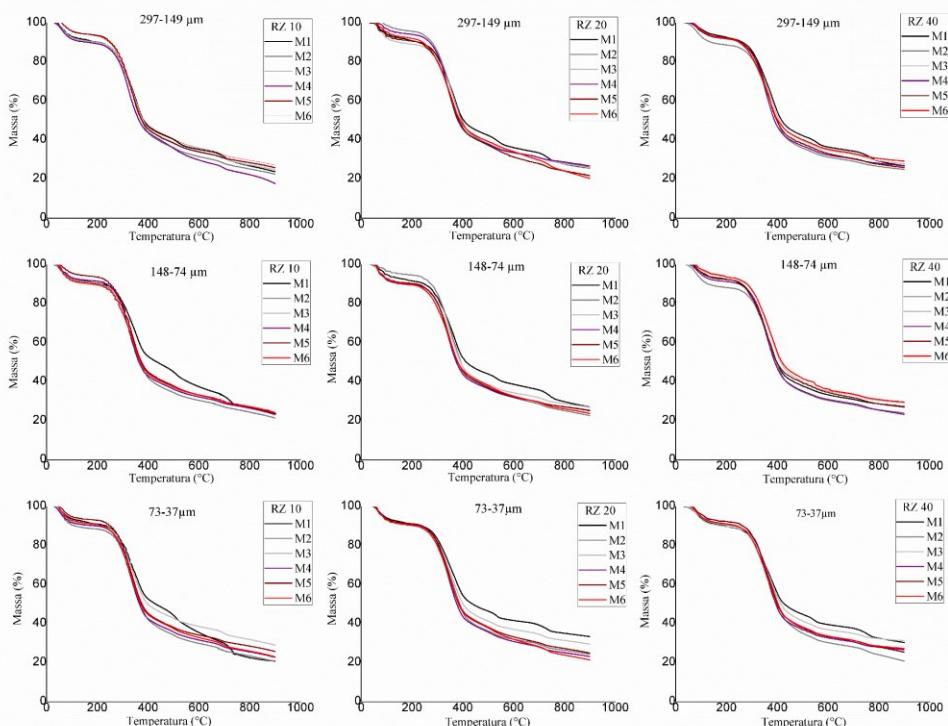


**Fonte:** dados da pesquisa

Considerando a principal etapa de decomposição para cada amostra avaliada, observou-se perda de massa de 25,12-34,73% no intervalo de temperatura de 297,17-407,63 °C na razão de aquecimento de 10°C min<sup>-1</sup> para os espécimes de Sumé (M1-M3) no tamanho de partícula de 297-149 µm. Nesta mesma razão de aquecimento as matrizes de São João do Cariri (M4-M6) apresentaram perda de massa de 24,51-35,24% no intervalo de temperatura de 276,75-403,97 °C. No tamanho de partícula de 148-74 e 74-37 µm os espécimes de Sumé apresentaram perda de massa de 29,32-33,18 e 27,41-30,88 em temperaturas que variaram de 287,87-394,67°C e 293,61-403,93 °C respectivamente. As matrizes de São João do cariri apresentaram perda de massa de 29,55-30,24 e 27,45-31,68% em temperaturas de 283,25-359,41 e 287,43-358,59°C respectivamente. O aumento das razões de aquecimento também provocou deslocamento das temperaturas (Apêndice C).

A caracterização termogravimétrica da droga vegetal da periderme do caule de *S. obtusifolium* em atmosfera nitrogênio não diferiu os espécimes dos diferentes ambientes, nas diferentes razões aquecimento e faixas granulométricas em relação a quantidade de etapas de degradação, assim como aconteceu com a parte aérea. Todas as curvas foram caracterizadas por 6 eventos (Figura 5).

**Figura 5.** Curvas termogravimétricas em atmosfera de Nitrogênio em razões de aquecimento (RZ) de 10, 20 e 40 °C / min<sup>-1</sup> para drogas vegetais da periderme do caule de diferentes matrizes de *Sideroxylon obtusifolium*, com diferentes tamanhos de partícula, coletadas em áreas de mata ciliar na Caatinga, nos municípios de Sumé (M1-M3) e São João do Cariri (M4-M6), Cariri paraibano, Brasil



**Fonte:** Dados da pesquisa

As etapas de degradação de cada espécime na atmosfera de nitrogênio mostraram pequenas variações nas temperaturas e perda de massa em relação as faixas granulométricas e os diferentes ambientes. Os valores de temperatura e perda de massa das drogas se assemelharam ainda aos valores obtidos para a parte aérea submetida a atmosfera de nitrogênio. Os valores para a periderme do caule encontram-se descritos nas diferentes razões de aquecimento no Apêndice D.

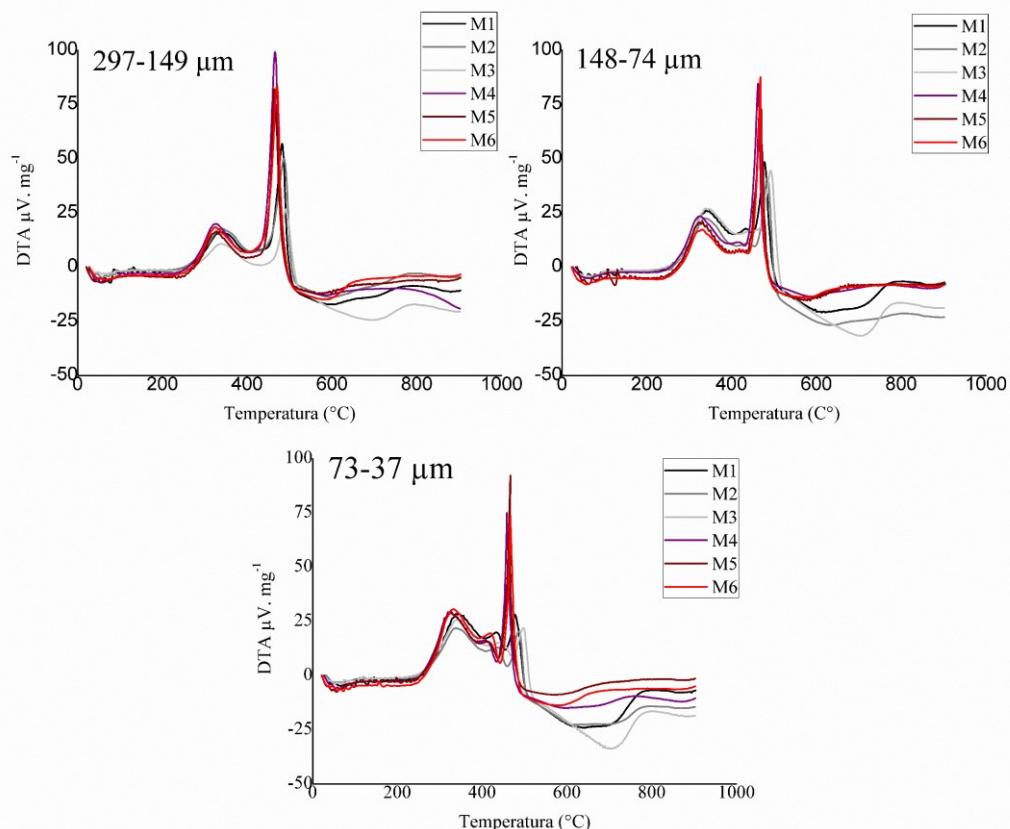
A principal etapa de decomposição apresentou perda de massa de 27,85-37,16%, 26,18-33,95% e 26,62, -34,69% nas temperaturas de 275,69-386,64 °C, 283,66-383,17 °C e 288,33-385,27 °C para os espécimes de Sumé nos tamanhos de partícula de 297-149, 148-74 e 74-37 µm respectivamente na razão de aquecimento de 10°Cmin<sup>-1</sup>, nestas mesmas condições foram observadas perda de massa de 30,64-32,43%, 30,00-33,39% e 33,31-35,23% à 270,45-372,84 °C, 280,07-377,52°C e 280,84-375,40°C para os espécimes de São João do Cariri. Na razão de aquecimento à 20 °C/min<sup>-1</sup> a perda de massa foi de 27,58-41-16%, 27,89-39,11% e 26,71-32,90% à temperaturas de 276,31-403,52°C, 283,65-394,19 °C e 302,13-407,73°C para espécimes de Sumé e 29,65-34,70%, 32,33-34,00% e 32,72-35,64% à temperaturas de 281,61-385,46 °C, 284,62-386,37 °C e 291,63-391,32 °C para espécimes de São João do Cariri. Na razão de aquecimento de 40°C/min<sup>-1</sup> a perda de massa foi de 33,06-36,24, 29,08-36,58%, 28,53-39,84% à temperatura de 301,51-422,20°C, 307,35-421,58°C e 308,46-427,09 °C para espécimes de Sumé e de 33,01-36,28%, 35,23-37,75% e 32,28-33,93 à temperatura de 286,01-398,52°C, 288,41-406,70 °C e 294,64-403,74 °C para espécimes de São João do Cariri nos tamanhos de partículas de 97-149, 148-74 e 74-37 µm respectivamente (Apêndice D).

A atmosfera de nitrogênio provocou um aumento na massa de resíduo o qual variou de 22,00-31,00%, enquanto o resíduo observado na atmosfera de ar sintético não passou de 6%. O aumento dos resíduos na atmosfera de nitrogênio também foi observado por Andrade *et al.* (2019) em *Annona muricata* L., em *Mimosa ophthalmocentra* Mart. ex Benth. e *Abelmoschus esculentus* Linn por Santos *et al.* (2019).

O deslocamento das temperaturas iniciais e finais dos eventos com o aumento da razão de aquecimento pode estar relacionado à diferença da taxa de transferência de calor para a amostra, existindo diferentes gradientes de temperatura entre a superfície e o interior das partículas da droga vegetal entre cada razão de aquecimento (PAN *et al.*, 2015). As variações obtidas em os espécimes eram esperadas, uma vez que a literatura demonstra que amostras de *S. obtusifolium* coletadas no mesmo local e período, apresentaram etapas de decomposição diferentes (HOLANDA NETO, 2013; CORREIA *et al.*, 2016).

As curvas térmicas diferenciais dos pós periderme do caule da droga vegetal de *S. obtusifolium* em diferentes tamanhos de partículas estão representadas na Figura 6.

**Figura 6.** Curvas da análise térmica diferencial da periderme do caule de diferentes espécimes *Sideroxylon obtusifolium* em diferentes faixas granulométricas



**Fonte:** Dados da pesquisa

Foram observados a formação de dois picos exotérmicos para o tamanho de partícula de 297-149  $\mu\text{m}$ , três picos nas matrizes M2 e M4 para os tamanhos 148-74  $\mu\text{m}$  e para as matrizes M2, M3, M4 e M5 no tamanho de partícula 73-37  $\mu\text{m}$ , os quais encontram-se detalhados com as suas respectivas entalpias e temperaturas na tabela 2.

**Tabela 2.** Descrição dos eventos observados na análise térmica diferencial da periderme do caule de diferentes espécimes *Sideroxylon obtusifolium* em diferentes faixas granulométricas

<b>Matriz/granulometria</b>	<b>1 evento</b>		<b>2 evento</b>		<b>3 evento</b>	
	<b>T (°C)</b>	<b>E (kJ/g)</b>	<b>T (°C)</b>	<b>E (kJ/g)</b>	<b>T (°C)</b>	<b>E (kJ/g)</b>
M1 297-149 µm	339,45	0,98	475,88	1,18	--	--
M1 148-74 µm	341,66	1,23	483,66	0,87	--	--
M1 74-37 µm	342,69	1,60	488,03	0,58	--	--
M2 297-149 µm	337,97	1,02	479,49	1,68	--	--
M2 148-74 µm	337,28	1,07	416,74	0,02	479,15	0,82
M2 74-37 µm	335,74	1,16	414,65	0,09	472,35	0,58
M3 297-149 µm	333,14	0,95	482,88	1,33	--	--
M3 148-74 µm	335,10	1,15	487,70	1,13	--	--
M3 74-37 µm	340,25	1,34	441,63	0,06	483,03	1,23
M4 297-149 µm	319,97	1,12	467,47	2,58	--	--
M4 148-74 µm	322,60	1,19	469,97	2,39	--	--
M4 74-37 µm	325,73	1,36	432,31	0,02	466,41	1,22
M5 297-149 µm	328,27	0,79	466,21	3,50	--	--
M5 148-74 µm	324,10	1,10	468,07	2,76	--	--
M5 74-37 µm	331,85	1,48	431,89	0,03	470,24	1,65
M6 297-149 µm	327,09	0,92	476,05	2,82	--	--
M6 148-74 µm	332,49	1,70	479,61	1,97	--	--
M6 74-37 µm	226,52	1,76	474,95	1,55	--	--

**Legenda:** M1-M3=Sumé; M4-M5= São João do Cariri

**Fonte:** Dados da pesquisa

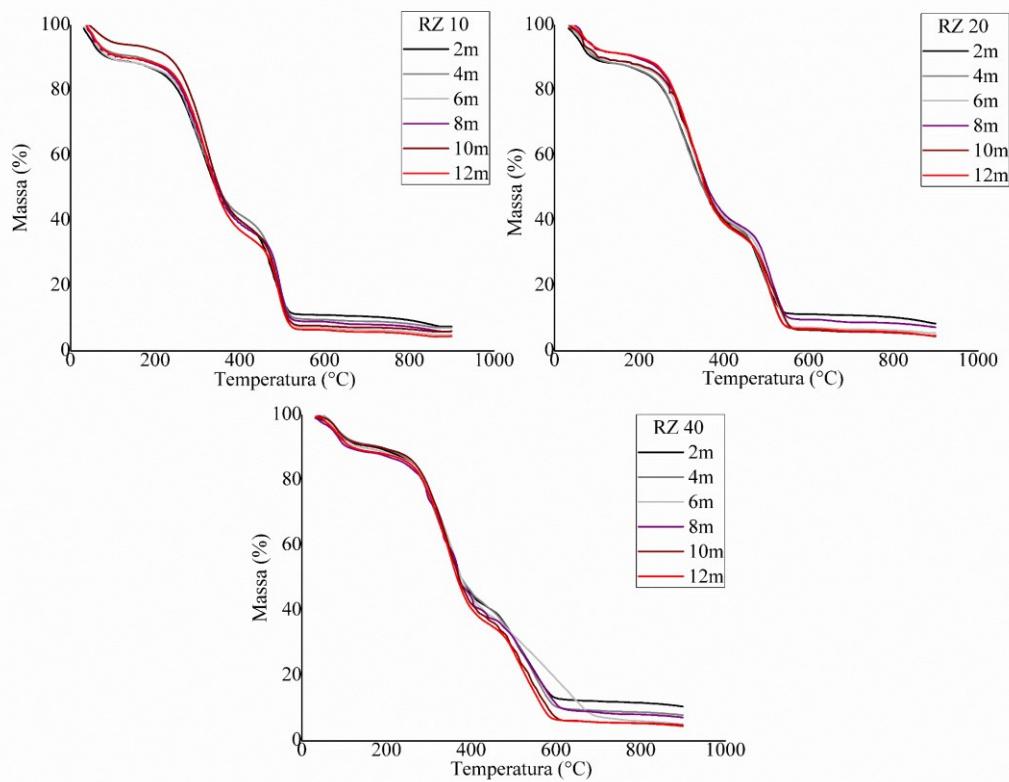
O primeiro evento foi registrado entre 319,97 e 342,69 °C com entalpia de 0,92 a 1,76 kJ/g<sup>-1</sup>. O segundo evento apresentou temperaturas que variaram de 414,65 a 488,03 °C com entalpia de 0,02 a 3,50 kJ/g<sup>-1</sup> essa alta variação se deu em função dos menores tamanhos de partículas apresentarem um terceiro evento para em M2, M3, M4 e M5, onde o terceiro evento destes espécimes ocorreram de 462,22 a 483,03 °C com entalpias de 0,58 a 1,76. O maior evento ocorreu em temperaturas que variaram de 462,22 a 488,03 °C que se caracterizaram por redução da entalpia a medida que o tamanho de partícula reduz. As matrizes de São João do

Cariri apresentaram elevados valores de entalpia quando comparado aos espécimes de Sumé no maior tamanho de partícula do maior evento.

### **3.3 Caracterização termogravimétrica e térmica diferencial de indivíduos jovens de *Sideroxylon obtusifolium* em diferentes estágios de desenvolvimento**

O perfil termogravimétrico da droga vegetal dos indivíduos jovens *Sideroxylon obtusifolium* em atmosfera de ar sintético em diferentes estágios de desenvolvimento da parte aérea apresentou poucas variações nas temperaturas e perda de massa. Os indivíduos de 2, 4, 6 e 8 meses de desenvolvimento caracterizaram-se pela degradação de seis etapas, enquanto os indivíduos de 10 e 12 meses apresentaram sete etapas, ambos em todas as razões de aquecimento (Figura 7).

**Figura 7.** Curvas termogravimétricas em atmosfera de ar sintético em razões de aquecimento (RZ) de 10, 20 e 40 ° C / min<sup>-1</sup> para drogas vegetais indivíduos jovens de *Sideroxylon obtusifolium* em diferentes estágios de desenvolvimento. 2m, 4m, 6m, 8m, 10m e 12m (2, 4, 6, 8, 10, e 2 meses respectivamente)



**Fonte:** Dados da pesquisa

As etapas de degradação dos indivíduos jovens na atmosfera de ar sintético com seus respectivos intervalos de temperaturas e perda de massa nas diferentes razões de aquecimento, encontram-se detalhadas na tabela 05 pelo tempo de desenvolvimento. Na principal etapa de

decomposição (terceira) observou-se maior perda de massa aos dez meses de desenvolvimento com 37,46% à temperatura entre 268,06-365,70 °C aos 10 °C min<sup>-1</sup>. Considerando todas as razões de aquecimento durante todo o ciclo de desenvolvimento a perda de massa e temperatura variaram de 29,39-37,46% à 258,52-405,15 °C. Vale salientar que todos os valores de perda de massa e temperatura dos eventos para a mesma razão de aquecimento foram muito próximos em todos os estágios de desenvolvimento (Tabela 3).

**Tabela 3.** Descrição dos eventos de degradação térmica em atmosfera de ar sintético da parte aérea de indivíduos de *S. obtusifolium* em diferentes estágios de desenvolvimento em atmosfera de ar sintético.

<b>Idade/Etapa</b>	<b>10 (°C/min<sup>-1</sup>)</b>			<b>20 (°C/min<sup>-1</sup>)</b>			<b>40 (°C/min<sup>-1</sup>)</b>		
	<b>T onset</b>	<b>T end set</b>	<b>PM (%)</b>	<b>T onset</b>	<b>T end set</b>	<b>PM (%)</b>	<b>T onset</b>	<b>T end set</b>	<b>PM (%)</b>
2 meses.1	38,92	85,02	7,16	46,44	8,68	6,19	56,63	116,49	6,33
2 meses.2	239,70	261,68	4,35	244,63	271,72	5,58	243,95	283,57	6,27
2 meses.3	265,12	357,33	31,23	272,58	365,01	30,48	286,15	383,04	31,45
2 meses.4	359,91	390,07	5,10	370,17	400,70	4,68	384,76	420,51	5,48
2 meses.5	440,91	464,61	6,43	434,32	458,32	3,22	460,98	488,11	4,78
2 meses.6	467,20	515,02	16,26	459,68	531,15	21,02	493,71	596,20	19,93
4 meses.1	44,76	82,46	5,86	59,59	105,15	7,27	60,66	110,21	6,24
4 meses.2	229,39	254,66	4,65	243,12	267,62	4,79	249,83	279,14	4,94
4 meses.3	258,52	357,90	32,29	275,36	364,33	29,39	283,45	384,71	31,86
4 meses.4	360,47	401,59	5,54	372,07	400,01	4,23	389,02	424,79	4,90
4 meses.5	445,28	467,99	5,52	428,15	470,79	6,43	460,99	489,00	4,62
4 meses.6	471,84	515,54	18,59	471,73	537,69	22,83	496,32	593,71	21,38
6 meses.1	47,93	91,80	7,17	57,93	99,95	4,49	59,95	114,57	7,00
6 meses.2	236,72	267,26	5,99	248,79	273,23	4,51	268,08	290,01	4,21
6 meses.3	270,70	365,74	32,83	278,38	368,88	31,94	294,31	386,77	31,37
6 meses.4	369,18	398,85	4,18	370,59	398,47	4,57	391,07	433,21	6,28
6 meses.5	455,19	473,68	4,70	464,09	483,39	4,37	446,11	546,30	11,91
6 meses.6	474,08	523,08	20,46	488,54	550,73	20,60	554,04	679,61	16,75
8 meses.1	43,88	91,31	7,11	59,09	105,34	6,34	61,96	108,90	6,51

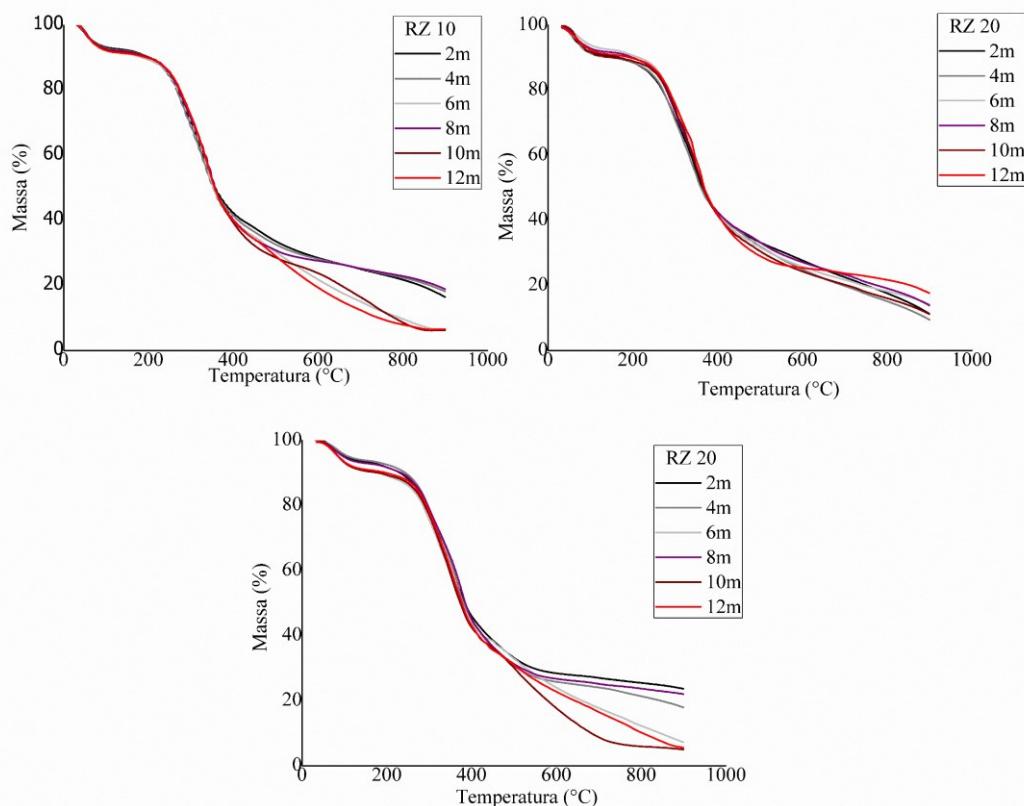
Idade/etapa	10 (°C/min <sup>-1</sup> )			20 (°C/min <sup>-1</sup> )			40 (°C/min <sup>-1</sup> )		
	T onset	T end set	PM (%)	T onset	T end set	PM (%)	T onset	T end set	PM (%)
8 meses.2	238,30	260,52	4,27	239,39	268,08	4,40	268,65	293,19	5,26
8 meses.3	266,51	368,63	35,09	273,22	364,02	31,85	295,78	405,15	34,07
8 meses.4	372,90	400,68	4,09	368,73	408,98	7,02	409,46	440,03	3,10
8 meses.5	462,64	480,16	4,89	465,52	487,36	4,32	466,30	498,16	4,53
8 meses.6	484,43	520,32	16,08	490,78	548,60	19,81	502,47	612,27	21,04
10 meses.1	41,36	85,67	4,44	66,35	119,75	6,35	68,07	108,57	5,54
10 meses.2	230,20	262,04	5,18	246,42	277,44	4,12	260,64	285,19	4,30
10 meses.3	268,06	365,70	37,46	284,33	380,83	34,98	292,95	383,85	33,66
10 meses.4	371,73	398,83	4,12	384,71	416,16	6,07	387,29	408,40	4,12
10 meses.5	453,46	470,23	4,24	462,68	488,10	4,12	466,99	491,98	4,54
10 meses.6	470,66	506,69	17,64	503,18	577,27	16,72	498,01	579,86	18,15
10 meses.7	507,05	520,60	2,79	579,00	606,14	3,82	582,44	609,58	3,26
12 meses.1	46,14	83,51	6,18	53,67	105,78	5,91	60,42	115,93	7,09
12 meses.2	239,03	268,67	5,73	240,13	275,01	5,97	256,65	288,92	5,84
12 meses.3	272,11	352,02	31,88	277,17	356,83	31,51	293,22	382,73	33,38
12 meses.4	354,60	375,65	5,05	360,28	384,39	6,53	384,88	417,16	5,84
12 meses.5	452,12	473,17	4,58	457,17	482,58	4,72	470,09	495,48	4,64
12 meses.6	475,75	507,97	15,54	488,61	531,67	16,60	500,64	571,65	17,56
12 meses.7	511,41	528,16	2,39	532,53	551,9	2,82	573,37	607,79	2,93

**Legenda:** M1-M3=Sumé; M4-M5= São João do Cariri

**Fonte:** Dados da pesquisa

O perfil termogravimétrico droga vegetal dos indivíduos jovens *Sideroxylon obtusifolium* em atmosfera de nitrogênio em diferentes estágios de desenvolvimento da parte aérea apresentou poucas variações nas temperaturas e perda de massa. Os indivíduos de 2, 4, 6 e 8 meses de desenvolvimento caracterizaram-se pela degradação de cinco etapas, enquanto os indivíduos de 10 e 12 meses apresentaram seis etapas, ambos em todas as razões de aquecimento (Figura 8).

**Figura 8.** Curvas termogravimétricas em atmosfera de nitrogênio em razões de aquecimento (RZ) de 10, 20 e 40 °C / min<sup>-1</sup> para drogas vegetais indivíduos jovens de *Sideroxylon obtusifolium* em diferentes estágios de desenvolvimento. 2m, 4m, 6m, 8m, 10m e 12m (2, 4, 6, 8, 10, e 2 meses respectivamente)



**Fonte:** Dados da pesquisa

As etapas de degradação dos indivíduos jovens na atmosfera de nitrogênio com seus respectivos intervalos de temperaturas e perda de massa nas diferentes razões de aquecimento, encontram-se detalhadas na tabela 06 pelo tempo de desenvolvimento. Considerando a principal etapa de decomposição para cada amostra avaliada, observou-se maior perda de massa aos seis meses de desenvolvimento com 33,82% e 34,05% em temperaturas que variaram de 269,83-372,72 °C nas razões de aquecimento de 10 e 20 °C min<sup>-1</sup> respectivamente e aos 4 meses de desenvolvimento na razão de aquecimento de 40 °C min<sup>-1</sup> com perda de massa de 36,47% a temperatura de 284,34-390,70 °C. Entretanto vale ressaltar que todos os valores de perda de massa e temperatura dos eventos foram muito próximos para todos os estágios de desenvolvimento. Considerando todas as razões de aquecimento durante todo o ciclo de desenvolvimento a perda de massa e temperatura variaram de 30,18-36,47% e 259,01-396,15 °C respectivamente (Tabela 4).

**Tabela 4.** Descrição dos eventos de degradação térmica da parte aérea de indivíduos jovens de *S. obtusifolium* em diferentes estágios de desenvolvimento em atmosfera de Nitrogênio.

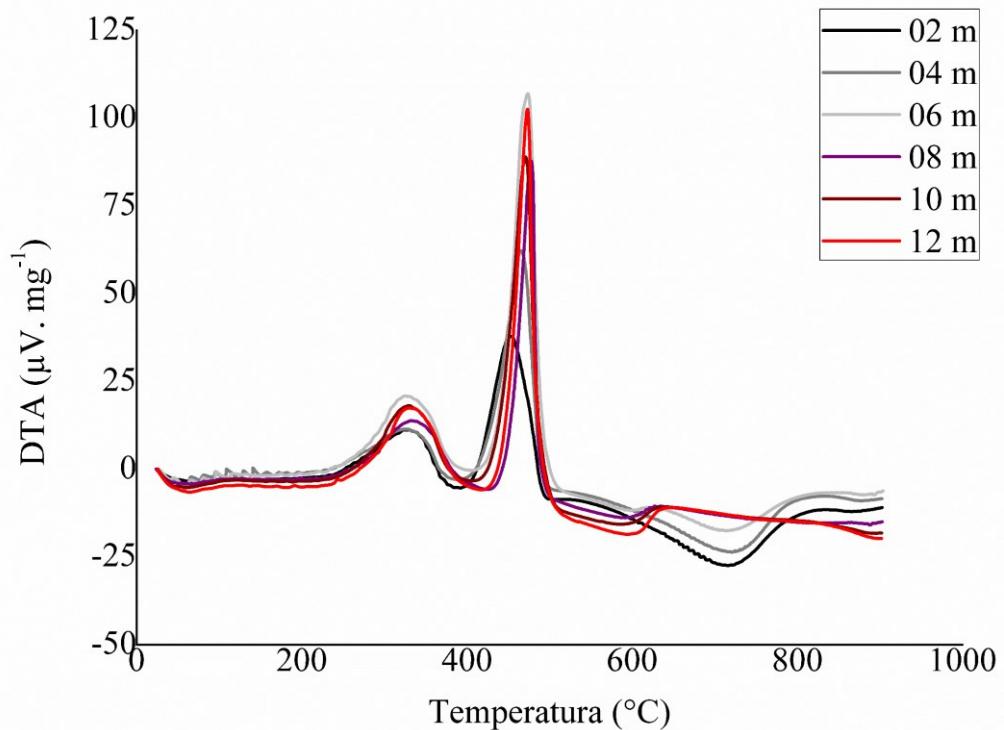
<b>Idade/etapa</b>	<b>10 (°C/min<sup>-1</sup>)</b>			<b>20 (°C/min<sup>-1</sup>)</b>			<b>40 (°C/min<sup>-1</sup>)</b>		
	<b>T onset</b>	<b>T end set</b>	<b>PM (%)</b>	<b>T onset</b>	<b>T end set</b>	<b>PM (%)</b>	<b>T onset</b>	<b>T end set</b>	<b>PM (%)</b>
2 meses.1	42,12	88,11	4,84	51,74	88,71	5,36	50,22	104,28	5,12
2 meses.2	234,23	264,32	5,51	225,42	264,97	5,68	252,31	279,77	4,50
2 meses.3	269,47	364,45	31,12	267,55	363,42	30,64	285,78	378,46	30,18
2 meses.4	367,03	416,03	7,27	366,86	399,10	6,59	381,89	415,35	7,11
2 meses.5	443,10	538,08	7,01	416,94	505,19	7,33	431,23	542,36	10,79
4 meses.1	44,23	75,96	4,69	48,80	96,96	6,36	66,94	114,35	3,77
4 meses.2	229,86	255,15	4,16	239,31	268,99	5,14	254,45	277,94	3,77
4 meses.3	259,01	361,04	33,76	272,43	364,03	30,67	284,34	390,70	36,47
4 meses.4	362,76	399,63	5,96	367,47	407,03	6,86	394,11	431,70	7,17
4 meses.5	413,58	555,08	10,05	424,24	566,59	12,12	454,34	542,33	8,11
6 meses.1	48,81	94,12	5,37	71,52	99,33	2,55	66,39	114,47	5,52
6 meses.2	241,99	263,83	3,97	248,64	275,60	5,05	267,73	290,48	5,32
6 meses.3	269,83	364,06	33,82	278,16	372,72	34,05	298,21	381,49	28,89
6 meses.4	366,21	415,04	7,59	374,43	401,38	5,35	383,21	427,42	6,66
6 meses.5	495,56	673,75	14,01	462,56	616,15	9,53	493,96	633,05	11,76
8 meses.1	42,47	87,30	5,63	53,58	105,15	5,29	61,78	105,27	4,25
8 meses.2	248,08	270,06	4,53	254,28	278,35	5,19	257,27	287,84	5,35
8 meses.3	277,39	367,91	32,00	282,65	378,05	32,37	291,29	389,89	33,28
8 meses.4	370,49	405,84	6,39	380,63	434,35	7,45	391,62	417,88	6,03
8 meses.5	427,19	537,75	7,43	440,47	591,34	10,35	454,05	542,75	7,67
10 meses.1	43,14	84,26	5,56	54,19	87,76	6,09	54,78	108,47	6,65
10 meses.2	246,19	272,32	5,92	259,87	288,70	6,49	256,65	284,57	4,85
10 meses.3	276,61	369,57	33,54	291,28	379,92	31,31	287,15	390,66	36,01
10 meses.4	347,71	410,69	7,12	385,52	414,35	5,27	394,10	423,73	4,99

ET	10 (°C/min <sup>-1</sup> )			20 (°C/min <sup>-1</sup> )			40 (°C/min <sup>-1</sup> )		
	T onset	T end set	PM (%)	T onset	T end set	PM (%)	T onset	T end set	PM (%)
10 meses.5	434,25	561,90	8,34	426,34	587,24	12,51	432,78	552,16	14,60
10 meses.6	645,02	763,68	9,46	697,05	778,81	3,49	590,82	718,46	10,99
12 meses.1	45,69	77,97	5,14	52,01	101,09	5,36	59,95	118,35	6,54
12 meses.2	239,77	266,88	4,88	242,74	274,17	4,78	261,33	293,53	6,44
12 meses.3	270,32	362,84	33,36	278,05	372,77	33,46	296,97	396,15	35,34
12 meses.4	366,28	399,42	6,84	377,07	404,20	6,35	400,45	448,97	7,43
12 meses.5	483,76	551,32	7,04	411,64	556,54	13,36	484,60	586,37	8,91
12 meses.6	647,29	715,71	4,26	588,22	782,99	3,47	703,58	812,64	6,83

**Fonte:** Dados da pesquisa

As curvas térmicas diferenciais dos pós da droga vegetal de *S. obtusifolium* em diferentes tamanhos de partículas dos indivíduos jovens em diferentes estágios de desenvolvimento estão representadas na Figura 09. Foram observados a formação de dois picos exotérmicos principais, os quais encontram-se detalhados com as suas respectivas entalpias e temperatura na tabela 5.

**Figura 9.** Curvas da análise térmica diferencial de indivíduos jovens de *Sideroxylon obtusifolium* em diferentes estágios de desenvolvimento. 02m, 04m, 06m, 08m, 10m e 12m: 02, 04, 06, 08, 10 e 12 meses respectivamente



**Fonte:** Dados da pesquisa

**Tabela 5.** Descrição dos eventos observados na análise térmica diferencial dos indivíduos jovens de *Sideroxylon obtusifolium* em diferentes estágios de desenvolvimento

Idade	1 evento		2 evento	
	T °(C)	E (Kj/g)	T °(C)	E (Kj/g)
2 meses	322,92	1,37	452,46	2,58
4 meses	325,39	1,21	465,29	3,15
6 meses	324,88	1,57	473,58	4,29
8 meses	332,53	1,39	477,66	2,63
10 meses	329,76	1,68	470,90	3,72
12 meses	330,35	1,70	473,28	3,47

**Fonte:** Dados da pesquisa

Considerando todo o ciclo de desenvolvimento avaliado, os dados mostram que o primeiro evento de decomposição ocorreu entre 322,92 e 332,53 °C com entalpia de 1,21 a 1,68 kJ/g<sup>-1</sup>, são superiores aos valores encontrados para a parte aérea. Apesar do tamanho de

partícula dos indivíduos jovens apresentar grande contribuição volumétrica inferior a 149 µm, não foi observado semelhança aos resultados obtidos para o tamanho de partícula dos indivíduos adultos no menor tamanho de partícula que se caracterizou pela formação de um pico nas temperaturas entre 408,28-469,55 °C, não sendo possível a observação dessa formação nos indivíduos jovens, que caracterizaram-se apenas pela formação do segundo pico em temperaturas que variaram de 452,46 a 473,58 °C com elevados valores de entalpia, os quais variaram de 2,58 a 4,29 kJ/g<sup>-1</sup>. Para ambos os picos, as maiores entalpias foram registradas para os indivíduos aos 12, 10 e 6 meses.

Não existe na literatura a caracterização térmica de indivíduos jovens de espécies medicinais da Caatinga, que justifica-se pelo uso medicinal extrativista, principalmente da periderme do caule. Assim, os dados subsidiam para implementação de novos modelos para o uso sustentável de espécies medicinais através do seu cultivo, tendo em vista que mesmo jovens estes indivíduos apresentam constituintes químicos semelhantes aos indivíduos adultos.

### **3.4 Determinação da energia de ativação e entalpia de espécimes adultas e de indivíduos jovens de *Sideroxylon obtusifolium***

Os dados obtidos durante a avaliação do principal evento de degradação aplicando-se o modelo cinético de Ozawa permitiu observar de modo geral que a atmosfera de nitrogênio gerou maiores valores de energia de ativação em relação ao ar sintético. Observou-se dentro dos mesmos ambientes estudados variações importantes dos valores da energia de ativação. Com exceção da energia da parte aérea no maior tamanho de partícula que obteve média geral de 165,85 kJ/mol<sup>-1</sup>, os demais valores da parte aérea foram inferiores em relação a periderme do caule nas atmosferas de Nitrogênio e de ar sintético. As amostras dos diferentes espécimes não assumiram um padrão contínuo dentro das diferentes faixas granulométricas, entretanto observou-se diferenças significativas entre o maior e menor tamanho de partícula, onde esta última apresenta na maioria das amostras menor energia de ativação (Tabela 6).

**Tabela 6.** Energia de ativação para a degradação térmica do principal evento em amostras de *Sideroxylon obtusifolium*

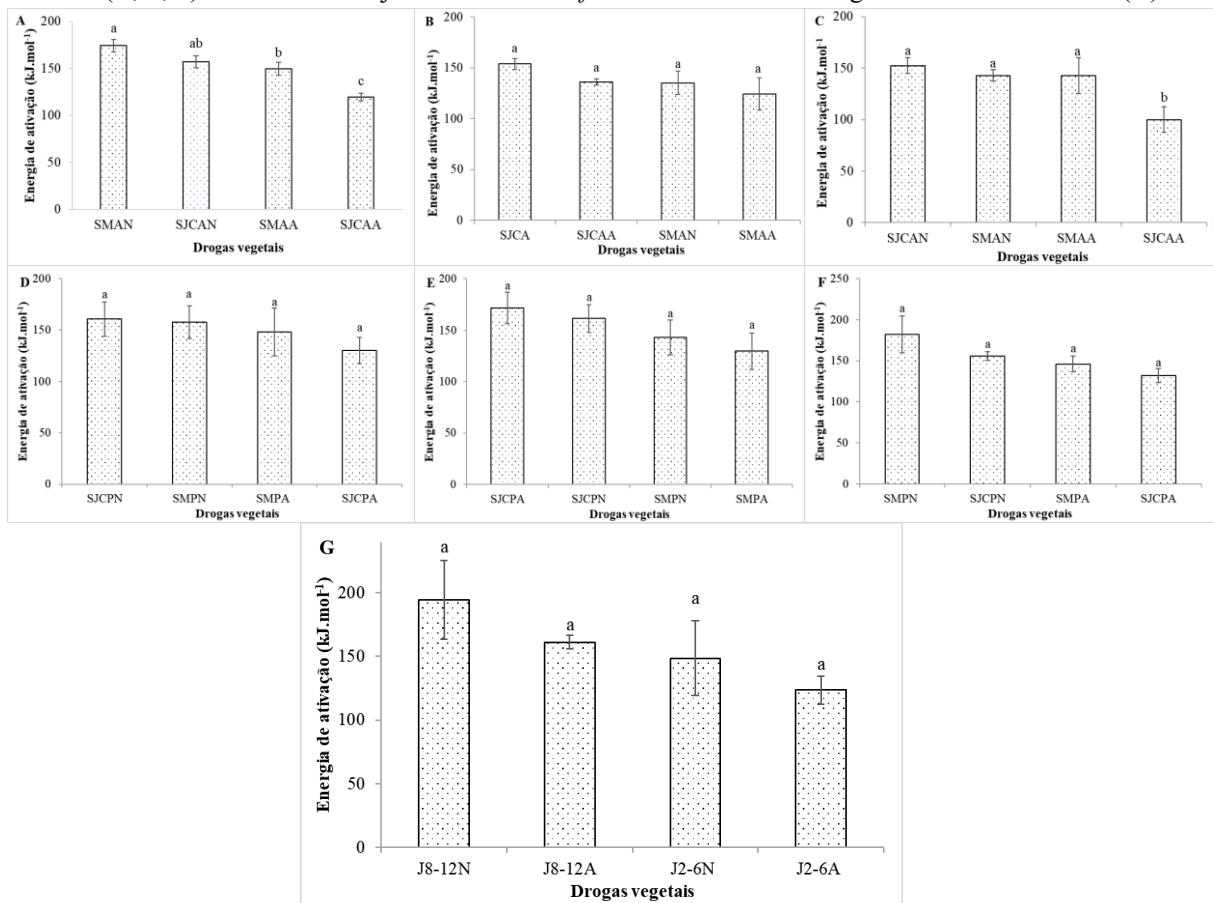
	Nitrogênio			Ar sintético		
	297-149 µm	148-74 µm	73-37 µm	297-149 µm	148-74 µm	73-37 µm
PAM1	178,27	143,60	130,10	141,16	126,26	152,02
PAM2	161,27	130,74	150,41	154,60	119,71	137,63
PAM3	183,63	131,15	148,18	152,99	126,81	138,23
PAM4	150,54	172,47	146,10	114,61	149,63	97,14
PAM5	170,09	152,59	129,75	124,22	110,76	113,57
PAM6	151,33	136,67	181,31	119,67	147,85	89,42
PCM1	133,95	166,67	216,63	137,94	103,92	160,33
PCM2	183,23	144,73	136,45	120,08	137,48	132,19
PCM3	155,69	117,97	193,14	186,53	147,73	145,92
PCM4	138,36	151,41	149,45	148,26	186,90	124,44
PCM5	152,85	186,63	153,00	115,91	186,59	139,31
PCM6	190,78	146,22	164,72	126,67	141,40	147,15
J 2 meses	--	--	137,29	--	--	111,21
J 4 meses	--	--	111,85	--	--	121,23
J 6 meses	--	--	196,83	--	--	138,11
J 8 meses	--	--	137,37	--	--	151,15
J 10 meses	--	--	257,23	--	--	167,60
J 12 meses	--	--	189,44	--	--	164,74

**Legenda:** PAM1-PAM3 e PCM1-PCM3: Parte aérea e Periderme do Caule de matrizes de Sumé; PAM4-PAM6 e PCM4-PCM6: Parte aérea e Periderme do Caule de matrizes de São João do Cariri; J: jovens

**Fonte:** Dados da pesquisa

A energia de ativação diferenciou as drogas vegetais da parte aérea dos espécimes de Sumé e São João do cariri nos tamanhos de partículas de 297-149 µm (Figura 10 A) e no tamanho 73-37 µm na atmosfera de ar sintético (Figura 10 C). Não foi possível diferir as drogas vegetais da periderme do caule nos diferentes tamanhos de partículas avaliados nas atmosferas de nitrogênio e de ar sintético (Figura 10 D-F), assim como os indivíduos jovens nas diferentes fases de desenvolvimento (Figura 10 G).

**Figura 10.** Energia de ativação em partículas de 247-149, 148-74 e 73-37 $\mu\text{m}$  da parte aérea (A, B, C), periderme do caule (D, E, F) e em indivíduos jovens de *S. obtusifolium* em diferentes estágios de desenvolvimento (G)



**Legenda:** Parte aérea de Sumé em atmosfera de nitrogênio (SMAN) e ar sintético (SMAA); Parte aérea de São João do Cariri em atmosfera de nitrogênio (SJCAN) ar sintético (SJCAA); Periderme do caule de Sumé em atmosfera de nitrogênio (SMPN) e ar sintético (SMPA); Periderme do caule de São João do Cariri em atmosfera de nitrogênio (SICPN) e ar sintético (SJCPA). 02m, 04m, 06m, 08m, 10m e 12m: 02, 04, 06, 08, 10 e 12 meses respectivamente

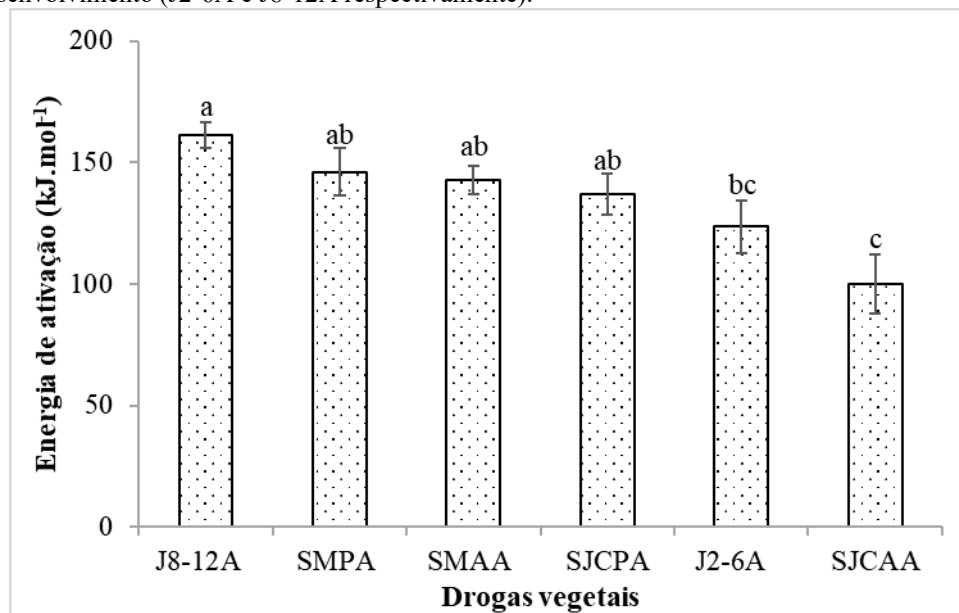
**Fonte:** Dados da pesquisa

Nos estudos cinéticos do estado sólido, a energia de ativação é definida como sendo o mínimo de energia necessária para a ocorrência de reações químicas (PAN *et al.*, 2015). Na termogravimetria, representa o somatório das energias envolvendo reações químicas e processos físicos (VALAPA; PUGAZHENTHI; KATIYAR, 2014). De modo geral as drogas vegetais com maiores tamanhos de partícula necessitaram de mais energia para a promoção dos eventos relacionados à sua decomposição térmica (CORREIA *et al.*, 2016; CUINICA *et al.*, 2018; GUIMARÃES *et al.*, 2018; ANDRADE *et al.*, 2019). De acordo com Brandão *et al.*, (2016) a complexidade da planta matriz pode induzir mudanças nos parâmetros cinéticos para os diferentes tamanhos de partícula, dependendo das características intrínsecas do material vegetal.

Ao comparar a energia de ativação da principal etapa de decomposição na atmosfera de ar sintético da parte aérea, periderme do caule e indivíduos jovens observou-se que os

indivíduos jovens de 8 a 12 meses possuem a maior energia ( $161,3 \text{ kJ.mol}^{-1}$ ), diferindo significativamente das drogas vegetais dos indivíduos de 2 a 6 meses e dos espécimes de São João do Cariri que obtiveram a menor energia ( $123,5$  e  $100,04 \text{ kJ.mol}^{-1}$  respectivamente). A energia de ativação dos indivíduos de 8 a 12 meses e da parte aérea de Sumé e da periderme do caule de Sumé e São João do cariri foram estatisticamente iguais (Figura 11).

**Figura 11.** Energia de ativação na atmosfera de ar sintético da parte aérea e periderme do caule de Sumé (SMAA e SMPA), São João do Cariri (SJCAA e SJCPA) e de indivíduos jovens de *Sideroxylon obtusifolium* dos 2- 6 e 8-12 meses de desenvolvimento (J2-6A e J8-12A respectivamente).



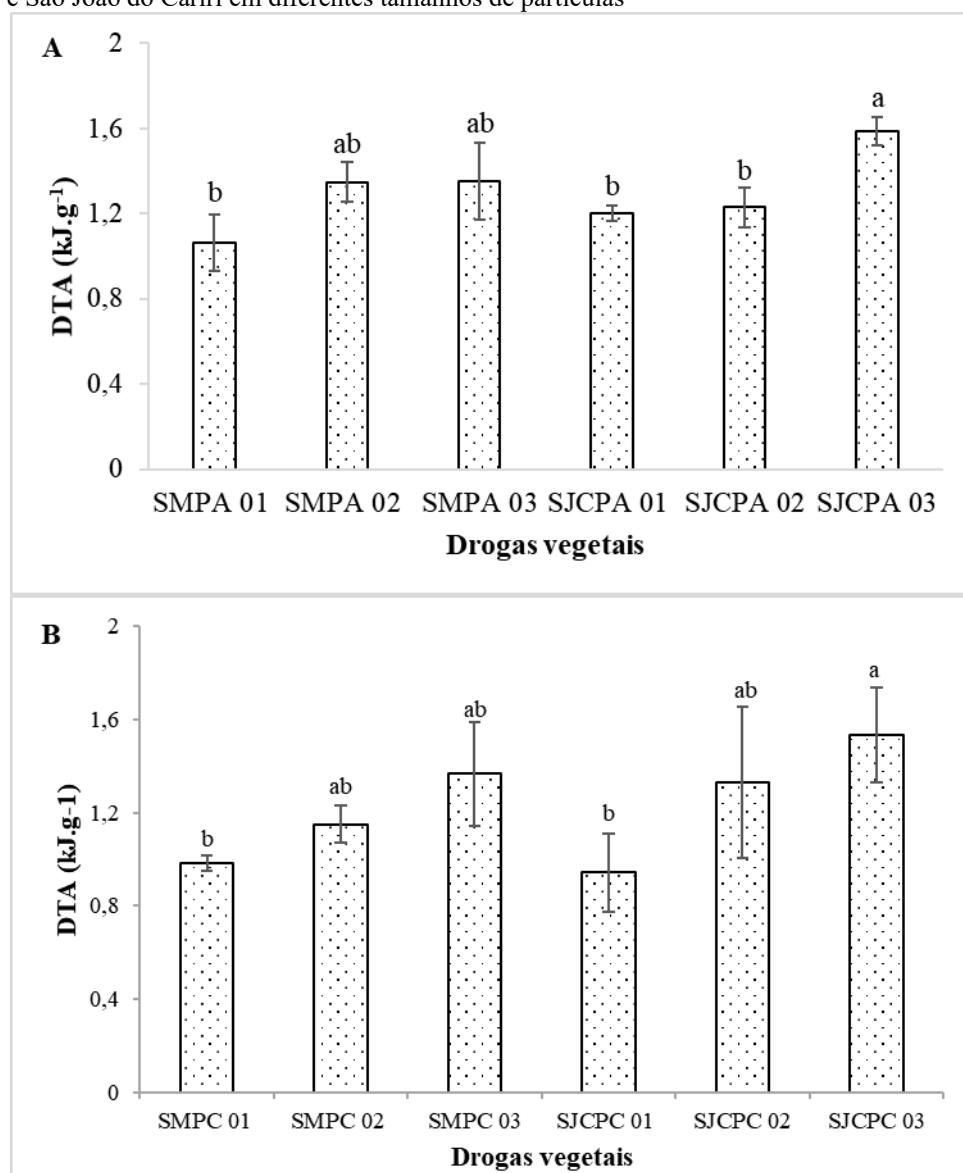
**Fonte:** Dados da pesquisa

A energia de ativação apresentou variação entre  $141$  e  $207 \text{ kJ.mol}^{-1}$  para amostras cultivadas e  $122$  e  $131 \text{ kJ.mol}^{-1}$  para amostras silvestres de *Codonopsis pilosula* (Franch.) Nannf. de diferentes origens na China (WANG *et al.*, 2013). O perfil termogravimétrico, bem como a energia de ativação têm sido comumente usados para caracterizar materiais de partes vegetativas e reprodutivas de plantas para fins medicinais (WESOŁOWSKI, KONIECZYŃSKI, 2003; BRANDÃO *et al.*, 2016). A matéria-prima de fármacos vegetais provenientes de frutas e folhas de *Momordica charantia* L. foi diferenciada pela energia de ativação, apresentando diferentes constituintes nas etapas de degradação (BRANDÃO *et al.*, 2016). Folhas e flores da mesma planta de uma variedade de espécies foram caracterizadas por uma composição elementar e um curso semelhante de sua decomposição térmica, tendo muitas correlações significativas em sua maior parte (WESOŁOWSKI; KONIECZYŃSKI, 2003).

Relacionado a entalpia da parte aérea e periderme do caule nos diferentes tamanhos de partículas, observou-se menores valores para o maior tamanho de partícula da periderme do

caule. Os espécimes de Sumé da parte aérea caracterizam-se por entalpia de  $1,06 \text{ kJ.g}^{-1}$  e São João do Cariri por  $1,20 \text{ kJ.g}^{-1}$  no maior tamanho de partícula. O menor tamanho de partícula apresentou maior entalpia, caracterizando os espécimes de São João do Cariri ( $SJC03 = 1,58 \text{ kJ.g}^{-1}$ ) e Sumé ( $SM03 = 1,35 \text{ kJ.g}^{-1}$ ) como diferentes. O mesmo ocorreu para a periderme do caule, na qual foi registrado valor de entalpia de  $1,53 \text{ kJ.g}^{-1}$  para os espécimes de São João do Cariri no menor tamanho de partícula que diferiram estatisticamente do maior tamanho de partícula em ambos municípios (Figura 12).

**Figura 12.** Entalpia da principal etapa de decomposição (primeira etapa) da parte aérea (A) e periderme do caule (B) de Sumé e São João do Cariri em diferentes tamanhos de partículas



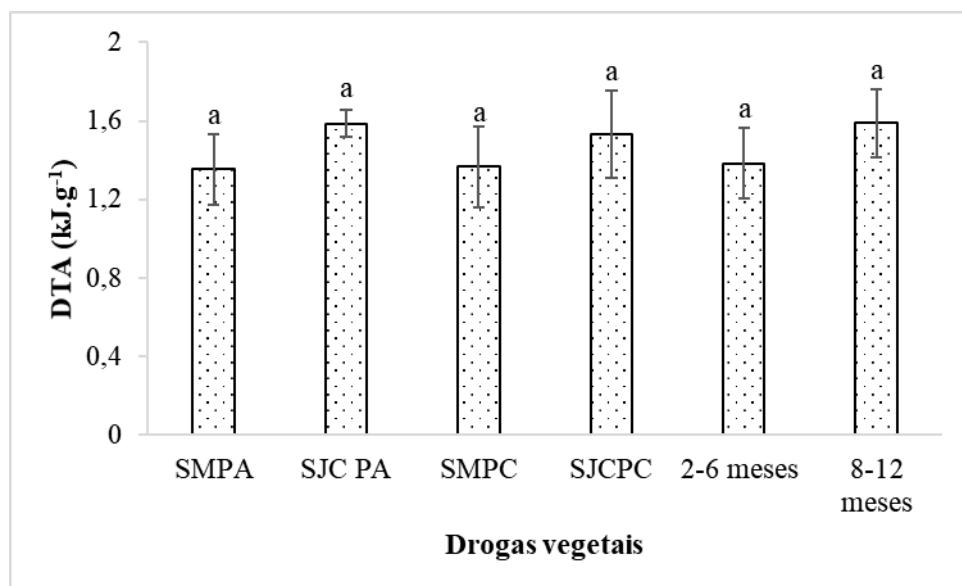
**Legenda:** SMPA Parte aérea de Sumé; SMPC: Periderme do caule de Sumé; SJCPC Parte aérea de São João do Cariri; SJCPG: Periderme do caule de São João do Cariri; 01, 02 e 03: Tamanhos de partícula 297-149, 148-74 e 73-37  $\mu\text{m}$  respectivamente.

**Fonte:** Dados da pesquisa

As diferenças do comportamento térmico observado entre as amostras de diferentes tamanhos de partículas sugerem que o menor tamanho de partícula das amostras de São João do cariri, bem como o tamanho intermediário e menor de Sumé apresentam mais constituintes químicos, fato observado no aparecimento de mais um evento térmico e pelos valores de entalpia. Guimarães *et al.* (2018) observou em pós das drogas vegetais de *Poincianella pyramidalis* que a principal etapa de degradação apresentou aumento da entalpia com a diminuição do tamanho de partícula, assim como Correia *et al.* (2016) observou para drogas vegetais das folhas de *S. obtusifolium*.

Os dados da entalpia não conseguiram diferenciar as amostras das drogas vegetais de Sumé, São João do Cariri e dos indivíduos jovens avaliados no mesmo tamanho de partícula. Entretanto, vale ressaltar que os valores de entalpia dos indivíduos jovens mais desenvolvidos (8-12 meses) se aproximaram mais dos espécimes de São João do Cariri (Figura 13), fato que pode ser justificado por se tratar de serem descendentes destes espécimes.

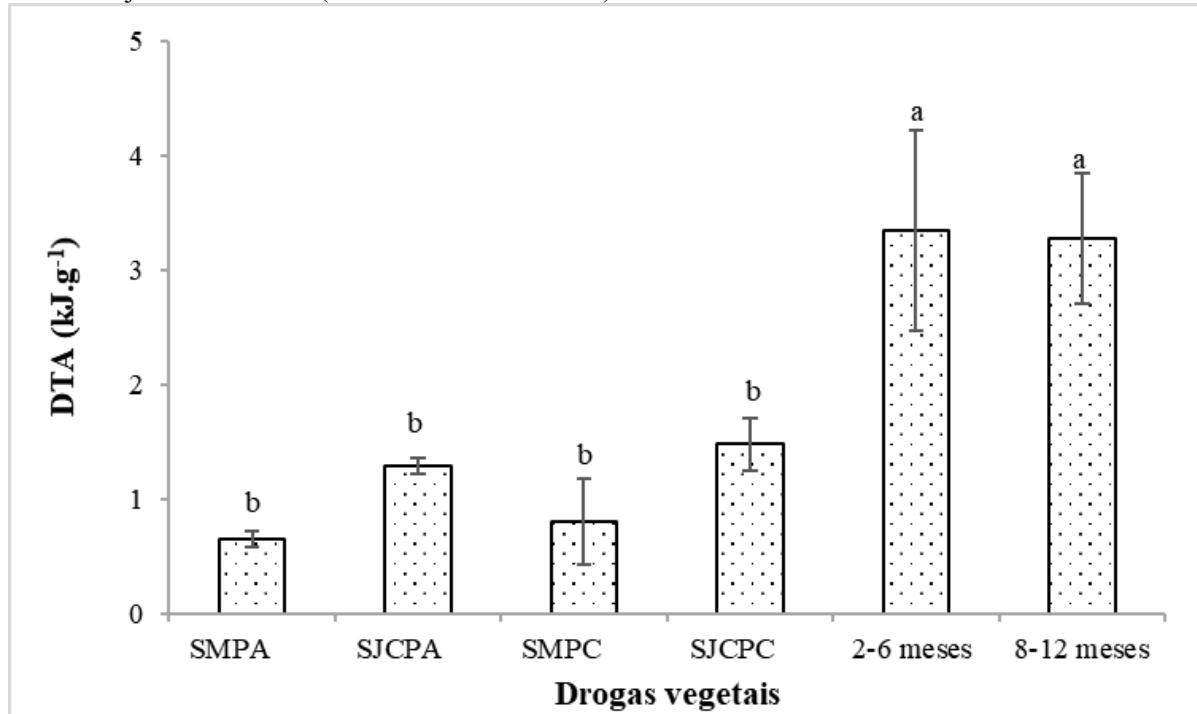
**Figura 13.** Entalpia da principal etapa de decomposição (primeira etapa) da parte aérea de São João do Cariri (SJC), Sumé (SM) e de indivíduos jovens cultivados (2-6 meses e 8-12 meses).



**Fonte:** Dados da pesquisa

Ao comparar a entalpia das diferentes drogas vegetais no maior evento comum a todas as amostras que ocorreu na faixa de temperatura de 487,27°C para os espécimes de Sumé, 463,77 °C para os espécimes de São João do cariri e 473,94 °C para os espécimes jovens cultivados, observa que é possível diferenciar as espécimes adultas das espécimes jovens, na qual estas apresentam elevado valor de entalpia (3,27-3,34 kJ.g<sup>-1</sup>). Entretanto, não foi possível diferenciar a parte aérea e periderme do caule nos diferentes ambientes (Figura 14).

**Figura 14.** Entalpia da maior etapa de decomposição da parte aérea de São João do Cariri (SJC), Sumé (SM) e de indivíduos jovens cultivados (J2-6 meses e J8-12 meses)



Fonte: Dados da pesquisa

Valores aproximados as temperaturas de 450 a 490°C tem se mostrado com uma faixa adequada na diferenciação de drogas vegetais, principalmente. A diferenciação de entalpia de drogas em diferentes faixas granulométricas ocorreu para *Ziziphus joazeiro* Mart. *P. pyramidallis* e *S. obtusifolium*, *Annona muricata* L. (CORREIA *et al.*, 2016; GUIMARÃES *et al.*, 2018; ANDRADE *et al.*, 2019). Sendo, portanto, uma faixa de temperatura importante dentro da análise térmica diferencial considerando as condições de estudo trabalhadas.

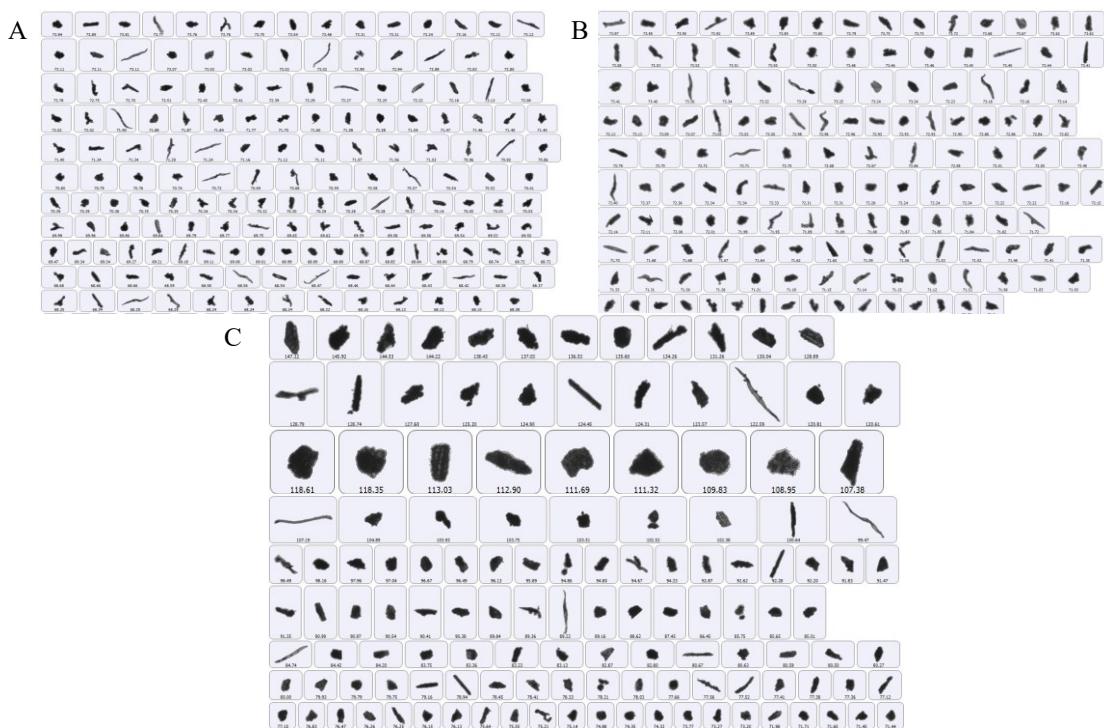
### 3.5 Caracterização morfológica dos diferentes tamanhos de partículas das drogas vegetais de *Sideroxylon obtusifolium*

A análise automatizada de imagens realizada pelo equipamento Morphologi G3 (Malvern Instruments), baseia-se na captura de imagens bidimensionais de partículas tridimensionais, sendo possível determinar parâmetros relacionados à sua forma e tamanho, sendo esta última realizada por meio da conversão da área em diâmetro equivalente em circunferência. Foram submetidas a análise, os pós das drogas vegetais da parte aérea e periderme do caule submetidos a tamisação de malha equivalente a 297-149 µm, 148-74 µm e 73-37 µm e dos indivíduos jovens em malha <297 µm.

A análise morfológica por meio desta metodologia consiste em um método preciso e reproduzível que permite a análise individual de até 500.000 partículas em uma única medição

(ULUSOY; KURSUN, 2011), sendo, portanto, uma importante ferramenta na caracterização de drogas vegetais. Foram analisadas 115.818 partículas da parte aérea e 165.519 da periderme do caule das amostras de Sumé. Foram caracterizadas 127.747 partículas da parte aérea e 191.501 da periderme do caule das amostras de São João do Cariri. A droga vegetal dos indivíduos jovens também foi caracterizada, sendo avaliadas 427.183 partículas. Por meio da análise morfológica, foi confirmada a diversidade de formas e tamanhos das partículas, demonstrando a heterogeneidade das amostras (Figuras 01).

**Figura 15.** Imagem geral das partículas de drogas vegetais da parte aérea (A), periderme do caule (B) e de indivíduos jovens (C) de *Sideroxylon obtusifolium*

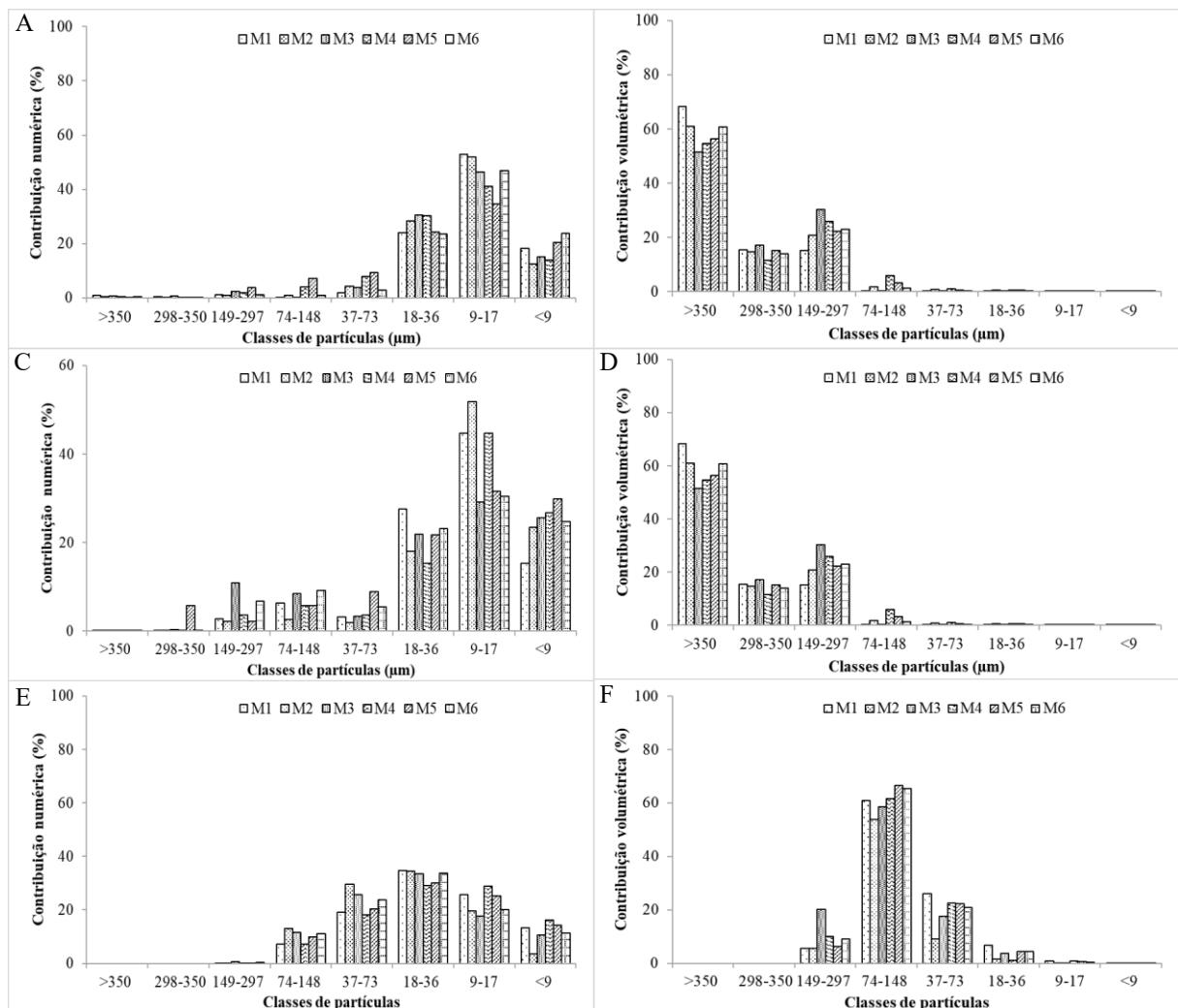


**Fonte:** dados da pesquisa

Considerando os três diâmetros da malha dos tamises, os pós vegetais foram classificados em três grupos (149-297, 148-74 e 73-37  $\mu\text{m}$ ), a partir dos quais realizou-se classificações morfológicas quanto à sua contribuição em número e volume para a totalidade da alíquota analisada. Para partículas de 149-297  $\mu\text{m}$  da parte aérea a maior contribuição numérica ocorreu na classe de 9-17  $\mu\text{m}$  para todas as espécimes com variação de 34,73 a 52,95%, enquanto a maior contribuição volumétrica ocorreu na classe >350  $\mu\text{m}$  com valores que variaram de 51,5-68,38%. O grupo de 148-74  $\mu\text{m}$  também apresentou maior contribuição numérica na classe de 9-17  $\mu\text{m}$  (30,38-51,84%) e maior representação volumétrica nas classes de >350  $\mu\text{m}$  (51,00-70,31%). A granulometria referente a 73-37  $\mu\text{m}$  apresentou maior

contribuição numérica na classe de 18-36 µm (29,19-34,83%), todos os espécimes contribuíram com volume que variou de 53,76-66,54% na classe de 74-148 µm (Figura 16).

**Figura 16.** Contribuição numérica e volumétrica dos diferentes tamanhos de partículas da droga vegetal da parte aérea de *Sideroxylon obtusifolium*. 149-297 µm (A, B), 148-74 µm (C, D) e 73-37 µm (E, F)



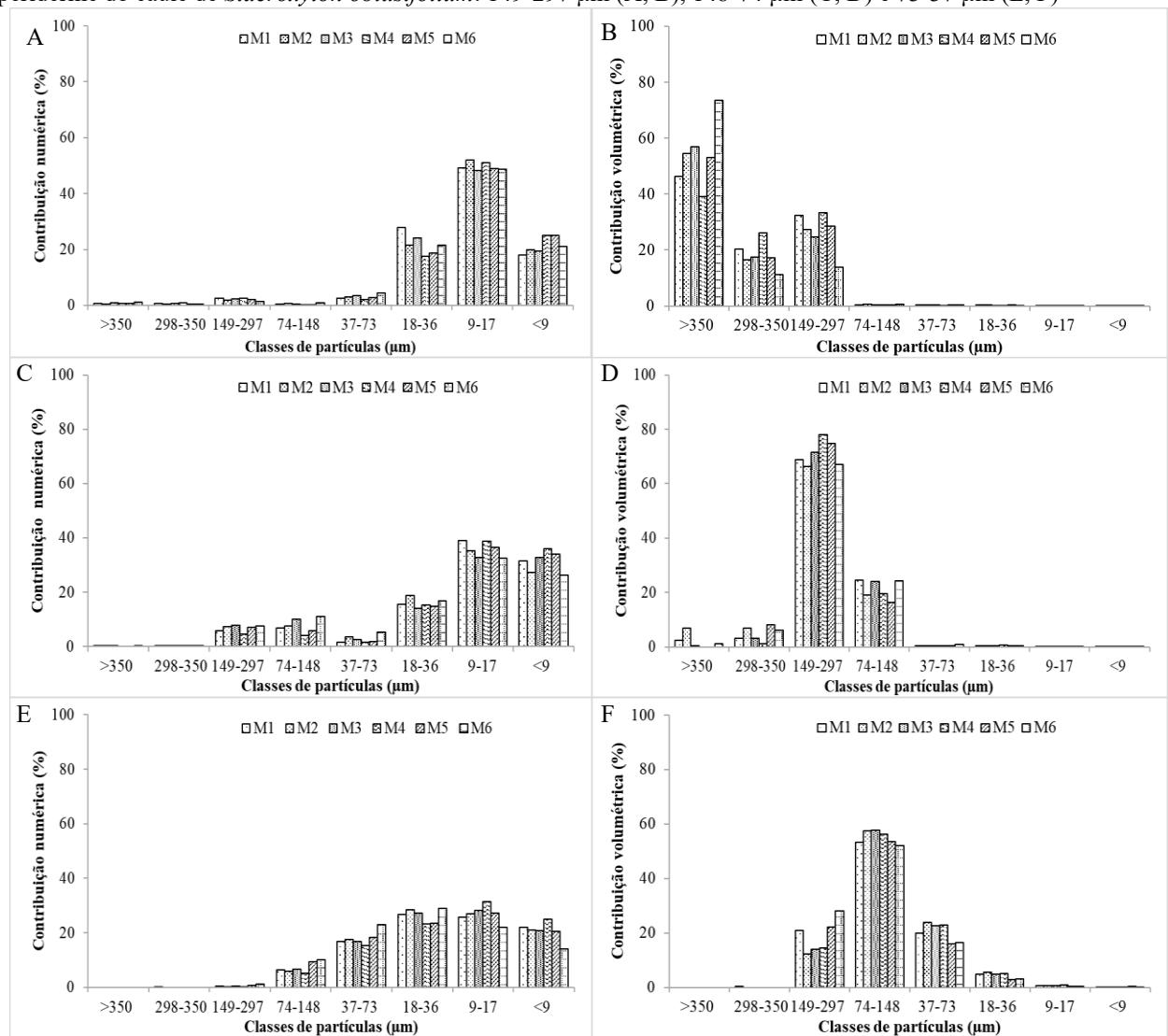
**Fonte:** Dados da pesquisa

Avaliando a morfologia de folhas de *S. obtusifolium*, Correia *et al.* (2016) observaram que o processo de moagem de folhas de plantas produz partículas de tamanhos diferentes nos planos longitudinais e transversais, favorecendo a passagem de partículas maiores do que o tamanho aparente dos poros de peneira, sendo extremamente importante considerar o volume da partícula e não apenas as dimensões longitudinais e transversais para obtenção de tamanhos de partículas uniformes.

As classes de maior contribuição numérica e volumétrica para a periderme do caule foram as mesmas para a parte aérea, obtendo-se variação na contribuição numérica e

volumétrica de 49,00-52,46% e 39,29-73,57% respectivamente na classe de 9-17 e >350  $\mu\text{m}$  respectivamente no grupo 297-149  $\mu\text{m}$ . Estas mesmas classes apresentaram representação numérica e volumétrica de 32,53-39,00% e 66,40-74,83% respectivamente no grupo 148-74  $\mu\text{m}$ . O grupo 73-37  $\mu\text{m}$  caracterizou as amostras com contribuição numérica de 22,05-31,40% e contribuição volumétrica de 52,05-57,85% nas classes de 18-36 e 74-148  $\mu\text{m}$  respectivamente (Figura 17).

**Figura 17.** Contribuição numérica e volumétrica dos diferentes tamanhos de partículas da droga vegetal da periderme do caule de *Sideroxylon obtusifolium*. 149-297  $\mu\text{m}$  (A, B), 148-74  $\mu\text{m}$  (C, D) e 73-37  $\mu\text{m}$  (E, F)

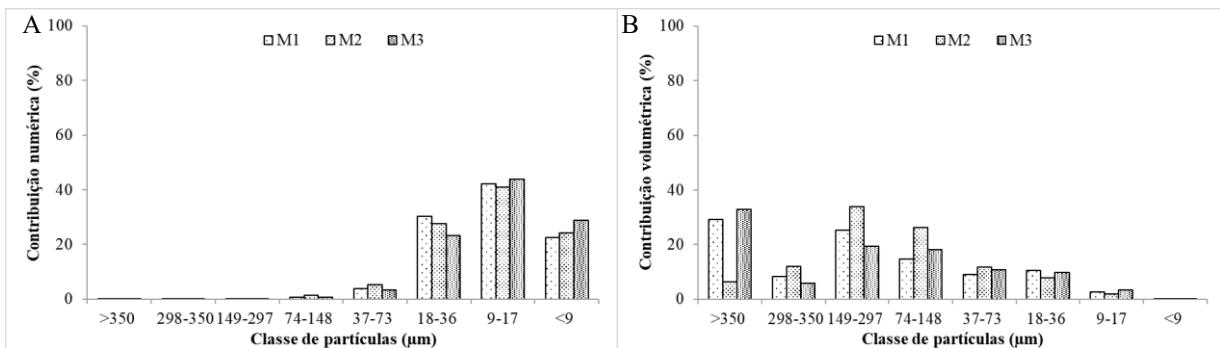


**Fonte:** dados da pesquisa

Os pós dos indivíduos jovens se mostraram menos uniformes quando comparados aos pós da droga vegetal dos indivíduos adultos, apresentando maior contribuição numérica na classe de 9-17  $\mu\text{m}$  (40,99-43,81%) e maior contribuição volumétrica na classe de 149-297  $\mu\text{m}$

(18,07-35,02%). A maior heterogeneidade dos pós dos indivíduos jovens deve-se em função do material ter sido tamisado apenas no tamis <297 µm (Figura 18).

**Figura 18.** Contribuição numérica (A) e volumétrica (B) da droga vegetal de indivíduos jovens de *Sideroxylon obtusifolium*



**Fonte:** Dados da pesquisa

Ao considerar que a droga vegetal dos indivíduos jovens foi processada apenas no tamis de malha <297 µm, observa-se que o material possui uniformidade considerável ao comparar com as drogas vegetais que foram processadas por classes. Esse fato justifica-se por se tratar de plantas cultivadas em condições padronizadas com a mesma idade, diferentemente dos espécimes adultas que possuem características distintas, as quais interferem na constituição do material, sendo necessário tratamentos distintos no processo de moagem para cada espécime.

A forma e o volume das partículas dos pós vegetais se mostram como aspectos importantes a serem considerados durante a determinação do tamanho de partícula de uma amostra de natureza estrutural complexa como as drogas vegetais (GUIMARÃES *et al.*, 2018). A heterogeneidade nos tamanhos e formas das partículas demonstraram que o método de processamento da droga vegetal proposto (moagem) apresenta limitação quanto à obtenção de pós com partículas uniformes, esta mesma limitação foi observada por Correia *et al.* (2016).

O tamanho da partícula influencia diretamente no processo de extração por estar relacionado diretamente com a área superficial e, portanto, com o grau de interação da partícula com o solvente extrator, aumentando a solubilidade e fluidez da amostra, propriedades importantes para aplicações industriais na produção de fitoterápicos (SIMÕES *et al.*, 2010).

A superfície de contato influencia na velocidade de reação química de decomposição; partículas menores com maior área superficial têm diferentes velocidades de reação de decomposição térmica quando comparadas de áreas de superfície menores. A caracterização de drogas vegetais é portanto, um importante elemento para se obter um derivado vegetal e/ou produto fitoterápico de qualidade, sendo a distribuição granulométrica dos pós das drogas

vegetais fundamental nessa caracterização, visando a sua padronização e qualidade (CORREIA *et al.*, 2016).

### 3.6 Caracterização farmacopeica

Parâmetros farmacopeicos como umidade e cinzas para os pós das drogas vegetais e pH, densidade e resíduo seco para os extratos para parte aérea e periderme do caule de *S. obtusifolium* encontram-se descritos na tabela 7.

**Tabela 7.** Caracterização farmacopeica dos pós da droga vegetal e dos extratos fluido e seco da parte aérea e periderme do caule de *Sideroxylon obtusifolium*

Matriz	Local	Umidade (%)	pH	Densidade (%)	Resíduo seco (%)	Cinzas (%)	Material estranho (%)
Droga parte aérea adultos	Sumé	7,442±0,4	---	---	---	3,71±0,6	0,00
	São João do Cariri	7,42±0,6	---	---	---	3,65±0,8	0,00
Droga periderme do caule adultos	Sumé	5,82 ±0,5	---	---	---	7,19±0,5	0,00
	São João do Cariri	5,83 ±0,8	---	---	---	6,87±0,6	0,00
Droga parte aérea jovens		7,44±0,6	---	---	---	3,50±0,4	0,00
Extrato parte aérea adultos	Sumé	---	5,39±0,6	0,94 ±0,3	6,93 ±0,8	---	---
	São João do Cariri	---	5,40±0,4	0,94 ±0,5	6,92 ±0,9	---	---
Extrato periderme do caule adultos	Sumé	---	6,16±0,4	0,94 ±0,2	5,07 ±0,7	---	---
	São João do Cariri	---	6,16±0,3	0,93 ±0,3	5,05 ±0,6	---	---
Extrato fluido parte aérea dos jovens	---	---	6,41±0,2	0,94 ±0,3	6,94 ±0,7	---	---
Extrato seco parte aérea dos jovens	---	---	6,29±0,3	0,92 ±0,2	1,43 ±0,5	---	---

**Fonte:** dados da pesquisa

Considerando a matéria prima da mesma parte da planta, os valores de umidade, pH, densidade, resíduo seco e cinzas foram muito semelhantes para os espécimes adultos das duas áreas avaliadas e para os espécimes cultivados. A caracterização dos indivíduos jovens

assemelha-se a parte aérea dos indivíduos adultos, com exceção apenas para o pH dos indivíduos jovens que se assemelhou a periderme do caule dos indivíduos adultos. O resíduo seco do extrato macerado para preparação do extrato seco nebulizado diferiu dos demais extratos. Não foi detectado material estranho nas drogas vegetais avaliadas.

O valor de pH do extrato da droga vegetal sugere a presença de substâncias ácidas principalmente na parte aérea. A caracterização de parâmetros físico-químicos são fundamentais para o controle de qualidade de drogas vegetais, por fornecer informações como verificação da presença de impurezas de origem orgânica, inorgânica, voláteis e não voláteis, dá suporte com referência ao armazenamento da droga vegetal, ao tempo ideal de secagem, evitando a perda de compostos por secagem excessiva (BRASIL, 2000; SONAGLIO *et al.*, 2003; MICHELIN *et al.*, 2009).

#### 4. CONCLUSÃO

As técnicas termoanalíticas empregadas se mostraram capazes de traçar perfis característicos das drogas vegetais. A energia de ativação e entalpia permitiu diferenciar diferentes drogas vegetais de *S. obtusifolium*, fornecendo parâmetros que podem ser utilizados para comprovação da integridade e diferenciação entre indivíduos jovens e adultos, bem como a parte aérea e periderme do caule dos indivíduos adultos.

A análise morfológica demonstrou alta heterogeneidade das partículas das drogas vegetais, evidenciando limitação no processamento de moagem e tamisação. A separação das frações granulométricas dos pós permitiu que as mesmas fossem devidamente caracterizadas.

A distribuição dos tamanhos das partículas de espécimes de diferentes ambientes, incluindo as diferentes partes vegetativas de indivíduos adultos e indivíduos jovens são parâmetros que devem ser considerados dentro do controle de qualidade das drogas vegetais dado a sua diferenciação.

## REFERÊNCIAS

- AMUTIO, M. M. *et al.* Biomass oxidative flash pyrolysis: autothermal operation, yields and product properties. **Energy Fuels**, v. 2, n. 26, p. 1353-1362, 2012.
- ANDRADE, F. H. D. *et al.* Thermal characterization and microbiology assay of *Annona muricata* L. leaves. **Journal of Thermal Analysis and Calorimetry**, v. 138, n. 5, p. 3737-3745, 2019.
- BRANDÃO, D. O. *et al.* Model analytical development for physical, chemical, and biological characterization of *Momordica charantia* vegetable drug. **J Anal Methods Chem.** v. 1, p. 1-15, 2016.
- CASIMIRO, M. H. *et al.* Análise calorimétrica aplicada a polímeros biológicos. **Parte I: Fundamentos teóricos.** **Bol-Soc Port Quím**, v. 98, p. 29-36, 2005.
- CORREIA, L. P. *et al.* Characterization of herbal medicine with different particle sizes using pyrolysis GC/MS, SEM, and thermal techniques. **Journal of Thermal Analysis and Calorimetry**, n. 111, p. 1691– 1698, 2013.
- CORREIA, L. P. *et al.* Herbal medicine physical quality evaluation by thermal analysis using adapted Ozawa method. **Journal of Thermal Analysis and Calorimetry**, v. 122, p. 207–214, 2016.
- COSTA, R. S. *et al.* Investigation of thermal behavior of *Heliotropium indicum* L. lyophilized extract by TG and DSC. **Journal of Thermal Analysis and Calorimetry**. v. 111, n. 3, p. 1959-1964, 2013.
- CUINICA L. G; MACÊDO R. O. Thermoanalytical characterization of plant drug and extract of *Urtica dioica* L. and kinetic parameters analysis. **Journal of Thermal Analysis and Calorimetry**, v. 133, n. 1, p. 591-602, 2018.
- ESHEL, G. *et al.* Critical Evaluation of the Use of Laser Diffraction for Particle-Size Distribution Analysis. **Soil Science Society of America Journal**, v. 68, n. 3, p. 736–743, 2004.

FLORES A. J. J.; QUIÑONES R. J. G. Estudio de cinética en procesos termogravimétricos de materiales lignocelulósicos. **Maderas. Ciencia y Tecnología**. v. 20, n. 2, p. 221-238, 2018.

GIRON D. Thermal-analysis and calorimetric methods in the characterization of polymorphs and solvates. **Thermochim Acta**, v. 48, p.1-59, 1995.

GUIMARÃES, G. P. *et al.* Thermoanalytical characterization of herbal drugs from *Poincianella pyramidalis* in different particle sizes. **Journal of Thermal Analysis and Calorimetry**, v. 131, n. 1, p. 661-670, 2018.

HOLANDA NETO, M. A. **Aplicação da termogravimetria e análise térmica diferencial de uma droga vegetal.** 28fl. 2013. Monografia (graduação em Ciências farmacêuticas) Universidade Estadual da Paraíba. 2013.

KANG, B. *et al.* Simultaneous thermogravimetry and differential thermal analysis for comparing burning characteristics between oleaginous and non-oleaginous microorganisms. **Thermochimica Acta**, v. 517, n. 1–2, p. 115–120, 2011.

PAN, L. *et al.* A TGA/DTA-MS investigation to the influence of process conditions on the pyrolysis of Jimsar oil shale. **Energy**, v. 86, p. 749–757, 2015.

SANTOS, R. L. **Caracterização tecnológica, físico-química, impressão digital e comportamento biológico de drogas vegetais obtidas de *Mimosa ophthalmocentra* Mart. ex Benth. e *Abelmoschus esculentus* Linn.** 99 fl. 2018. Tese (Doutorado em Ciências Farmacêuticas ) Universidade Federal do Pernambuco. 2018.

SIMÕES, C.M.O. *et al.* **Farmagnosia da planta ao medicamento.** 6. ed. Porto Alegre: UFRGS, 2010.

ULUSOY, U.; KURSUN, I. Comparison of different 2D image analysis measurement techniques for the shape of talc particles produced by different media milling. **Minerals Engineering**, v. 24, n. 2, p. 91–97, 2011.

VALAPA, R.; PUGAZHENTHI, G.; KATIYAR, V. Thermal degradation kinetics of sucrose palmitate reinforced poly(lactic acid) biocomposites. **International journal of biological macromolecules**, v. 65, p. 275–83, 2014.

WANG Y. *et al.* Characteristics and kinetics analysis of *Codonopsis pilosula* pyrolysis. **Journal of Thermal Analysis and Calorimetry**, 111, n. 3, p. 1939-1945, 2013.

WENDLANDT, W. W.; **Thermal Analysis**, Wiley: New York, 1986.

WESOŁOWSKI, M; KONIECZYŃSKI, P. Thermal decomposition and elemental composition of medicinal plant materials—leaves and flowers: principal component analysis of the results. **Thermochimica acta**, v. 397, n. 1-2, p. 171-180, 2003.

## *CAPÍTULO IV*

**Validação Analítica de Taninos e Flavonoides da Parte Aérea e Periderme  
do caule de *Sideroxylon obtusifolium* (Roem. & Schult.) T.D.Penn.**

## Validação Analítica de Taninos e Flavonoides da Parte Aérea e Periderme do caule de *Sideroxylon obtusifolium* (Roem. & Schult.) T.D.Penn.

**RESUMO:** A complexidade das matrizes vegetais requer a padronização dos processos de desenvolvimento de métodos analíticos, bem como dos métodos adequados de validação que garanta o controle de qualidade de drogas vegetais. Objetivou-se com este trabalho desenvolver e validar uma metodologia analítica para determinação do teor de taninos e flavonoides no extrato da parte aérea e periderme do caule de *Sideroxylon obtusifolium* (Roem. & Schult.) T.D.Penn. A matéria prima para formulação da droga vegetal foi coletada no Município de Sumé e de São João do Cariri no Semiárido paraibano. O material foi seco a 42 °C até massa constante, pulverizado e classificado em partículas de tamanho 297-149  $\mu\text{m}$ . Foram desenvolvidos e validados, métodos para quantificação de taninos e flavonoides em drogas vegetais de espécimes adultos de Sumé e co-validados em drogas vegetais de espécimes adultos de São João do cariri e de jovens nos extratos fluidos e secos nebulizados. Os extratos fluídos foram formulados a 3% em solução hidroalcóolica 50% por agitação mecânica durante 10 minutos. O extrato seco foi formulado a 10% por maceração com agitação semi-intensiva. Foi utilizado como padrão a catequina e queracetina para determinação de taninos e flavonoides respectivamente. O teor de taninos foi avaliado através da reação dos extratos com Vanilina:HCL e o teor de flavonoides pela reação de cloreto de alumínio. As leituras de ambas as soluções foram realizadas em espectrofotômetro ultravioleta visível. O método foi avaliado quanto a seletividade, linearidade, limites de detecção e quantificação, precisão, efeito matriz, exatidão/recuperação e robustez. As drogas vegetais foram avaliadas quanto ao teor de material estranho, umidade, cinzas, pH, densidade e resíduo seco. O método desenvolvido mostrou-se seletivo, com linearidade caracterizada pelo coeficiente de determinação superior a 0,991 e limite mínimo detectável e quantificado dentro da faixa de trabalho. O coeficiente angular das drogas vegetais foi estatisticamente igual ao coeficiente da droga com adição de padrão, mostrando não haver interferência da matriz para nenhum dos marcadores. A recuperação para taninos variou de 92,60 a 93,96% na parte aérea e 108,05 a 108,84% na periderme do caule. Para flavonoides a recuperação variou de 99,53 a 101,36% na parte aérea e 98,30 a 99,27% na periderme do caule. As variações de concentrações e marcas de reagentes, tempo de reação e exposição a luminosidade, não alteraram as concentrações de taninos e flavonoides significativamente. O método desenvolvido na validação parcial para os extratos fluido e seco também foi preciso, exato e linear. O método mostra-se portanto, confiável, garantindo o controle de qualidade de drogas vegetais da espécie estudada no que se refere aos parâmetros avaliados.

**Palavras-chave:** Controle de qualidade, Drogas vegetais, Espectrofotometria, Marcadores químicos

## **Analytical Validation of Tannins and Flavonoids from the Aerial and Periderm of the Stem of *Sideroxylon obtusifolium* (Roem. & Schult.) T.D.Penn.**

**ABSTRACT:** The complexity of plant matrices requires the standardization of processes for the development of analytical methods, as well as the appropriate validation methods that guarantee the quality control of plant drugs. The objective of this work was to develop and validate an analytical methodology to determine the content of tannins and flavonoids in the extract of the aerial part and periderm of the stem of *Sideroxylon obtusifolium* (Roem. & Schult.) T.D.Penn. The raw material for the formulation of the vegetable drug was collected in the municipality of Sumé and São João do Cariri in the semiarid region of Paraíba. Methods for the quantification of tannins and flavonoids in plant drugs from adult specimens from Sumé were developed and validated. These methods were co-validated in plant drugs from adult and young specimens from São João do Cariri, using fluid and dry nebulized extracts. The fluid extracts were formulated at 3% in 50% hydroalcoholic solution by mechanical agitation for 10 minutes. The dry extract was formulated at 10% by maceration with semi-intensive agitation. The tannin content was evaluated by the reaction of extracts with Vanillin:HCL and the flavonoid content by the aluminum chloride reaction. The readings of both solutions were carried out in an ultraviolet visible spectrophotometer. The method was evaluated for selectivity, linearity, detection and quantification limits, precision, matrix effect, accuracy/recovery and robustness. The plant drugs and extracts were evaluated for the content of foreign material, moisture, ash, pH, density and dry residue. Catechin and quercetin were used as standard for the determination of tannins and flavonoids, respectively. The developed method proved to be selective, with linearity characterized by a correlation coefficient greater than 0.991, a minimum detectable and quantified limit within the working range. The angular coefficient of the plant drugs was statistically equal to the drug coefficient with the addition of a standard, showing that there was no matrix interference for any of the markers. Recovery for tannins ranged from 92.60 to 93.96% in shoots and 108.05 to 108.84% in stem periderm, for flavonoids recovery ranged from 99.53 to 101.36% in shoots and 98.30 to 99.27% in the periderm of the stem. Variations in reagent brands, concentrations, reaction time and exposure to light, did not significantly alter tannin and flavonoid concentrations. The method developed in the partial validation for fluid and dry extracts was also precise, accurate and linear. Therefore, the method proves to be reliable, guaranteeing the quality control of plant drugs of the studied species.

**Keywords:** Quality control, Plant drugs, Spectrophotometry, Chemical markers

## 1. INTRODUÇÃO

A validação analítica no Brasil é regida pela resolução 166/2017 que estabelece os critérios para a validação de métodos analíticos (ANVISA, 2017). A validação dos métodos utilizados no controle de qualidade de produtos fitoterápicos é uma exigência legal para o registro dos mesmos, sendo também parte das boas práticas de fabricação. A resolução 26/2014 define as categorias de medicamento fitoterápico e produto tradicional fitoterápico, estabelecendo os requisitos mínimos para o registro e renovação de registro de medicamento fitoterápico, e para o registro, renovação de registro e notificação de produto tradicional fitoterápico (ANVISA, 2014).

Um processo de validação bem definido e documentado oferece às agências reguladoras evidências objetivas de que os métodos e os sistemas são adequados para uso desejado. Diversas são as técnicas usadas na validação de metodologias analíticas no setor farmacêutico. Dentro dos parâmetros avaliados na validação analítica encontra-se a seletividade, linearidade, precisão, limites de detecção e quantificação, efeito matriz, robustez e exatidão/recuperação (ANVISA, 2017). O desenvolvimento de métodos para quantificação dos componentes ou marcadores de fitoterápicos tem sido acompanhado do processo de validação a fim de disponibilizar uma metodologia alternativa para análises descritas em oferecer uma proposta para quantificação de produtos caracterizados pela ausência de metodologias analíticas (COSTA, 2008).

A padronização de fitoterápicos e a garantia da sua eficácia e segurança requerem métodos analíticos adequados para a detecção e quantificação de seus marcadores e de substâncias potencialmente tóxicas (CHABARIBERI *et al.*, 2009). *Sideroxylon obtusifolium* (Roem. & Schult.) T.D.Penn. (Sapotaceae), conhecida popularmente como quixabeira, é uma das espécies de amplo interesse farmacológico, devido seu vasto uso na etnomedicina (ALBUQUERQUE *et al.*, 2007). Estudos comprovam a eficácia dessa espécie através das suas atividades antibacteriana, antioxidante, anti-inflamatória, antinociceptiva e cicatrizante, atribuída aos teores de taninos e flavonoides (ARAÚJO NETO *et al.*, 2010; LEITE *et al.*, 2015; AQUINO *et al.*, 2017; AQUINO *et al.*, 2019).

As concentrações dos grupos químicos nos extratos são determinantes para a qualidade, eficácia e a segurança do fitoterápico (DOBIÁŠ *et al.*, 2010). Fatores como a técnica de extração e o grau de divisão do material vegetal tornam-se fundamentais, visto que influenciam na eficiência do processo (GIL-CHÁVEZ *et al.*, 2013). A validação do método analítico assegura a confiabilidade de informações sobre a amostra analisada, utilizando um método que atenda às exigências das aplicações analíticas (ANVISA, 2017).

A complexidade das matrizes vegetais requer a padronização dos processos de coleta que estão diretamente relacionados com a quantidade dos grupos químicos presentes. A intensidade e as diferentes fenofases envolvidas no desenvolvimento vegetal provocam alterações no metabolismo das espécies (AZEVEDO *et al.*, 2017), causando mudanças nos teores de metabólitos. A sazonalidade e o ambiente dos indivíduos podem apresentar importantes diferenças na quantificação e constituição dos metabólitos secundários (MOSSI *et al.*, 2009), bem como informações na integridade dos espécimes. Estudos também têm revelado a influência de diferentes tamanhos de partículas na padronização de drogas vegetais (CORREIA *et al.*, 2016; CUNICA; MACÊDO, 2018).

Objetivou-se com este trabalho desenvolver e validar uma metodologia analítica para determinação do teor de taninos e flavonoides no extrato da parte aérea e periderme do caule de *Sideroxylon obtusifolium*.

## **2. METODOLOGIA**

### **2.1. Seleção de espécimes e Processamento da droga vegetal**

A parte aérea e periderme do caule de *S. obtusifolium* utilizada na validação e co-validação foi coletada no riacho da umburana no município de Sumé e no riacho gangorra no município São João do Cariri respectivamente, ambos no Semiárido paraibano. A droga vegetal dos jovens foi proveniente de cultivo realizado em casa de vegetação. A pesquisa foi registrada no Sistema Nacional de Gestão do Patrimônio Genético e do Conhecimento Tradicional Associado (SisGen), sob o número A2CA140.

O material vegetativo foi selecionado de acordo com os dados fitossanitários, higienizado com água corrente, imersão em hipoclorito de sódio por 10 minutos na concentração de 250 ppm a 2,5% e posteriormente lavados com água destilada. As amostras coletadas, foram secadas em estufa de circulação de ar à temperatura de 42°C até massa constante, pulverizadas em moinho de facas e submetido a um sistema de peneiras em tamisador industrial com diferentes tamanhos de poros, sendo retidas partículas na faixa granulométrica de 297- 149 µm. As amostras foram mantidas em sacos opacos hermeticamente fechados sob refrigeração.

### **2.2 Extração, preparo e leitura das soluções**

A extração foi realizada por agitador mecânico IKA RW 20 de hélice em 720 Hz/min durante 10 minutos em solução hidroalcóolica 50% na concentração de 0,015 a 0,045 g/ml. As amostras foram filtradas em papel filtro com capacidade de retenção de partículas de 160 a 3000

µm com auxílio de bomba a vácuo e completadas em balão de 50 mL. Para verificação da repetibilidade do método, foi realizada três extrações da droga vegetal para cada tipo de análise. Na preparação das amostras para avaliação de taninos, uma alíquota de 1,5 mL foi diluída em balão volumétrico de 10 mL.

O teor de taninos foi determinado pelo método de reação vanilina:HCl. Foi preparado uma solução metanólica de vanilina a 4%, na qual acrescentou-se HCl P.A (37%) na proporção de 50%. Esta solução foi submetida a resfriamento a 20°C. A solução estoque do padrão, foi obtida por meio da solubilização de 0,0265 g de catequina hidratada da marca Sigma em 50 mL de metanol. A partir desta solução, foram realizadas as diluições necessárias para validação. Para as reações da parte aérea e periderme do caule utilizou-se uma alíquota de cada extrato vegetal de 0,4 e 0,5 mL respectivamente, a cada uma destas alíquotas, foram adicionados 1,5 mL da solução vanilina: HCl. A reação ocorreu em tubos de ensaio durante 20 minutos, os quais tiveram, posteriormente volume final completado com água destilada para 3 mL. A leitura foi realizada a 500 nm, contra um branco, composto pela solução de vanilina:HCl e solução hidroalcoólica. O equipamento utilizado foi um espectrofotômetro Utravioleta visível. A concentração foi expressa em miligramas equivalentes a taninos.

A determinação das concentrações de Flavonoides foi obtida utilizando uma solução metanólica de Cloreto de alumínio a 2%, no qual, 0,5 mL da amostra do extrato vegetal da parte aérea e 2 mL do extrato da periderme do caule foram adicionados separadamente a 2 mL de cloreto de alumínio e quando necessário completados com água destilada para volume final de 4 mL após 20 minutos de reação. A solução estoque do padrão, foi obtida por meio da solubilização de 0,0200 g de queracetina da marca Sigma em 50 mL de metanol 50%. A partir desta solução, foram realizadas as diluições necessárias para validação. A leitura foi realizada a 405 nm, contra um branco composto pela solução de cloreto de alumínio e solução hidroalcólica. O equipamento utilizado foi um espectrofotômetro Utravioleta visível. A concentração foi expressa em miligramas equivalentes de flavonoides.

O processamento e análises laboratoriais da droga vegetal foram realizadas, no Laboratório de Ecologia e Botânica (LAEB) no Centro de Desenvolvimento Sustentável do Semiárido da Universidade Federal de Campina Grande em Sumé-PB e no Instituto de Pesquisa em Fármacos e Medicamentos (IpeFarm) em João Pessoa-PB.

## 2.3 Validação analítica

### 2.3.1 Seletividade

A seletividade do método analítico foi demonstrada por meio da sua capacidade de identificar ou quantificar o analito de interesse, inequivocamente, na presença de componentes que podem estar presentes na amostra, como impurezas, diluentes e componentes da matriz, obtendo resultado positivo para amostra contendo o analito, e resultado negativo para outras substâncias presentes na amostra (ANVISA, 2017). Foi aplicado o método scan, com varredura de 380 a 800 nm em espectrofotômetro ultravioleta visível para identificação do pico de taninos na solução do padrão catequina na concentração de 20,0 µg/mL. A solução de trabalho para a parte aérea e periderme do caule foram 4,5 e 30,0 mg/mL para análise de taninos e flavonoides respectivamente. Para determinação do pico de flavonoides foi realizada varreduras de 300 a 800 nm na solução em cada solução.

### 2.3.2 Linearidade

Foram construídas três curvas de linearidade para obtenção de respostas analíticas diretamente proporcionais à concentração do analito nas amostras do padrão catequina (taninos), do padrão quercetina (flavonoides) e da parte aérea e periderme do caule de *S. obtusifolium*. Foi estabelecido cinco concentrações para cada curva.

Nas curvas de calibração foram adotadas para a catequina as concentrações 10,0; 15,0; 20,0; 40,0 e 80 µg/mL, para a quercetina adotou-se 10,0; 15,0; 20,0; 25,0 e 30 µg/mL. Na avaliação de taninos dos extratos da parte aérea e periderme do caule adotou-se como concentrações 2,3; 3,4; 4,5; 5,6 e 6,8 mg/mL. A faixa de trabalho para flavonoides nos extratos da parte aérea e periderme do caule foram 15,0; 22,5; 30,0; 37,5 e 45,0 mg/mL. A partir das equações das retas obtidas nas curvas de linearidade dos padrões foram calculadas as concentrações de taninos e flavonoides nos extratos das drogas vegetais da parte aérea e periderme do caule.

A análise se deu por meio da representação gráfica das respostas em função da concentração do analito; equação da reta de regressão de y em x, avaliação da significância do coeficiente angular; coeficiente de correlação e homocedasticidade dos dados. Na análise estatística foi aplicado teste de Tukey a 5% de probabilidade (ANVISA, 2017).

### *2.3.3 Limites de detecção e quantificação*

Para o cálculo do limite de detecção e quantificação utilizou-se as curvas de linearidade de cada amostra, onde através do desvio padrão e do coeficiente angular foi possível a aplicação das fórmulas do limite de detecção (LD) e do limite de quantificação (LQ) (ANVISA, 2017).

$$LD = LD = 3,3 \cdot \sigma / IC \quad LQ = 10 \cdot \sigma / IC$$

Onde, IC é a inclinação da curva de calibração,  $\sigma$  é o desvio padrão

O limite de detecção e quantificação foram utilizados para definir a menor quantidade do analito em uma amostra que pode ser detectado e quantificado respectivamente, com precisão e exatidão aceitáveis sob as condições experimentais estabelecidas.

### *2.3.4 Precisão*

A precisão foi expressa pela precisão intermediária, objetivando avaliar a dispersão dos resultados obtidos para cada amostra nas mesmas condições e em condições diferentes (no mesmo laboratório, em dois dias diferentes). A solução de trabalho tanto da catequina como da quercetina foram de 20 µg/mL. A solução utilizada para determinação da precisão da parte aérea e periderme do caule foram 4,5 e 30 mg/mL para taninos e flavonoides respectivamente. Para avaliação da variância e diferença estatística entre as amostras avaliadas, foi analisado o desvio padrão relativo e o teste Tukey a 5% de significância (ANVISA, 2017).

### *2.3.5 Exatidão/Recuperação*

A exatidão/recuperação foram determinadas por meio de três concentrações, tendo como base a concentração intermediária que refere-se ao ponto médio obtido na precisão (100%), sendo estabelecida uma concentração baixa (50%) e uma alta (150%). A exatidão foi expressa através do erro em mg/g a partir das concentrações teóricas e experimentais.

Os ensaios de recuperação de taninos e flavonoides foram realizados com a contaminação de 20 µg/mL de catequina e quercetina adicionadas separadamente a cada solução da parte aérea e da periderme do caule, ambas com concentrações teóricas conhecidas. Os valores de recuperação foram expressos em porcentagem e determinados através da razão entre as concentrações médias determinadas experimentalmente com as concentrações teóricas correspondentes. Foi calculado o erro padrão relativo para cada concentração e aplicado o teste Tukey a 5% de significância para averiguação de que não existe diferença estatística entre os percentuais de recuperação das concentrações (ANVISA, 2017).

### 2.3.6 *Efeito Matriz*

A ausência de constituintes interferentes foi avaliada mediante o paralelismo de retas da linearidade do extrato da parte aérea e da periderme do caule com a curva destes contaminado com a concentração média utilizada na curva de calibração da catequina (20 µg/mL) para taninos e quercetina (20 µg/mL) para flavonoides em cada concentração dos extratos da parte aérea e da periderme do caule respectivamente. Essa mistura ocorreu antes da agitação mecânica por 10 minutos, sendo completada posteriormente para balão de 50 mL. A análise para o efeito matriz foi realizada de acordo com o procedimento adotado para obtenção das curvas da linearidade da parte aérea e periderme do caule. A diferença estatística do coeficiente angular e paralelismo entre as retas foi verificada por meio de teste estatístico a 5% de significância (ANVISA, 2017).

### 2.3.7 *Robustez*

A análise da robustez do método aplicado a catequina, e a parte aérea e periderme do caule foi avaliado através de pequenas variações nos fatores estabilidade (análises a cada 24 horas durante 3 dias) luminosidade (reações realizadas no claro e escuro) e marca de HCl (Química moderna e Qhemis). Para robustez de flavonoides, foi avaliado a estabilidade (análises a cada 24 horas durante 3 dias), tempo de reação de 20, 30 e 40 minutos e a concentração de cloreto de alumínio (1,0, 1,5 e 2,0 %). Para cada solução foi aplicado o teste Tukey a 5% de significância para averiguação da robustez do método no que se refere aos parâmetros testados.

## 2.4 Validação parcial

A validação parcial de taninos e flavonoides foi realizada com extratos fluidos da parte aérea e periderme do caule coletados no Município de São João do Cariri, e com o extrato fluído e seco dos indivíduos jovens, os quais foram analisados em um único conjunto (caule e folhas). As drogas vegetais avaliadas no extrato fluído correspondem a matéria prima de indivíduos de 12 meses de idade e as drogas avaliadas no extrato seco foram provenientes de indivíduos de 30 meses. Os indivíduos jovens apresentavam 12 meses. O procedimento de extração e preparo das soluções do extrato fluído da parte aérea e periderme do caule e indivíduos jovens, foram os mesmos utilizados na validação.

Para obtenção do extrato seco foi realizado c. A proporção utilizada foi 2 Kg de droga vegetal para 20 L de solução hidroalcoólica (50%). Para a secagem dos extratos foi utilizado

um spray dryer SD 5.0 (Labmaq®) com sistema de atomização de bico nº 4, 2 mm, sendo a alimentação das dispersões à câmara de secagem realizada na parte inferior através de uma bomba peristáltica, na qual se controlou a vazão em  $5 \text{ L.h}^{-1}$ . As condições de secagem foram: temperatura de entrada e saída = 150 e 75°C respectivamente, vazão do soprador =  $3,5 \text{ m}^3.\text{min}^{-1}$ , vazão de ar comprimido =  $50 \text{ L.min}^{-1}$ . Como adjuvante de secagem foi utilizado o dióxido de silício coloidal na proporção de 20% com relação ao resíduo sólido do extrato hidroalcoólico.

Foram avaliados os parâmetros de linearidade, precisão e exatidão. Para os extratos da parte aérea e periderme do caule estes parâmetros foram realizados de acordo com os mesmos procedimentos adotados na validação. A linearidade de taninos e flavonoides dos indivíduos jovens foi avaliada mediante as concentrações de 15,0; 22,5; 30,0; 37,5 e 45,0 mg/mL. As curvas de linearidade de taninos e flavonoides nos extratos vegetais fluídos e secos foram construídas com base na equação da reta do padrão catequina (taninos) e queracetina (flavonoides). A precisão foi realizada com os extratos na concentração de 30,0 mg/mL, da qual foi pego uma alíquota de 1,5 mL do extrato fluido e 0,3 mL do extrato seco para avaliação de taninos e 1,0 mL do extrato fluido e 0,1 mL do extrato seco para avaliação de flavonoides. A exatidão foi determinada por meio de três concentrações, tendo como base a concentração intermediária que refere-se ao ponto médio obtido na precisão (100%), sendo estabelecida uma concentração baixa (50%) e uma alta (150%). A exatidão foi expressa através do erro em mg/g a partir das concentrações teóricas e experimentais.

## 2.6 Análise estatística

Os resultados foram submetidos a análise de variância e as médias de cada parâmetro avaliado foi comparado pelo teste Tukey a 5% de significância. O software estatístico utilizado foi o Action Statat 3.6 (2019) e os gráficos foram gerados com auxílio do software Origin 8.0 PRO.

# 3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

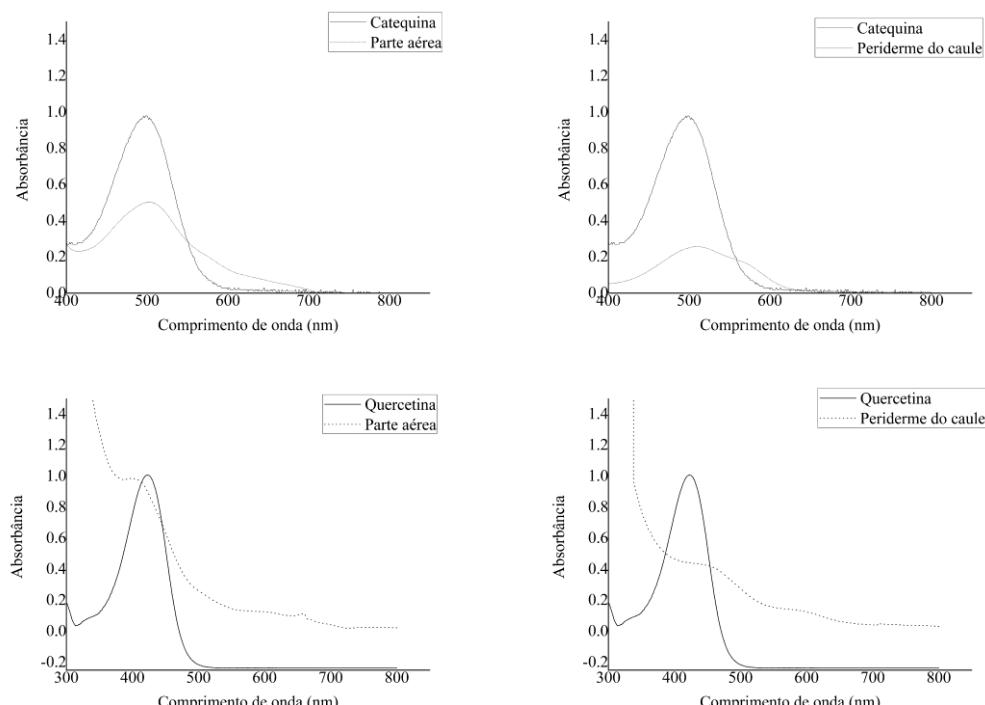
## 3.1. Validação analítica

### 3.1.1 Seletividade

A seletividade do método analítico foi demonstrada por meio da sua capacidade de quantificação do teor de taninos, inequivocamente, na presença de componentes presentes nas amostras, como impurezas, diluentes e demais componentes da matriz, garantindo que o pico de resposta no comprimento de onda de 500 nm seja exclusivamente do complexo formado (taninos) do produto de reação da vanilina:HCl com a catequina, assim como com os extratos

da parte aérea e da periderme do caule, bem como o pico de 405 nm refere-se a faixa de absorbância do produto de reação (flavonoides) do cloreto de Alumínio com a quercetina e também com os extratos das drogas vegetais da parte aérea e da periderme do caule de *S. obtusifolium* (Figura 1).

**Figura 1.** Espectros de UV-Vis da solução padrão (Catequina), e da parte aérea e da periderme do caule de *Sideroxylon obtusifolium*



**Fonte:** Dados da pesquisa

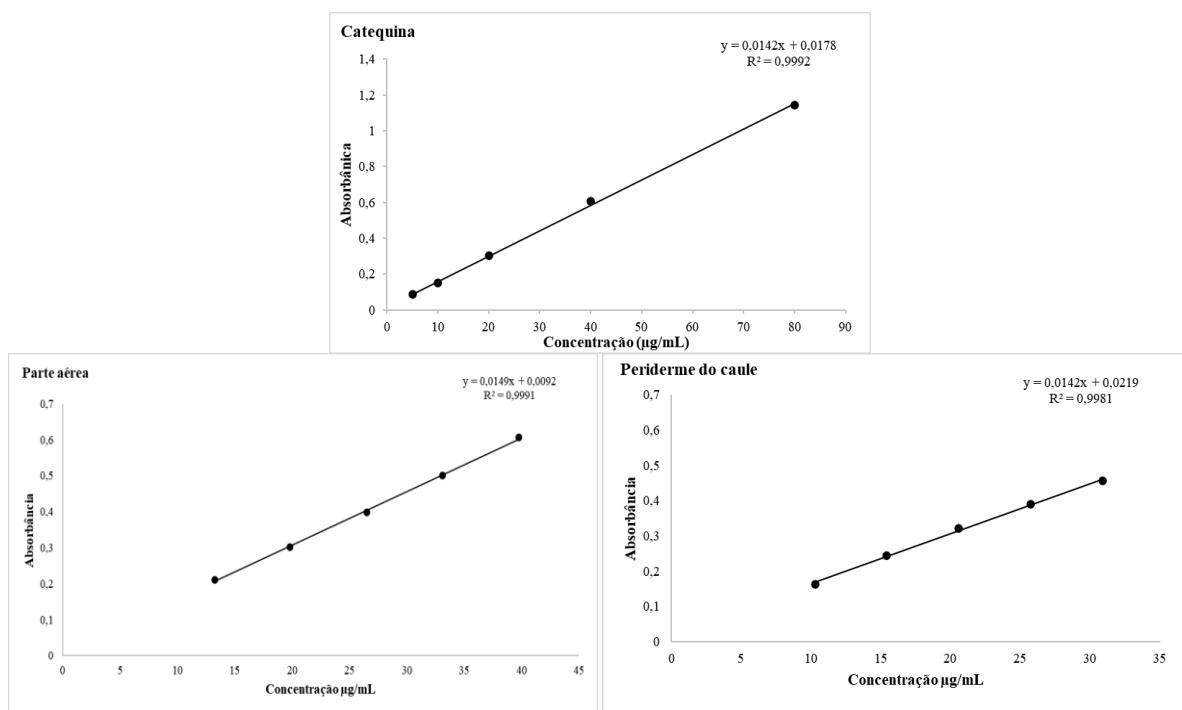
A seletividade é a primeira etapa no desenvolvimento e validação de métodos analíticos de separação. De acordo com Ribani *et al.* (2004) a seletividade deve ser reavaliada continuamente durante a validação, tendo em vista, que, algumas amostras podem sofrer degradação, gerando compostos não observados inicialmente, que podem coeluir com a substância de interesse. A seletividade é tão importante que equívocos no seu desenvolvimento e validação comprometem seriamente a linearidade, exatidão e a precisão. A avaliação da estabilidade na robustez demonstrou também que o método é seletivo, uma vez que a variação de tempo das reações não provocou alterações significativas nas concentrações dos marcadores avaliados no padrão e extratos vegetais, assim como os resultados obtidos no efeito matriz, no qual não foi registrado alterações significativas no processo de contaminação dos extratos vegetais com o padrão.

A absorbância do pico de concentração da reação vanilina:HCl com catequina para determinação de taninos em métodos espectrofotométricos a 500 nm é registrado constantemente na literatura (PRICE, 1980; BUSTAMANTE *et al.*, 2015), assim como a avaliação da reação do cloreto de Alumínio com a quercetina para flavonoides em torno de 405 nm (MARQUES *et al.*, 2012; FERREIRA *et al.*, 2021)

### 3.1.2. Linearidade

As curvas de calibração do padrão, da parte aérea e da periderme do caule de *S. obtusifolium* apresentaram linearidade satisfatórias. A análise de regressão linear, indicou coeficientes de determinação de 0,999, 0,999 e 0,998, para a curva-padrão, curva da parte aérea e para a curva da periderme do caule respectivamente na avaliação do método de taninos (Figura 2).

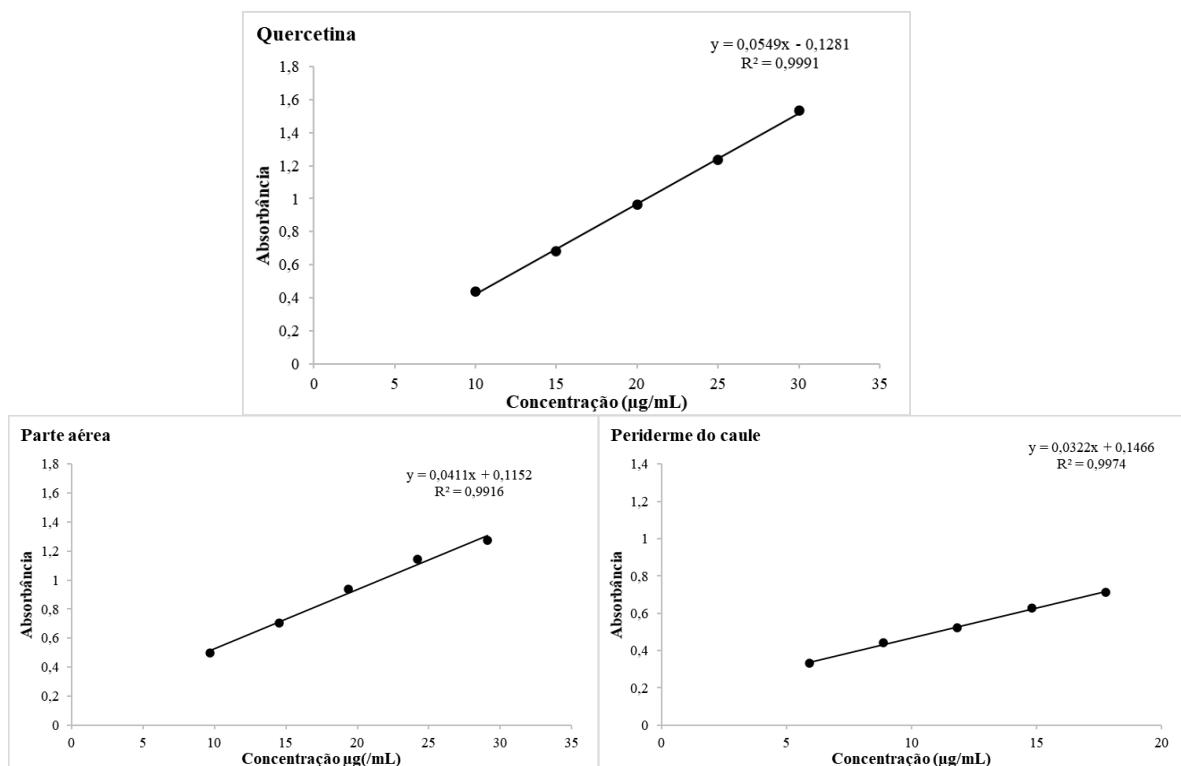
**Figura 2.** Linearidade do padrão catequina, da parte aérea e da periderme do caule de *Sideroxylon obtusifolium*



**Fonte:** Dados da pesquisa

Na aplicação do método para determinação de flavonoides, as curvas de calibração da quercetina, da parte aérea e da periderme do caule de *S. obtusifolium* também apresentaram linearidade satisfatórias, na qual a análise de regressão linear, indicou coeficientes de determinação de 0,999, 0,999 e 0,998, para a curva-padrão, curva da parte aérea e para a curva da periderme do caule respectivamente (Figura 3).

**Figura 3.** Linearidade do padrão quercetina, da parte aérea e da periderme do caule de *Sideroxylon obtusifolium*



**Fonte:** Dados da pesquisa

Os valores para o método de taninos e flavonoides comprovam que mais de 99% da variabilidade experimental pode ser explicada pelos modelos lineares, havendo portanto, adequação do método no que concerne à relação entre as concentrações do analito e as respostas espectrofotométricas.

A comprovação da linearidade foi verificada ainda, mediante análise de variância (ANOVA), significância do intercepto, normalidade dos resíduos, homocedasticidade da variância e ausência de pontos extremos para as curvas da catequina, e da parte aérea e periderme do caule de *S. obtusifolium*, estando de acordo portanto, com a resolução 166/2017 que associa tais informações, a capacidade do método obter respostas analíticas diretamente proporcionais à concentração de um analito em uma amostra (ANVISA, 2017).

### 3.1.3. Limite de Detecção e Quantificação

Os resultados dos limites de detecção e quantificação indicaram que o método analítico para o doseamento de taninos em matéria-prima de *S. obtusifolium* exibe boa sensibilidade,

sendo o limite mínimo de detecção e quantificação 3,29 e 9,97 µg/mL para a catequina, 2,18 e 6,61 µg/mL para a parte aérea e 2,53 e 7,68 µg/mL para a periderme do caule (Tabela 1).

**Tabela 1.** Limite de detecção (LD) e quantificação (LQ) de taninos (µg/mL) para a catequina, e para parte aérea e periderme do caule de *Sideroxylon obtusifolium*

<i>Solução</i>	<i>Desvio Padrão dos Resíduos</i>	<i>Coeficiente Angular</i>	<i>LD (µg/mL)</i>	<i>LQ (µg/mL)</i>
Catequina	0,014	0,0142	3,29	9,97
Parte aérea de <i>S. obtusifolium</i>	0,009	0,0149	2,18	6,61
Periderme do caule de <i>S. obtusifolium</i>	0,010	0,0142	2,53	7,68

**Fonte:** dados da pesquisa

Para flavonoides os resultados indicaram que o limite mínimo de detecção e quantificação são respectivamente de 1,28 e 3,90 µg/mL para a queracetina; 2,29 e 6,94 µg/mL para a parte aérea e 1,15 e 3,50 µg/mL para a periderme do caule (Tabela 2).

**Tabela 2.** Limite de detecção (LD) e quantificação (LQ) de flavonoides (µg/mL) para a queracetina, e para a parte aérea e periderme do caule de *Sideroxylon obtusifolium*

<i>Solução</i>	<i>Desvio Padrão dos Resíduos</i>	<i>Coeficiente Angular</i>	<i>LD (µg/mL)</i>	<i>LQ (µg/mL)</i>
Queracetina	0,021	0,054	1,28	3,90
Parte aérea de <i>S. obtusifolium</i>	0,028	0,041	2,29	6,94
Periderme do caule de <i>S. obtusifolium</i>	0,011	0,032	1,15	3,50

**Fonte:** dados da pesquisa

A parte aérea apresentou maior sensibilidade para detecção e quantificação dos taninos em relação a periderme do caule. De acordo com Cassiano *et al.* (2009), quanto mais inferior for os limites de detecção e quantificação, menor é a interferência do método na técnica instrumental.

### 3.1.4. Precisão

Os dados da precisão intermediária expressaram dispersão entre os resultados obtidos da análise de uma mesma amostra dos padrões, da parte aérea e da periderme do caule, em condições no mesmo dia e em dias diferentes para taninos e flavonoides, mostrando não haver diferença estatística significativa pelo teste de Tukey (Tabela 3).

**Tabela 3.** Precisão intermediária de taninos (padrão catequina), de flavonoides (padrão quercetina) da parte aérea e da periderme do caule da droga vegetal de *Sideroxylon obtusifolium*

	<i>Fator</i>	<i>Taninos (mg/g)</i>			<i>Flavonoides (mg/g)</i>		
		<i>Média</i>	<i>DP</i>	<i>P.valor</i>	<i>Média</i>	<i>DP</i>	<i>P.valor</i>
Padrão	Condição 1	959,11	12,269	0,105	993,62a	8,261	
	Condição 2	960,00	12,541		995,60a	8,350	0,094
	Condição 3	963,77	12,492		992,01a	8,800	
<i>Média</i>		<b>960,96±2,470</b>			<b>993,74 ±1,790</b>		
Parte aérea	Condição 1	45,16a	1,071	0,059	2,59a	0,018	
	Condição 2	44,18a	0,502		2,56a	0,031	0,084
	Condição 3	44,64a	0,395		2,57a	0,024	
<i>Média</i>		<b>44,66 ±0,480</b>			<b>2,57 ±0,005</b>		
Periderme do caule	Condição 1	27,88a	0,638	0,105	0,78a	0,005	
	Condição 2	27,17a	1,000		0,78a	0,006	0,11
	Condição 3	27,36a	0,146		0,79	0,009	
<i>Média</i>		<b>27,47 ±0,380</b>			<b>0,79 ±0,005</b>		

Médias seguidas pela mesma letra nas duas primeiras linhas de cada fator na coluna, não diferem entre si estatisticamente pelo teste de Tukey a 5% de probabilidade.

**Fonte:** Dados da pesquisa

Os baixos valores do desvio padrão, também reforçaram a adequabilidade da precisão do método confirmando que o método de quantificação por espectrofotometria proposto encontra-se em conformidade com a legislação vigente e apresenta confiabilidade dos resultados (ANVISA, 2003; SOBRINHO *et al.*, 2008).

### 3.1.5. Exatidão/Recuperação

A tabela 4 demonstra a concentração real e experimental de taninos e flavonoides obtidos nas drogas vegetais, evidenciando baixa diferença entre a concentração de recuperação de ambas, bem como baixo erro padrão.

**Tabela 4.** Exatidão das concentrações de taninos e flavonoides da droga vegetal da parte aérea e da periderme do caule de *Sideroxylon obtusifolium*

		<i>Níveis (%)</i>	<i>Taninos (mg/g)</i>			<i>Flavonoides (mg/g)</i>		
			<i>CR</i>	<i>CE</i>	<i>Erro</i>	<i>CR</i>	<i>CE</i>	<i>Erro</i>
Parte aérea	Baixo (50)	22,33	22,20	0,66	1,28	1,52	0,23	
	Médio (100)	44,66	44,35	0,34	2,57	2,55	0,22	
	Alto (150)	66,99	66,50	0,50	3,86	3,40	0,40	
Periderme do caule	Baixo (50)	13,73	13,27	0,58	0,39	0,55	0,16	
	Médio (100)	27,47	28,12	0,68	0,79	0,79	0,15	
	Alto (150)	41,20	40,77	0,73	1,18	1,02	0,16	

**Legenda:** CR: concentração real; CE: Concentração experimental

**Fonte:** Dados da pesquisa

A adição do ponto central do padrão Catequina à droga vegetal (matriz complexa) mostrou recuperação que variou de 92,60 a 93,96% na parte aérea e 108,05 a 108,84% na periderme do caule, mostrando não haver diferença estatística ao nível de significância de 5% entre as concentrações baixa, média e alta de cada parte da planta (Tabela 5).

**Tabela 5.** Teste de recuperação das concentrações de taninos da droga vegetal da parte aérea e da periderme do caule de *Sideroxylon obtusifolium* com adição fixa do padrão catequina em cinco concentrações

	Níveis (%)	CT ( $\mu\text{g/mL}$ )	CE ( $\mu\text{g/mL}$ )	Recuperação (%)	E.P. (%)
Parte aérea	Baixo (50)	23,33	21,92	93,96 a	0,06
	Médio (100)	46,66	43,31	92,82 a	0,10
	Alto (150)	69,99	64,81	92,60 a	0,16
Periderme do caule	Baixo (50)	20,48	22,13	108,05 A	0,20
	Médio (100)	40,96	44,47	108,56 A	1,00
	Alto (150)	61,44	66,87	108,84 A	1,30

Médias seguidas pela mesma letra na coluna referente a cada parte da planta, não diferem entre si estatisticamente a 5% de probabilidade

**Fonte:** Dados da pesquisa

Métodos com percentual de recuperação entre 85 e 115% são considerados exatos (ANVISA, 2003; BLAINSKI *et al.*, 2013) e podem ser ainda justificados mediante o objetivo e variabilidade do método, bem como, a concentração de trabalho e do analito na amostra (ANVISA, 2017), estando portanto, os resultados obtidos dentro de faixa aceitável por tratar-se, de uma matriz vegetal complexa que apresentou baixo erro dentro de cada concentração e sem diferença estatística significativa entre as concentrações avaliadas.

A adição da concentração média da quercetina à droga vegetal proporcionou recuperação de 99,53 a 101,36% na parte aérea e 98,30 a 99,27% na periderme do caule, mostrando não haver diferença estatística ao nível de significância de 5% entre as concentrações baixa, média e alta de cada parte da planta (Tabela 6).

**Tabela 6.** Teste de recuperação das concentrações de flavonoides da droga vegetal da parte aérea e da periderme do caule de *Sideroxylon obtusifolium* com adição fixa do padrão quercetina em cinco concentrações

	Níveis (%)	CT $\mu\text{g/mL}$	CE $\mu\text{g/mL}$	Recuperação (%)	E.P. (%)
Parte aérea	Baixo (50)	19,73	20,00	101,36a	0,13
	Médio (100)	39,47	39,45	99,94a	0,24
	Alto (150)	59,20	58,92	99,53a	0,21
Periderme do caule	Baixo (50)	15,92	15,65	98,30a	1,15
	Médio (100)	31,84	31,51	98,96a	0,65
	Alto (150)	47,76	47,41	99,27a	0,66

Médias seguidas pela mesma letra na coluna referente a cada parte da planta, não diferem entre si estatisticamente a 5% de probabilidade

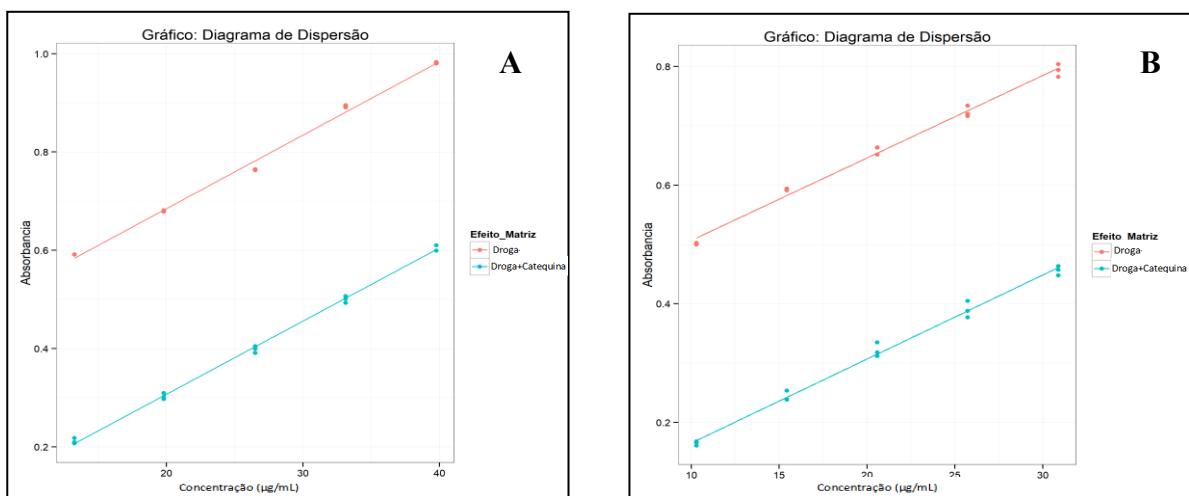
**Fonte:** Dados da pesquisa

O erro padrão da média é um excelente parâmetro a ser calculado na recuperação por estimar a variabilidade entre médias amostrais obtidas da coleta de diversas amostras da mesma população, diferentemente do desvio padrão que mede a variabilidade de uma amostra formada por valores individuais. Valores baixos indicam estimativas mais próximas da média da população, de forma que quanto maior o erro padrão, o valor da média amostral tende a estar distante da média populacional (MURTEIRA, 1993; MIOT, 2017).

### 3.1.6. Efeito Matriz

O coeficiente angular da droga vegetal da parte aérea (0,0149) e da periderme do caule (0,0142) de *S. obtusifolium* e de ambas fortificadas com catequina foram 0,015 e 0,0139 respectivamente (Figura 4). Na avaliação de flavonoides a parte aérea caracterizou-se por coeficiente angular de 0,0411, a periderme do caule apresentou coeficiente de 0,0322, quando adicionado queracetina às concentrações dos extratos obtiveram-se coeficiente de 0,0406 e 0,0323 para parte aérea e periderme do caule (Figura 5). Os resultados demonstram não haver diferença estatística pelo teste Tukey a 5% de probabilidade entre as curvas de cada droga e estas contaminada com o padrão queracetina e catequina. Assim, foi detectado, portanto, paralelismo de retas, não havendo interferência de constituintes na matriz.

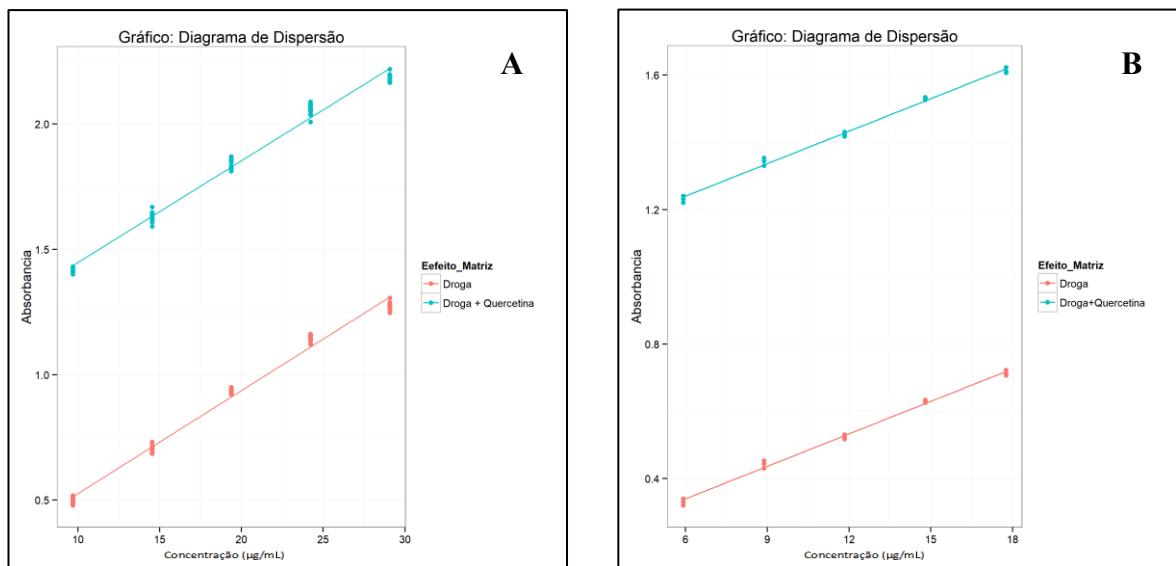
**Figura 4.** Paralelismo entre as retas da concentração de taninos dos extratos da droga vegetal da parte aérea (A) e da periderme do caule (B) de *Sideroxylon obtusifolium* com ambas amostras fortificadas com catequina



P valor Paralelismo da catequina com a parte aérea 0,86

P valor do Paralelismo da catequina com periderme do caule: 0,59

**Figura 5.** Paralelismo entre as retas da concentração de flavonoides dos extratos da droga vegetal da parte aérea (A) e da periderme do caule (B) de *Sideroxylon obtusifolium* com ambas amostras fortificadas com quercetina



P valor Paralelismo da catequina com a parte aérea 0,41

P valor do Paralelismo da catequina com a periderme do caule: 0,99

O paralelismo entre as retas, reforçaram também a seletividade do método, (BLAINSKI *et al.*, 2013), uma vez que a interferência de constituintes da matriz é um dos parâmetros avaliados dentro da seletividade (ANVISA, 2017).

### 3.1.7. Robustez

Os dados mostraram que o método utilizado na validação analítica é robusto, pois não houve diferença estatística ( $P$  valor  $<0,05$ ) entre as variações analisadas no tempo de preparo das amostras, na marca de HCL e na condição de luminosidade durante o preparo das amostras. De modo geral todos os parâmetros avaliados para a catequina, parte aérea e periderme do caule obtiveram concentrações médias que variaram de 19,9 a 20,4; 26,1 a 28,3 e 20,7 a 21,1  $\mu\text{g/mL}$  respectivamente. Além disso o desvio padrão relativo de todos os parâmetros foi inferior a 2,6% (Tabela 7).

**Tabela 7.** Ensaios de robustez nas soluções fluídas de catequina, parte aérea e periderme do caule *Sideroxylon obtusifolium*

Matriz	Fatores					
	Estabilidade (horas)		Luminosidade		Marca HCl	
	Média	P.valor	Média	P.valor	Média	P.valor
Catequina	24	20,3 ± 1,2 a	C	20,2 ± 2,6 a	QM	20,2 ± 1,6 a
	48	20,1 ± 1,3 a	0,81	E	19,9 ± 2,1 a	0,30
	72	20,4 ± 1,2 a			QH	20,2 ± 2,7 a
Parte aérea <i>Sideroxylon obtusifolium</i>	24	27,4 ± 2,7 a	C	26,4 ± 1,3 a	QM	26,2 ± 1,5 a
	48	28,3 ± 2,6 a	0,23	E	26,1 ± 1,8 a	0,20
	72	27,4 ± 1,4 a			QH	26,4 ± 1,3 a
Periderme do caule <i>Sideroxylon obtusifolium</i>	24	21,1 ± 1,5 a	C	21,0 ± 2,6 a	QM	20,8 ± 2,6 a
	48	20,7 ± 2,0 a	0,22	E	20,7 ± 2,4 a	0,16
	72	21,0 ± 2,6 a			QH	21,0 ± 2,6 a

C: claro; E: escuro; QM: Química moderna; QH: Qhemis

Médias seguidas pela mesma letra na coluna referente a cada solução avaliada não diferem entre si estatisticamente a 5% de probabilidade

**Fonte:** Dados da pesquisa

Na análise de flavonoides também não houve diferença estatística (P valor <0,05) entre as variações analisadas na estabilidade, tempo de reação e concentração de AlCl<sub>3</sub>. De modo geral todos os parâmetros avaliados para a queracetina, parte aérea e periderme do caule obtiveram concentrações médias que variaram de 19,74 a 19,29; 19,47 a 28,3 e 11,57 a 11,99 µg/mL respectivamente. O desvio padrão relativo de todos os parâmetros foi inferior a 0,9% (Tabela 8).

**Tabela 8.** Ensaios de robustez nas soluções fluídas de queracetina, parte aérea e periderme do caule de *Sideroxylon obtusifolium*

Matriz	Fatores					
	Estabilidade (horas)		Tempo de reação (min)		Concentração AlCl <sub>3</sub> (%)	
	Média	P.valor	Média	P.valor	Média	P.valor
Quercetina	24	19,87 ± 0,8 a	20	19,87 ± 0,8 a	1,0	19,87 ± 0,8 a
	48	20,01 ± 0,8 a	0,34	30	19,81 ± 1,2 a	0,81
	72	19,84 ± 0,8 a		40	19,79 ± 1,7 a	2,0
Parte aérea <i>Sideroxylon obtusifolium</i>	24	19,47 ± 0,7 a	20	19,47 ± 0,7 a	1,0	19,47 ± 0,7 a
	48	19,29 ± 0,8 a	0,10	30	19,46 ± 0,5 a	0,80
	72	19,42 ± 0,3 a		40	19,42 ± 0,5 a	2,0
Periderme do caule de <i>Sideroxylon obtusifolium</i>	24	11,75 ± 0,7 a	20	11,75 ± 0,7 a	1,0	11,75 ± 0,7 a
	48	11,63 ± 0,4 a	0,67	30	11,81 ± 1,0 a	0,07
	72	11,69 ± 0,5 a		40	11,99 ± 0,9 a	2,0

Médias seguidas pela mesma letra na coluna referente a cada solução avaliada não diferem entre si estatisticamente a 5% de probabilidade

**Fonte:** Dados da pesquisa

Segundo a International Conference on Harmonisation (ICH), a robustez do método é a medida da sua capacidade de permanecer inalterado sob pequenas, mas estudadas variações nos parâmetros do método e prover indicação da sua dependência durante o uso normal (MAROTO *et al.*, 1999; NIJHUIS, 1999), servindo portanto, para indicar os fatores que podem influenciar, significantemente, a resposta do método estudado (VAN DER HEYDEN, 1999), fornecendo assim, a dimensão do problema que ocorre quando o método é repetido em diferentes condições ou é transferido, por exemplo, para outro laboratório.

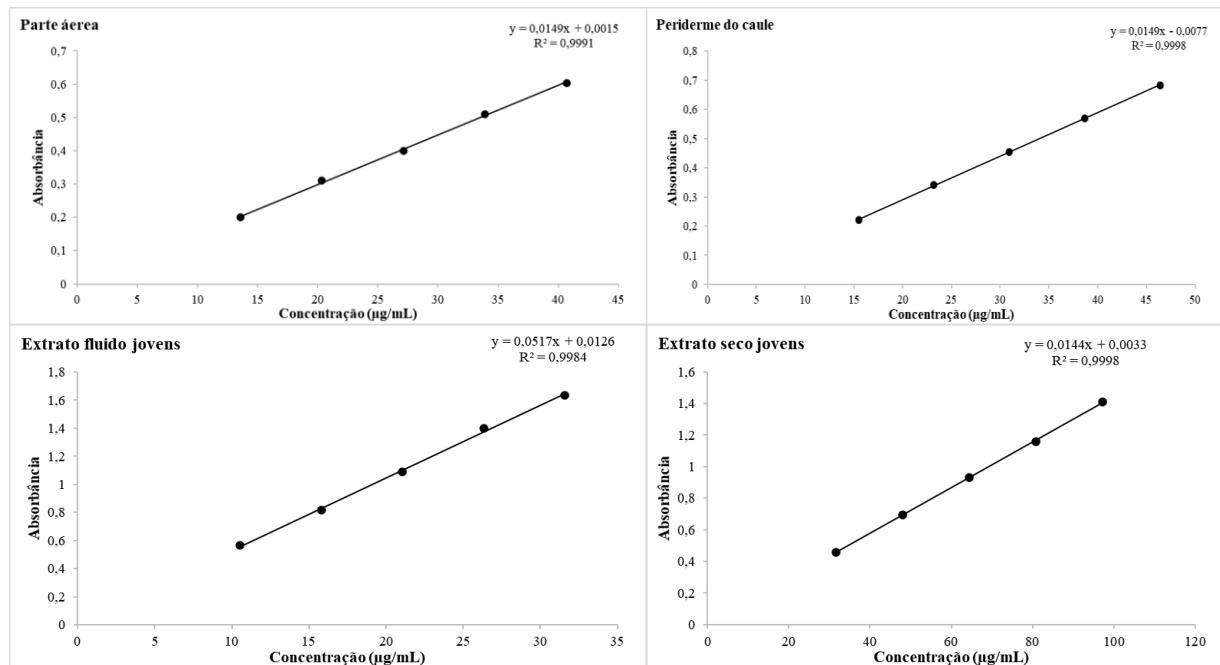
A espectrofotometria visível e ultravioleta é um dos métodos analíticos mais usados nas determinações analíticas em diversas áreas, sendo aplicada para determinações de compostos orgânicos e inorgânicos, como, por exemplo, na quantificação do princípio ativo de fármacos. O amplo uso desta técnica dá-se em função da sua simplicidade, rapidez, baixo custo e popularidade (ALVES *et al.*, 2013).

A espectrofotometria na região do ultravioleta-visível é uma técnica amplamente usada para dosagem de flavonoides e fenólicos totais por assegurar o controle de qualidade de matrizes quimicamente complexas, sendo amplamente utilizada para o doseamento de flavonoides e fenólicos totais em materiais vegetais (TOMAZZOLI *et al.*, 2015), sendo portanto, uma boa alternativa, em função da sua robustez, custo relativamente baixo e grande número de aplicações desenvolvidas.

### **3.2 Validação Parcial**

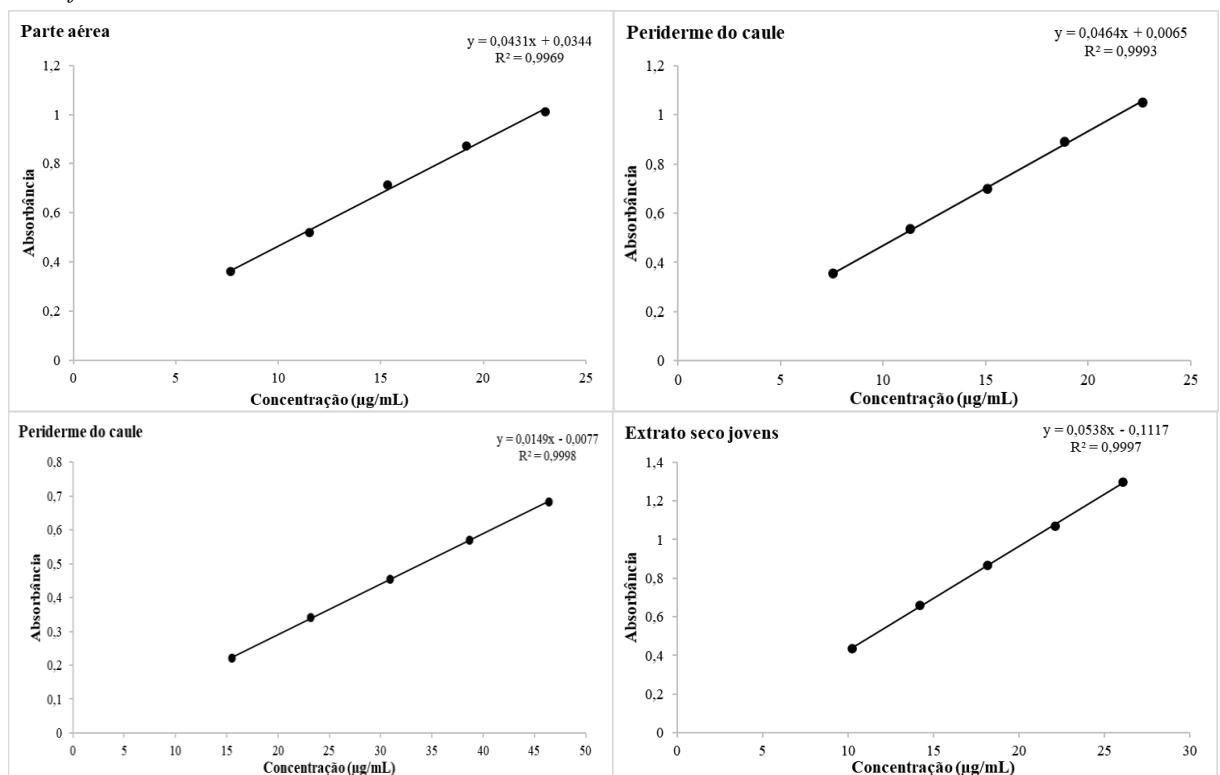
As drogas vegetais de São João do Cariri de espécime adulta e os extratos fluido e seco dos indivíduos jovens apresentaram linearidade dentro da faixa de concentração trabalhada com coeficiente de determinação superior a 0,998 para taninos (Figura 6) e 0,996 para flavonoides (Figura 7).

**Figura 6.** Linearidade da concentração de taninos nas drogas vegetais da parte aérea e da periderme do caule de espécime adulto coletado em São João do Cariri e do extrato fluido e seco de jovens integrais de *Sideroxylon obtusifolium*



**Fonte:** Dados da pesquisa

**Figura 7.** Linearidade da concentração de flavonoides nas drogas vegetais da parte aérea e da periderme do caule de espécime adulto coletado em São João do Cariri e do extrato fluido e seco de jovens integrais de *Sideroxylon obtusifolium*



**Fonte:** Dados da pesquisa

Os dados da precisão expressaram que a metodologia adotada apresenta precisão para as diferentes partes vegetativas dos indivíduos adultos e jovens de São João do Cariri, não havendo diferença estatística significativa entre as condições avaliadas para cada extrato avaliado (Tabela 9).

**Tabela 9.** Precisão intermediária de taninos e flavonoides da droga vegetal da parte aérea e periderme do caule (mg/g) de espécimes adultos e jovens de *Sideroxylon obtusifolium* coletadas em São João do Cariri

	<b>Fator</b>	<b>Taninos (mg/g)</b>			<b>Flavonoides (mg/g)</b>		
		<b>Média</b>	<b>DP</b>	<b>P.valor</b>	<b>Média</b>	<b>DP</b>	<b>P.valor</b>
Parte aérea	Condição 1	45,17a	0,805		2,08a	0,023	
	Condição 2	45,93a	0,627		2,05a	0,010	
	Condição 3	45,64a	0,639	0,19	2,02a	0,004	0,26
<b>Média</b>		45,58±0,38			2,05±0,02		
Periderme do caule	Condição 1	41,16a	0,603		1,01a	0,032	
	Condição 2	41,46a	0,247		0,99a	0,005	
	Condição 3	41,18a	0,268	0,765	1,00a	0,002	0,63
<b>Média</b>		41,27±0,17			1,00±0,01		
Jovens - Extrato fluido	Condição 1	4,68a	0,022		5,61a	0,031	
	Condição 2	4,70a	0,012		5,62a	0,075	
	Condição 3	4,69a	0,002	0,25	5,60a	0,07	0,97
<b>Média</b>		4,69±0,01			5,61±0,005		
Jovens - Extrato seco	Condição 1	21,74a	0,124		24,30a	0,074	
	Condição 2	21,36a	0,131		24,19a	0,032	
	Condição 3	21,34a	0,164	0,10	24,10a	0,108	0,89
<b>Média</b>		21,48±0,22			24,20±0,102		

Médias seguidas pela mesma letra nas três primeiras linhas de cada fator na coluna, não diferem entre si estatisticamente pelo teste de Tukey a 5% de probabilidade.

**Fonte:** Dados da pesquisa

Observou-se expressiva diferença entre as concentrações de taninos e flavonoides obtidas nos extratos fluídos e secos, obtendo-se valores elevados para os extratos secos, os quais estão associados tanto ao processamento da secagem, com a extração e a idade da planta. A exatidão de taninos e flavonoides demonstrada na concentração baixa (50%), média (100%) e alta (150%) encontra-se descrita na tabela 10.

**Tabela 10.** Exatidão das concentrações de taninos e flavonoides da droga vegetal da parte aérea e da periderme do caule de *Sideroxylon obtusifolium*

	<b>Níveis (%)</b>	<b>Taninos (mg/g)</b>			<b>Flavonoides (mg/g)</b>		
		<b>CR</b>	<b>CE</b>	<b>Erro</b>	<b>CR</b>	<b>CE</b>	<b>Erro</b>
Parte aérea	Baixo (50)	22,79	23,43	0,56	1,02	1,12	0,14
	Médio (100)	45,58	47,07	0,43	2,05	2,01	0,12
	Alto (150)	68,63	70,71	0,35	3,08	3,21	0,13
Periderme do caule	Baixo (50)	20,63	20,62	0,47	0,50	0,48	0,10
	Médio (100)	41,27	41,02	0,37	1,00	1,01	0,11
	Alto (150)	61,91	62,13	0,35	1,50	1,48	0,09
Jovens – Extrato fluido	Baixo (50)	2,34	2,28	0,21	2,80	2,78	0,11
	Médio (100)	4,69	4,42	0,23	5,61	5,54	0,09
	Alto (150)	7,04	6,98	0,20	8,42	8,32	0,09
Jovens - Extrato seco	Baixo (50)	10,74	10,53	0,20	12,10	13,65	0,51
	Médio (100)	21,48	21,40	0,30	24,20	24,50	0,63
	Alto (150)	32,22	32,43	0,40	36,30	36,75	0,70

**Legenda:** CR: concentração real; CE: Concentração experimental

**Fonte:** Dados da pesquisa

Os dados da exatidão na validação parcial assemelham-se aos dados da validação, onde observou-se baixo erro entre a concentração real e experimental para taninos e flavonoides obtidos nas drogas vegetais da parte aérea e periderme do caule dos espécimes adultos, e nos extratos fluidos e secos das plantas jovens.

#### 4. CONCLUSÃO

O método analítico validado para quantificação de taninos e flavonoides em drogas vegetais de *Sideroxylon obtusifolium* cumpriram os requisitos exigidos pela RDC 166/2017 – ANVISA, e a co-validação para os derivados das drogas vegetais, demonstraram que o método é robusto para avaliação da qualidade dos diferentes produtos da planta medicinal *S. obtusifolium*.

## REFERÊNCIAS

ALBUQUERQUE, U. P. *et al.* Medicinal plants of the caatinga (semi-arid) vegetation of NE Brazil: A quantitative approach. *Journal of Ethnopharmacology*, v. 114, p. 325-354, 2007.

ANVISA, Agência Nacional de Vigilância Sanitária. **Resolução RE N°889, de 29 de Maio de 2003.** Diário Oficial da República Federativa do Brasil, Brasília, DF, 02 jun. 2003.

ANVISA, Agência Nacional de Vigilância Sanitária. **Resolução RE N°26, de 13 de Maio de 2014.** Diário Oficial da República Federativa do Brasil, Brasília, DF, 02 jun. 2014.

ANVISA, Agência Nacional de Vigilância Sanitária. **Resolução RE N°166, de 24 de Julho de 2017.** Diário Oficial da República Federativa do Brasil, Brasília, DF. 2017.

AQUINO, P. E. A. *et al.* The Wound Healing Property of N-Methyl-(2S,4R)-trans-4-Hydroxy-L-Proline from *Sideroxylon obtusifolium* is Related to its Anti-Inflammatory and Antioxidant Actions. *Journal of Evidence-Based Integrative Medicine*, v.24, p. p. 2515690X19865166 2019.

AQUINO, P. E. A. *et al.* The anti-inflammatory effects of N-methyl-(2S,4R)-trans-4-hydroxy-l-proline from *Syderoxylon obtusifolium* are related to its inhibition of TNF-alpha and inflammatory enzymes. *Phytomedicine*, Vol.24, pp.14-23. 2017

ARAÚJO-NETO, V. *et al.* Therapeutic benefits of *Sideroxylon obtusifolium* (Humb. ex Roem. & Schult.) T.D. Penn., Sapotaceae, in experimental models of pain and inflammation. *Revista Brasileira de Farmacognosia*, v.20, p.933-8, 2010.

ALVES, E. “Conteúdo de Fenólicos, Flavonoides Totais e Atividade Antioxidante de Amostras de Própolis Comerciais”. *Revista de Ciências Farmacêuticas Básica e Aplicada*, v. 34, n. 1, p. 37-41, 2013.

AZEVÉDO, T. K. B. D. *et al.* Teor de taninos condensados presente na casca de jurema-preta (*Mimosa tenuiflora*) em função das fenofases. *Floresta e Ambiente*, v. 24, 2017.

BLAINSKI, A. *et al.* Application and analysis of the Folin-Ciocalteu method for the determination of the total phenolic content from *Limonium brasiliense* L. **Molecules**, v.18, p.6852-6864, 2013.

BRASIL, Agência Nacional de Vigilância Sanitária. **Farmacopéia Brasileira**. 4. ed. São Paulo: Atheneu. 2000.

BRASIL, Agência Nacional de Vigilância Sanitária (Brasil). **Farmacopéia Brasileira**, v. 1. 6<sup>a</sup> Ed. Brasília, 2019, 874p.

BUSTAMANTE, S. Z. *et al.* Effect of roasting on the secondary metabolites and antioxidant activity of Colombian cocoa clones. **Revista Facultad Nacional de Agronomía Medellín**, v. 68, n. 1, p. 7497-7507, 2015.

CASSIANO, N. M. *et al.* Validação em métodos cromatográficos para análises de pequenas moléculas em matrizes biológicas. **Química Nova**, v. 32, n.4, p. 1021-1030, 2009.

CHABARIBERI RAO, POZZI AC, ZERAIK ML, YARIWAKE, JH. Determinação espetrométrica dos flavonóides das folhas de *Maytenus* (Celastraceae) e de *Passiflora* (Passifloraceae) e comparação com método CLAEUV. **Revista Brasileira de Farmacognosia**, v. 9, n.4, p. 860-4, 2009.

CORREIA, L. P. *et al.* *Sideroxylon obtusifolium* herbal medicine characterization using pyrolysis GC/MS, SEM and different thermoanalytical techniques. **Journal of Thermal Analysis and Calorimetry**, v. 123, n. 2, p. 993-1001, 2016.

COSTA ART. **Aplicação do ensaio de dissolução na avaliação da qualidade de medicamentos fitoterápicos à base de Passiflora sp.** 2008. [Dissertação]. Goiânia: Faculdade de Farmácia, Universidade Federal de Goiás, 2008.

CUINICA, L. G. MACÊDO, R. O. Thermoanalytical characterization of plant drug and extract of *Urtica dioica* L. and kinetic parameters analysis. **Journal of Thermal Analysis and Calorimetry**, v. 133, n. 1, p. 591-602, 2018.

DOBIÁŠ, P. *et al.* Comparison of pressurised fluid and ultrasonic extraction methods for analysis of plant antioxidants and their antioxidant capacity. Springer. **Central European Journal of Chemistry**. p. 87–95. USA. 2010. ISSN 1644-3624.

FERREIRA, K. C. *et al.* Avaliação das atividades antioxidante e fotoprotetora in vitro de partições do extrato metanólico de *Mitracarpus frigidus* (Rubiaceae). **HU Revista**, v. 47, p. 1-10, 2021.

GIL-CHÁVEZ, J. G. *et al.* Technologies for Extraction and Production of Bioactive Compounds to be Used as Nutraceuticals and Food Ingredients: An Overview. **Comprehensive Reviews in Food Science and Food Safety**. p. 5–23, 2013.

LEITE, N. S. *et al.* Evaluation of the cicatrizing, topical anti-inflammatory and antioxidant activities of the ethanol extract of *Sideroxylon obtusifolium*. **Revista Brasileira de Plantas Medicinais**, v. 17, n. 1, p. 164-170, 2015.

MAROTO, A. *et al.* Estimating uncertainties of analytical results using informations from the validation process. **Anal. Chim. Acta.**, v. 391, p. 173-185, 1999.

MARQUES, G. S. *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.

MICHELIN, D. C. *et al.* Controle de qualidade da raiz de *Operculina macrocarpa* (Linn) Urb., Convolvulaceae. **Revista Brasileira de Farmacognosia**, v. 20, p. 18-22, 2010.

MIOT, H. A. "Avaliação da normalidade dos dados em estudos clínicos e experimentais." **Jornal vascular brasileiro**, v. 16, n. 2, p. 88-91, 2017.

MOSSI, A. J. *et al.* Chemical variation of tannins and triterpenes in Brazilian populations of *Maytenus ilicifolia* Mart. Ex Reiss. **Brazilian Journal of Biology**, v. 69, p. 339-345, 2009.

MURTEIRA, B. J. F. Análise exploratória de dados: **estatística descritiva**. McGraw-Hill, 1993.

NIJHUIS, A. *et al.* Strategy for ruggedness tests in chromatographic method validation. **Anal. Chim. Acta**, v. 391, p. 187-202, 1999.

PRICE, M. *et al.* Tannin content of cowpeas, chickpeas, pigeonpeas and mung beans. *Journal of Agriculture and Food Chemistry*, Washington, v. 28, n. 2, p. 459-461, 1980.

RIBANI, M. *et al.* Validação em métodos cromatográficos e eletroforéticos. **Química nova**, v. 27, n. 5, p. 771-780, 2004.

SOBRINHO, T. J. S. P. *et al.* Validação de metodologia espectrofotométrica para quantificação dos flavonóides de Bauhinia cheilantha (Bongard) Steudel. **Revista Brasileira de Ciências Farmacêuticas**, v. 44, p. 683-689, 2008.

SONAGLIO D. *et al.* Desenvolvimento tecnológico e produção e fitoterápicos. In: Simões CMO, Schenkel EP, Gosmann, Mello, JCP, Mentz LA, Petrovick PR **Farmacognosia: da planta ao medicamento**. 5.ed. Porto Alegre/Florianópolis: Editora da UFRGS/ Editora da UFSC, 2003.

TOMAZZOLI, M. M. *et al.* Discrimination of Brazilian propolis according to the seasoning using chemometrics and machine learning based on UV-Vis scanning data. **Journal of integrative bioinformatics**, vol. 12, n. 4, p. 15-26, 2015.

VAN DER HEYDEN, Y.; JIMIDAR, M.; HUND, E.; NIEMEIJER, N.; PEETERS, R.; SMEYERS-VERBEKE, J.; MASSART, D. L.; HOOGMARTENS, J. Determination of system suitability limits with a robustness test. **J. Chromatogr. A.**, v. 845, p. 145-154, 1999

## ***CAPÍTULO V***

**Quantificação de Flavonoides e Taninos em Espécimes Jovens e Adultas de  
*Sideroxylon obtusifolium* (Roem. & Schult.) T.D.Penn. e sua Associação  
com Parâmetros Ecológicos**

## Quantificação de Flavonoides e Taninos em Espécimes Jovens e Adultos de *Sideroxylon obtusifolium* (Roem. & Schult.) T.D.Penn. e sua Associação com Parâmetros Ecológicos

**RESUMO:** *Sideroxylon obtusifolium* (Roem & Schult.) T.D.Penn. é considerada como uma das plantas promissoras do futuro, em função do seu elevado potencial medicinal com uso comprovado na etno-medicina e em estudos farmacológicos, sendo suas atividades biológicas atribuídas principalmente as concentrações de taninos e flavonoides. Objetivou-se com este trabalho quantificar os principais marcadores químicos responsáveis pela ação medicinal de *S. obtusifolium* e associar a produção desses metabólitos a fatores ecológicos que possam influenciar essa produção em espécimes jovens e adultas. A quantificação de taninos e flavonoides foi realizada em espectrofotômetro ultravioleta visível em extratos hidroalcólicos obtidos por extração mecânica da parte aérea e periderme do caule de espécimes adultos coletadas em diferentes ambientes no semiárido paraibano e em espécimes jovens cultivados. Nos espécimes jovens, a quantificação destes metabólitos ocorreu a cada dois meses ao longo de um ano em espécimes integrais e em indivíduos submetidos a sistema de poda. No sistema de poda, as análises também foram realizadas de 2 a 12 meses após a poda. A influência de características ecológicas como as fenofases reprodutivas, características de sementes, produção vegetal na produção de taninos e flavonoides, bem como suas relações com as análises de drogas vegetais por análise térmica foi avaliada por meio da análise de componentes principais via matriz de correlação e análise fatorial por componentes principais. Os extratos da parte aérea e periderme do caule dos espécimes adultos apresentaram diferença estatística para os teores de taninos e flavonoides tanto em relação ao tamanho de partícula como em relação aos diferentes ambientes de coleta. Os espécimes podados apresentaram elevado valor na concentração de flavonoides quando comparado a indivíduos adultos e jovens integrais, com 89,54% a mais de flavonoides quando comparado com a periderme do caule. Os valores apresentados dos espécimes jovens para taninos não se equiparam aos valores obtidos para adultos na parte aérea e periderme do caule, entretanto, a parte aérea adulta apresenta 27,22% e 60,95% a mais de taninos e flavonoides respectivamente em relação a periderme do caule. Os dois primeiros componentes principais (PC) foram responsáveis por 98,2% da variação total, da caracterização da periderme do caule dos espécimes, em que o PC1 foi responsável por 93,0% e o PC2, por 5,2% da explicação dos dados. Na parte aérea os dois primeiros componentes principais foram responsáveis por 99,1% da variação total, onde o PC1 foi responsável por 91,9% e o PC2, por 7,2%. Os indivíduos jovens apresentaram 99,6% da variação total dos dados em um único componente. Relacionado a caracterização ecológica de *S. obtusifolium*, a massa e diâmetro de sementes, índice de qualidade Dickson e frutificação são os parâmetros que mais contribuem como indicadores das concentrações de taninos e flavonoides em drogas vegetais da parte aérea e periderme do caule de espécimes silvestres e cultivadas. Os dados relatados para *S. obtusifolium*, evidencia uma grande contribuição para o entendimento das relações da população vegetal e a definição dos teores de taninos e flavonoides em diferentes estágios de desenvolvimento em espécimes silvestres e cultivadas, servindo como fundamento para a sustentabilidade dessa espécie.

**Palavras-chave:** Marcadores químicos, variabilidade de espécimes silvestres, cultivo de plantas medicinais, Quixabeira, Caatinga

## Quantification of Flavonoids and Tannins in Young and Adult Specimens of *Sideroxylon obtusifolium* (Roem. & Schult.) T.D.Penn. and its Association with Ecological Parameters

**ABSTRACT:** *Sideroxylon obtusifolium* (Roem & Schult.) T.D.Penn. is considered one of the promising plants of the future due to its high medicinal potential with proven use in ethnomedicine and in pharmacological studies, and its biological activities are mainly attributed to the concentrations of tannins and flavonoids. The objective of this work was to quantify the main chemical markers responsible for the medicinal action of *S. obtusifolium* and associate the production of these metabolites with the main ecological factors that influence this production in young and adult specimens. The quantification of tannins and flavonoids was performed using an ultraviolet visible spectrophotometer in hydroalcoholic extracts (50%) obtained by mechanical extraction of the aerial part and periderm of the stem of specimens collected in different environments in the semiarid region of Paraíba and in young cultivated specimens. In young specimens, the quantification of these metabolites occurred every two months over a year in whole specimens and in individuals submitted to a pruning system. In the pruning system, analyzes were also performed from 2 to 12 months after pruning. The influence of ecological characteristics such as reproductive phenophases, seed characteristics, plant production on the production of tannins and flavonoids, as well as their relationship with the analysis of plant drugs by thermal analysis was evaluated through principal component analysis via correlation matrix and factor analysis by principal components. The extracts from the aerial part and periderm of the stem of the adult specimens presented statistical difference for the tannins and flavonoids contents both in relation to the particle size and in relation to the different collection environments. The pruned specimens showed a high value in the concentration of flavonoids when compared to adults and young whole individuals, with 89.54% more flavonoids when compared to the periderm of the stem. The values presented for the young specimens for tannins do not match the values obtained for adults in the aerial part and periderm of the stem, however, the adult aerial part presents 27.22% and 60.95% more tannins and flavonoids, respectively, in relation to periderm of the stem. For the periderm of the stem, the first two main components (PC) were responsible for 98.2% of the total variation, of the characterization of the specimens, in which PC1 was responsible for 93.2% and PC2 for 5.2% of the explanation of the data. In the aerial part, the first two main components were responsible for 99.21% of the total variation, where PC1 was responsible for 91.9% and PC2 for 7.2%. For young individuals, it was shown that the first two main components were responsible for 95.00% of the total variation, of the characterization of the specimens, in which PC1 was responsible for 50.9% and PC2 for 44.1% of the explanation of the data. All parameters evaluated were grouped into a single component for the periderm of the stem, aerial part and young individuals, with no parameter being excluded because there is no neutrality arising from low factor loading, thus being highly correlated parameters. Therefore, the data reported for *S. obtusifolium* shows a great contribution to the understanding of the relationships between the plant population and natural systems and the definition of the levels of tannins and flavonoids at different stages of development in wild and cultivated specimens, serving as a foundation for the sustainability of this species.

**Keywords:** Chemical markers, variability of wild specimens, cultivation of medicinal plants, Quixabeira, Caatinga

## 1. INTRODUÇÃO

O potencial medicinal da Caatinga foi evidenciado desde os primórdios de sua exploração, através do uso tradicional. Conforme Drumond *et al.* (2000), muitas espécies são reconhecidas como medicamentosas de uso popular sendo comercializadas em calçadas, ruas, mercados e feiras livres. Estas espécies são exploradas de forma extrativista pela população local, sendo as lenhosas afetadas pela prática do anelamento do caule, atingindo o tecido cambial, levando-as à morte. Esta forma de exploração tem proporcionado a uma rápida redução das populações naturais vegetais, que estão ameaçadas de extinção.

Dentre as espécies de elevado potencial medicinal com ampla ocorrência na Caatinga destaca-se *Sideroxylon obtusifolium* (Roem & Schult.) T.D.Penn. que também apresenta registros em outros Biomas brasileiros como Cerrado, Mata Atlântica e Pantanal, além de ser registrada em outros países da América do sul e na América Central (CNFlora, 2020). Esta espécie pertence ao grupo ecológico clímax, caracterizando-se portanto, como espécie de lento crescimento (SCIPIONI *et al.*, 2013; TSUKAMOTO FILHO *et al.*, 2013). Esta característica demanda técnicas que visem produzir indivíduos de crescimento mais rápido e uniforme ao longo do tempo.

Conhecida pelas suas propriedades medicinais, com uso consagrado na medicina popular pelo potencial analgésico, adstringente, anti-inflamatório, cicatrizante, antimicrobiano, antidiabético (BRAGA, 1976; LORENZI, 2002; AGRA *et al.*, 2007; MARQUES *et al.*, 2010), *S. obtusifolium* é considerada como uma das plantas promissoras do futuro. O uso medicinal tradicional tem sido comprovado por meio de estudos farmacológicos, sendo os flavonoides e taninos relatados como os responsáveis por grande parte das atividades biológicas dessa espécie (LEITE *et al.*, 2015), devido a sua função antifúngica, antibacteriana, anti-inflamatória, antinociceptiva, cicatrizante e pela atividade antioxidante.

Os flavonoides presentes em *S. obtusifolium* são relatados como os responsáveis pela ação antifúngica contra o biofilme de *Candida albicans* (SOUZA *et al.*, 2016; SAMPAIO *et al.*, 2017; SILVA *et al.*, 2017) e pela atividade antibacteriana contra *Staphylococcus aureus* e *Escherichia coli*, sendo esta última atividade relacionada também a concentração de taninos (SOUZA *et al.*, 2016). O uso de N-metil- (2S, 4R)-trans-4-hidroxi-L-Prolina de *S. obtusifolium* apresentou propriedades na cicatrização de feridas devido as suas ações anti-inflamatórias e antioxidantes (AQUINO *et al.*, 2019; 2020), as quais também são responsáveis pela atividade anticonvulsante em ratos (AQUINO *et al.*, 2019). A quantidade de flavonoides nas cascas desta espécie demonstraram ação anti-inflamatória tópica em lesões de pele em ratos (ARAÚJO-NETO *et al.*, 2010) assim com atividade antioxidante e antinociceptiva (LEITE *et al.*, 2015).

Apesar da funcionalidade ecológica e potencial medicinal, o uso inadequado desta espécie tem dizimado sua população no Semiárido brasileiro. No Cariri paraibano foi registrado que o extrativismo de *S. obtusifolium* para fins medicinais, causou sério impacto nas suas populações naturais. Apenas no Município de Cabaceiras eram retirados mensalmente cerca de 90 kg da casca *S. obtusifolium*, priorizando-se a extração dos indivíduos adultos mais jovens por apresentarem maior eficácia medicinal (MARQUES *et al.*, 2010), sendo, portanto, urgente a elaboração e implantação de um plano de manejo e conservação in situ desta espécie.

Todos os estudos relatados sobre o potencial medicinal de *S. obtusifolium* referem-se a indivíduos adultos e os usos na medicina tradicional dá-se pelo uso exclusivo da periderme do caule. Os trabalhos referenciados na farmacologia e fitoquímica variam da periderme do caule às folhas. Entretanto, não existe nenhum trabalho que aponte a viabilidade e eficácia do uso de *S. obtusifolium* nos seus primeiros meses e anos de desenvolvimento. Sendo o cultivo padronizado dessa espécie medicinal e silvestre, para obtenção de características desejáveis à medicina, um grande avanço dentro da ciência, devido ao encurtamento do tempo para seu uso, otimização dos teores de seus metabólitos secundários e ainda viabilizar o cultivo de uma espécie xerófila que encontra-se com conservação vulnerável no Semiárido brasileiro.

Objetivou-se com este trabalho quantificar os principais marcadores químicos responsáveis pela ação medicinal de *S. obtusifolium* e associar a produção desses metabólitos a fatores ecológicos que possam influenciar essa produção em espécimes jovens e adultos.

## **2. MATERIAL E MÉTODOS**

### **2.1 Obtenção e processamento das drogas vegetais**

Foram coletados a parte aérea e periderme do caule de matrizes adultas de *S. obtusifolium* nos municípios de Sumé e São João do Cariri na Paraíba. As matrizes de Sumé foram coletadas em julho de 2017 no riacho da Umburana e as de São João do Cariri no racho Gangorra em julho de 2018. As matrizes de ambas as áreas encontravam-se emitindo botões florais e flores. Os indivíduos jovens são descendentes de matrizes adultas de São João do Cariri, os quais foram cultivados em casa de vegetação, monitorados e coletados a cada dois meses após a emergência.

Após a coleta, todo o material vegetativo foi selecionado de acordo com os dados fitossanitários, higienizado e sanitizado com água corrente, imersão em hipoclorito de sódio por 10 minutos na concentração de 250 ppm a 2,5% e posteriormente lavados com água destilada. As amostras coletadas foram secas em estufa de circulação de ar à temperatura de 42°C até massa constante. Após a secagem e completa estabilização (eliminação de água,

inativação de enzimas, etc.) o material vegetal foi pulverizado em moinho de facas obtendo-se o material vegetal seco e pulverizado de indivíduos adultos e jovens.

O material dos espécimes adultos foi submetido a um sistema de peneiras em tamisador industrial com diferentes tamanhos de poros, sendo retidas partículas na faixa granulométrica de 297-149, 148-74 e 73-37 µm. A droga vegetal dos indivíduos jovens foi submetida apenas ao tamisador de 50 mesh equivalente a partículas >297 µm. Os diferentes pós obtidos nas diferentes granulometrias foram acondicionados separadamente em sacos herméticos polietileno fosco e devidamente fechados para proteção da luz e da umidade, e acondicionada em Freezer no modo refrigeração até a análise do material.

A pesquisa foi registrada no Sistema Nacional de Gestão do Patrimônio Genético e do Conhecimento Tradicional Associado (SisGen), sob o número A2CA140.

## 2.2 Extração, preparo e leitura das soluções

A extração das drogas vegetais foi realizada por agitador mecânico IKA RW 20 de hélice em 720 Hz/min durante 10 minutos em solução hidroalcóolica 50% na concentração de 30 mg/ml. As amostras foram filtradas em papel filtro com capacidade de retenção de partículas de 160 a 3000 µm com auxílio de bomba a vácuo e completadas em balão de 50 mL. Para verificação da repetibilidade do método, foi realizada três extrações da droga vegetal para cada tipo de análise. Para avaliação do teor de taninos da parte aérea foi pego uma alíquota de 1,5 mL e diluído em um balão de 10 mL.

### 2.2.1 Determinação da concentração de taninos

O teor de taninos foi determinado pelo método de reação vanilina:HCl. Foi preparado uma solução metanólica de vanilina a 4%, na qual acrescentou-se HCl P.A (37%) na proporção de 50%. Esta solução foi submetida a resfriamento a 20°C. 0,4 mL da amostra do extrato vegetal da parte aérea, 0,5 mL do extrato da periderme do caule e 1,5 mL do extrato dos indivíduos jovens foram adicionado a 1,5 mL da solução vanilina:HCl. A reação ocorreu em tubos de ensaio durante 20 minutos, os quais tiveram, posteriormente volume final completado com água destilada para 3 mL quando necessário. A leitura foi realizada a 500 nm, contra um branco composto pela solução de vanilina:HCl e solução hidroalcoólica. O equipamento utilizado foi um espectofotômetro Utravioleta visível. A concentração foi expressa em miligramas equivalentes a taninos.

### *2.2.2 Determinação da concentração de flavonoides*

A determinação das concentrações de Flavonoides foi obtida utilizando Cloreto de alumínio a 2%, no qual, 2 mL do extrato da periderme do caule, 0,5 mL da amostra do extrato vegetal da parte aérea e dos indivíduos jovens integrais e podados foram adicionados separadamente a 2 mL de cloreto de alumínio, e quando necessário completados com água destilada para volume final de 4 mL após 20 minutos de reação. A leitura foi realizada a 405 nm, contra um branco composto pela solução de cloreto de alumínio e solução hidroalcoólica. O equipamento utilizado foi um espectofotômetro Utravioleta visível. A concentração foi expressa em miligramas equivalentes de flavonoides.

## **2.2 Relação da quantificação de taninos e flavonoides com parâmetros ecológicos**

Foram selecionados parâmetros ecológicos relacionados aos resultados obtidos na fenologia, caracterização de sementes, produção de mudas (Capítulo II), dados da caracterização termoanalítica (Capítulo III) para correlações com os teores de taninos e flavonoides em espécimes adultas considerando a parte aérea e periderme do caule com coleta em dois ambientes e com espécimes jovens cultivados em duas fases de desenvolvimento (2-6 meses e 8-12 meses), objetivando visualizar os parâmetros mais influenciáveis na produção destes metabólitos como alternativa a coleta de matéria prima padronizada e otimizada.

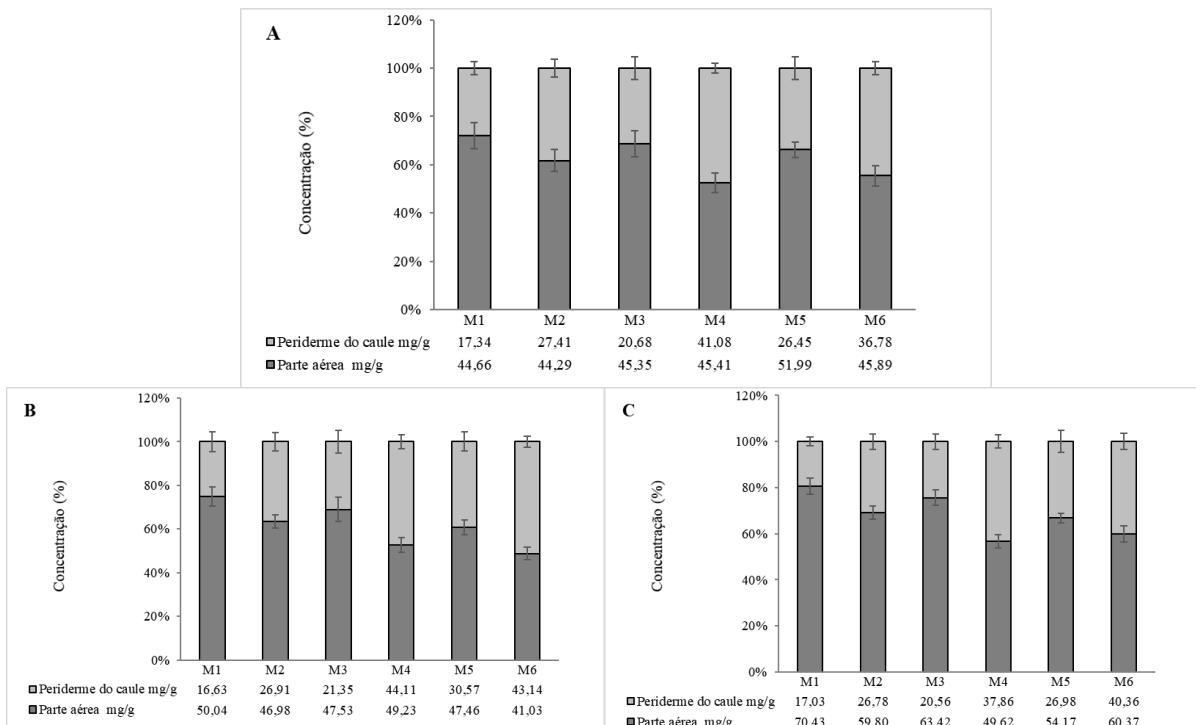
## **2.3 Análise estatística**

As concentrações de taninos e flavonoides da parte área e periderme do caule em indivíduos adultos e das diferentes fases de desenvolvimento dos indivíduos jovens foram submetidos a análise de variância tendo as médias comparadas pelo teste Tukey a 5% e probabilidade. Devido ao grande número de parâmetros utilizados, aplicou-se análise multivariada por meio da análise de componentes principais via matriz de correlação e análise factorial por componentes principais. Os valores de cada parâmetro foram previamente normalizados através do autoescalonamento de forma que as variáveis obtiveram a mesma importância (peso). A análise permitiu agrupar os dados mais correlacionáveis e reduzir a dimensão dos dados através de componentes que são combinações lineares das variáveis originais. O software estatístico utilizado foi Action Stat 3.6 (2019).

### 3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

A quantificação de taninos das matrizes de *S. obtusifolium* mostrou que a concentração obtida nas granulometrias avaliadas, da parte aérea possui elevado teor de taninos totais em relação a periderme do caule (Figura 1), que é tradicionalmente usada no conhecimento popular. No tamanho de partícula 297-149 µm, a parte aérea possui um quantitativo que equivale a uma variação de acordo com as matrizes de 5 a 44% a mais de taninos totais em relação a periderme do caule. Nos tamanhos 148-74 e 73-37 µm, essa variação foi de 5 a 50% e de 13 a 61% respectivamente. Vale ressaltar, que apenas na granulometria 148-74 µm uma única matriz apresentou valores de periderme do caule superior a parte aérea com apenas 2,5% a mais. Fica constatado portanto, uma grande influência de diferentes matrizes na quantificação de taninos totais, entretanto, a diversificação de matrizes contribuem para comprovação de que a maior quantidade de taninos encontram-se na parte aérea e não na periderme do caule da espécie estudada independentemente de tamanho de partículas.

**Figura 1.** Concentração de taninos (%) e mg/g) em partículas 297-149 µm (A), 148-74 µm (B) e 73-37 µm (C) da parte aérea e periderme do caule de diferentes espécimes em diferentes áreas de mata ciliar no Cariri Paraibano



**Legenda:** M1 a M3: Matrizes do Riacho da Umburana, Sumé -PB; M4 a M6: Matrizes do Riacho da Gangorra, São João do cariri -PB

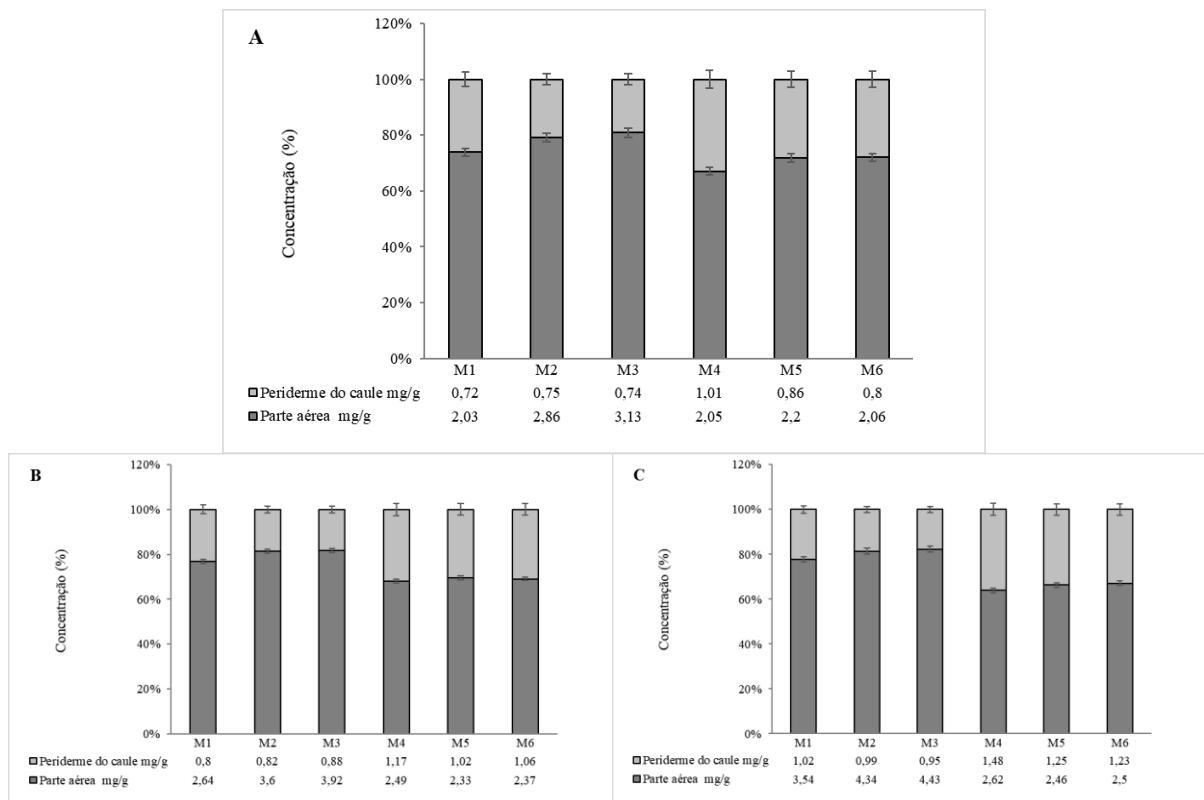
**Fonte:** Dados da pesquisa

Relacionado a periderme do caule, a figura 1 mostra que todas as matrizes apresentaram baixa variação entre os diferentes tamanhos de partículas. Na parte aérea a variação foi mais presente nas matrizes de Sumé (M1, M2 e M3), onde obteve-se um ganho de 25,77 mg/g na

matriz 1 entre o menor e maior tamanho de partícula, a matriz 6 da localidade São João do Cariri foi a que apresentou maior ganho entre essas granulometrias, com concentração de 14,48 mg/g a mais. As matrizes de São João do Cariri (M4, M5 e M6) apresentaram maiores valores em relação as matrizes de Sumé, sendo a matriz 4 no tamanho de partícula de 148-74  $\mu\text{m}$  a de maior concentração com 44,11 mg/g. A matriz de maior concentração em Sumé não passou de 27,41 mg/g, obtida na granulometria de 297-149  $\mu\text{m}$ . Já para a parte aérea o destaque foi para as matrizes de Sumé, onde a matriz 1 se destacou em relação as demais matrizes, apresentando no menor tamanho de partícula 70,43 mg/g de taninos totais.

Assim como registrado para o teor de taninos, a concentração de flavonoides também foi maior na parte aérea quando comparado a periderme do caule. Em todos os tamanhos de partículas, a parte aérea possui um quantitativo que equivale a uma variação de acordo com as matrizes de cerca de 70 a 80% a mais de flavonoides em relação a periderme do caule. Os espécimes de São João do Cariri (M4, M5, M6) caracterizaram-se por menores teores de flavonoides em todos os tamanhos de partículas quando comparado os espécimes de Sumé (M1, M2, M3) (Figura 2).

**Figura 2.** Concentração de flavonoides (% e mg/g) em partículas 297-149  $\mu\text{m}$  (A), 148-74  $\mu\text{m}$  (B) e 73-37  $\mu\text{m}$  (C) da parte aérea e periderme do caule de diferentes espécimes em diferentes áreas de mata ciliar no Cariri Paraibano



**Legenda:** M1 a M3: Matrizes do Riacho da Umburana, Sumé -PB; M4 a M6: Matrizes do Riacho da Gangorra, São João do cariri -PB

**Fonte:** Dados da pesquisa

As matrizes de Sumé apresentaram maiores concentrações de flavonoides em relação as matrizes de São João do Cariri na parte aérea, sendo a matriz 3 no menor tamanho de partícula a de maior concentração com 4,43 mg/g. Para a periderme do caule as matrizes de São João do Cariri apresentaram maiores concentrações com destaque para a matriz 4 que obteve 1,48 mg/g.

Os espécimes adultos apresentaram diferença estatística para os teores de taninos e flavonoides tanto em relação ao tamanho de partícula como em relação aos diferentes ambientes de coleta, isso aconteceu tanto para a parte aérea como para a periderme do caule, evidenciando a influência dos espécimes coletados, ambiente e processamento da droga vegetal no controle de qualidade de taninos e flavonoides em *S. obtusifolium* (Tabela 1).

**Tabela 1.** Produção de taninos e flavonoides em espécimes de *Sideroxylon obtusifolium* em diferentes ambientes e com diferentes tamanhos de partículas

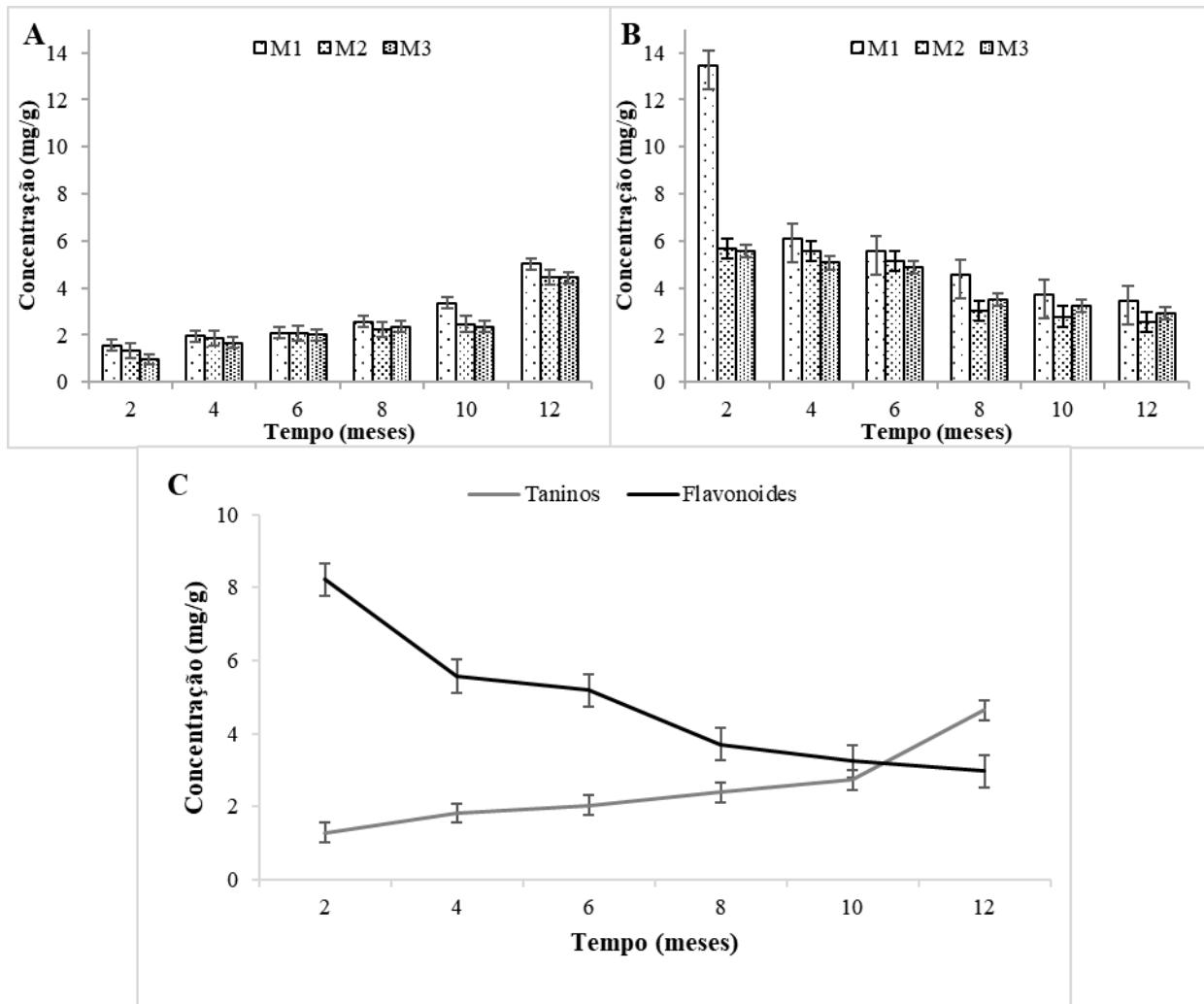
<i>Parte aérea</i>						
	Taninos (mg/g)			Flavonoides (mg/g)		
	279-149 µm	148-74 µm	73-37 µm	279-149 µm	148-74 µm	73-37 µm
Sumé	44,91d	48,53a	64,37a	2,69c	3,40b	4,09a
São João do Cariri	47,58cd	46,14cd	55,28b	2,09d	2,39cd	2,53c
<i>Periderme do caule</i>						
	Taninos			Flavonoides		
	279-149 µm	148-74 µm	73-37 µm	279-149 µm	148-74 µm	73-37 µm
Sumé	21,67b	21,48b	21,48b	0,73c	0,83b	0,98a
São João do Cariri	34,80a	39,13a	35,16a	0,89b	1,07a	1,30a

Médias seguida pela mesma letra para cada metabólito não diferenciam entre si pelo teste de Tukey a 5% de probabilidade

**Fonte:** Dados da pesquisa

Na produção de taninos e flavonoides de indivíduos cultivados integrais ao longo do tempo, observou-se que todas as matrizes apresentaram concentração crescente de taninos (Figura 3A) e concentração decrescente na concentração de flavonoides (Figura 3B). A concentração máxima de taninos ocorreu aos 12 meses com 5,01 mg/g na matriz 1, enquanto a concentração de flavonoides foi máxima aos 2 meses para todas as matrizes, em especial para a matriz 1 que atingiu 13,43 mg/g. Estes metabólitos apresentaram perfil de concentração inverso na maior parte do tempo avaliado (Figura 3C). Entretanto, após os 8 meses de desenvolvimento a concentração de flavonoides tende a uma estabilidade com média de 3,70 mg/g, 3,20 mg/g e 2,70 mg aos 8, 10 e 12 meses respectivamente, enquanto o teor de taninos aumenta aos 12 meses gerando um ponto de interseção após os 10 meses de desenvolvimento.

**Figura 3.** Produção de taninos (A) e flavonoides (B) em plantas integrais de *S. obtusifolium* ao longo do tempo



**Legenda:** M1 a M3: espécimes jovens descendentes de matrizes de São João Cariri-PB

**Fonte:** Dados da pesquisa

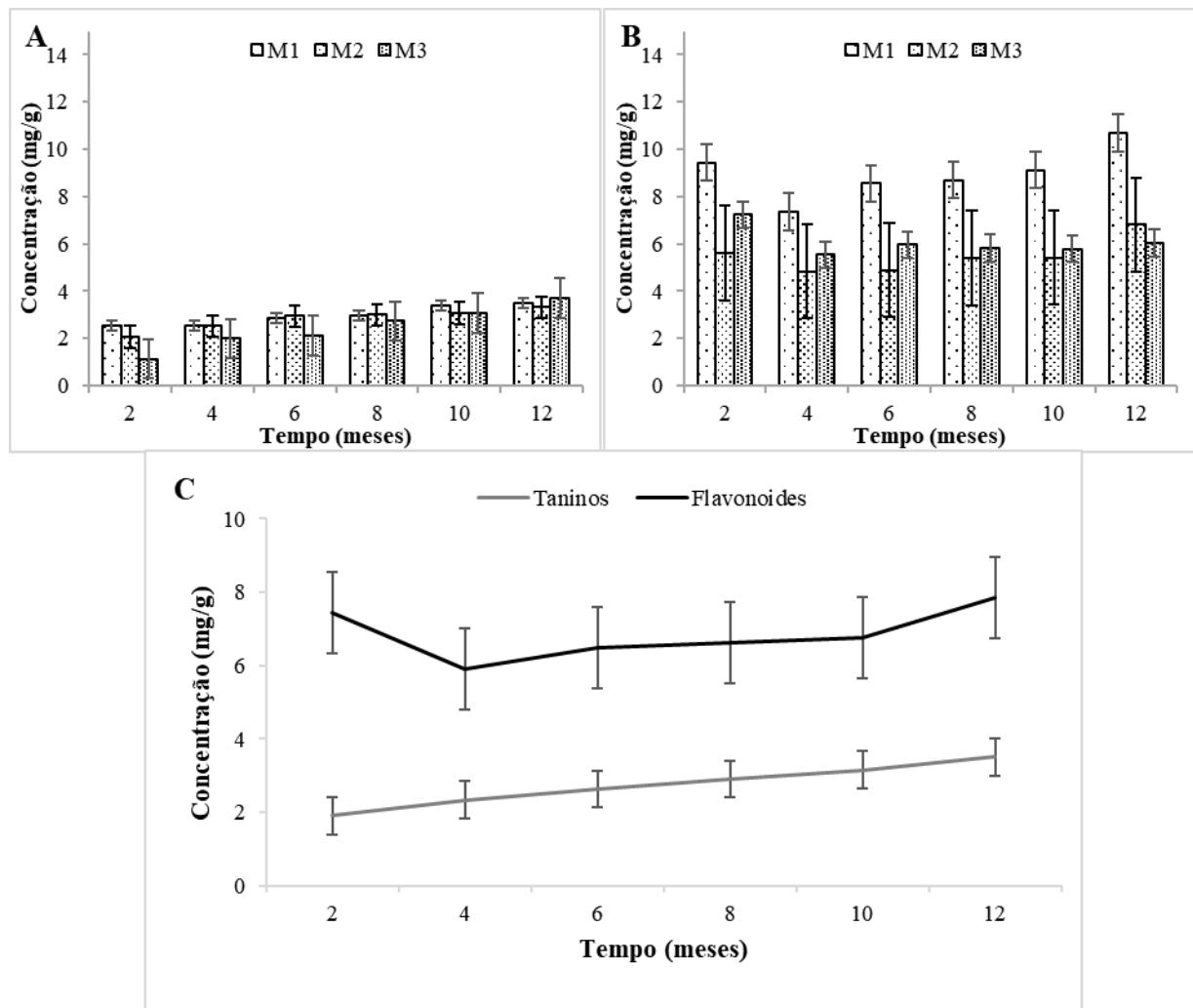
A produção de compostos fenólicos, taninos e flavonoides em espécies vegetais apresentam crescimento ascendente ao longo do tempo após a germinação, entretanto a maioria dos trabalhos se reportam apenas a parte inicial do desenvolvimento com estudos referentes a poucas horas por se tratar na maioria, de plantas alimentícias onde há interesse nos grãos e brotos muito jovens. De acordo com Casals e Zevallos (2010) os compostos fenólicos sintetizados ao longo da germinação servem como fatores de proteção contra a mudança ambiental e para a doação de estruturas. Entretanto, são escassos os trabalhos que avaliem a produção destes metabólitos em tempos mais prolongados visando a produção vegetal para fins medicinais.

Este é o primeiro estudo que avalia a quantificação de taninos e flavonoides em indivíduos jovens de *S. obtusifolium*, o qual conta com um acompanhamento controlado desde

a matrizes fornecedoras das sementes até o desenvolvimento ao longo de um ano de indivíduos jovens. Bączek *et al.* (2016) estudando o acúmulo de compostos fenólicos na erva betônica roxa (*Stachys officinalis* L.) originado de cultivo na Polônia observou que após dois anos à espécie apresentou na parte vegetativa 2,5% de taninos totais e 3,2% dos flavonoides identificados, valores inferiores ao da presente pesquisa a partir do décimo mês para taninos e do segundo ao oitavo mês para flavonoides.

A poda dos indivíduos não evidenciou muito efeito ao longo do tempo na concentração de taninos, havendo uma diferença entre a primeira e última avaliação de apenas 1 mg/g, 1,30 mg/g e 2,70 mg/g para a matriz 1, 2 e 3 respectivamente (Figura 4A). A poda não influenciou no comportamento da variação entre as matrizes para taninos, entretanto, provocou uma maior oscilação na produção de flavonoides entre matrizes com destaque para a matriz 1 a qual apresentou também a maior concentração de flavonoides ao longo do tempo em relação as demais matrizes com valor máximo de 10,70 mg/g 12 meses após a poda (Figura 4B). De modo geral, enquanto a produção de taninos de brotos permanece estável ao longo do tempo com médias variando de 2,30 a 3,50 mg/g, a produção de flavonoides apresenta um pico aos 2 meses após a poda com 7,40 mg/g, estabilização de 6 a 10 meses com média variando de 6,40 a 6,70 mg/g, o qual é seguido por um pico de 7,80 mg/g aos 12 meses (Figura 4C).

**Figura 4.** Produção de taninos (A) e flavonoides (B) em plantas de *Sideroxylon obtusifolium* podadas ao longo do tempo



**Legenda:** M1 a M3: espécimes jovens descendentes de matrizes de São João Cariri-PB  
**Fonte:** Dados da pesquisa

Em uma relação da produção de taninos e flavonoides ao longo do tempo, observou-se que não existe diferença estatística entre a produção de taninos das matrizes integrais e submetidas a poda, onde as médias variaram de 2,41 a 2,95 mg/g. A matriz 1 e 2 submetida a poda e a matriz 1 integral destacaram-se das demais em relação a concentração de flavonoides com média de 8,98 mg/g, 6,12 mg/g e 6,06 mg/g. A matriz 3 submetida a poda, embora não tenha apresentado valores estatisticamente diferentes das matrizes integrais, obteve média de 5,49, valor superior aos obtidos para os indivíduos integrais (Tabela 02).

**Tabela 2.** Produção de taninos e flavonoides em indivíduos integrais e de indivíduos podados em diferentes matrizes de *Sideroxylon obtusifolium*

Tratamento	Taninos (mg/g)	Flavonoides (mg/g)
Matriz 1 - Integral	2,76 a	6,12 ab
Matriz 1 - Poda	2,95 a	8,98 a
Matriz 2 - Integral	2,41 a	4,12 b
Matriz 2 - Poda	2,81 a	5,49 b
Matriz 3 - Integral	2,30 a	4,20 b
Matriz 3 - Poda	2,45 a	6,06 ab

Médias seguida pela mesma letra não diferenciam entre si pelo teste de Tukey a 5% de probabilidade

**Fonte:** Dados da pesquisa

Em relação ao tempo de avaliação de plantas integrais e podadas dentro do próprio mês (Tabela 03), no que se refere a produção de taninos, houve diferença significativa apenas aos 12 meses com média de 4,64 mg/g para indivíduos integrais. Plantas com 6 meses de desenvolvimento após a poda (2,63 mg/g) apresentaram resultado estatístico equivalente a plantas integrais aos 10 meses (2,73 mg/g). Relacionado a produção de flavonoides a maior concentração foi registrada aos 2 meses nas plantas integrais (9,22 mg/g). Do período que compreende 4 a 6 meses, plantas integrais e podadas apresentaram valores estatisticamente iguais variando de 5,19 mg/g a 6,47 mg/g. A partir dos 8 meses a concentração de flavonoides reduz significativamente nos indivíduos integrais, entretanto, a poda estimulou satisfatoriamente os valores, de forma que indivíduos coletados aos 8, 10 e 12 meses após a poda apresentou resultados estatisticamente iguais aos obtidos na planta integral aos 2 meses de desenvolvimento (Tabela 3).

**Tabela 3.** Produção de taninos e flavonoides de indivíduos integrais e de indivíduos podados ao longo do tempo de *Sideroxylon obtusifolium*

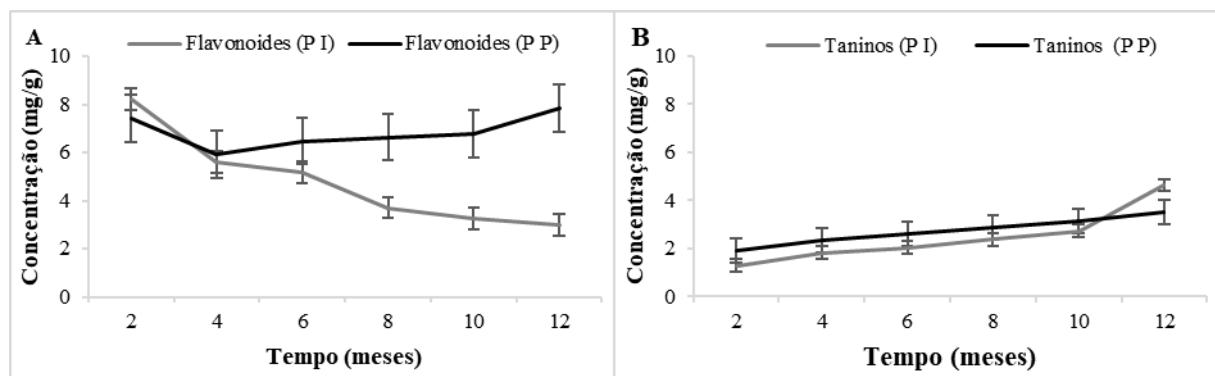
Tratamento	Taninos (mg/g)	Flavonoides (mg/g)
Integral (2 meses)	1,29 f	9,22 a
Podado (2 meses)	1,90 def	6,76 abc
Integral (4 meses)	1,83 ef	5,58 abc
Podado (4 meses)	2,34 cde	5,91 abc
Integral (6 meses)	2,04 def	5,19 abc
Podado (6 meses)	2,63 bcde	6,47 abc
Integral (8 meses)	2,39 cde	3,71 c
Podado (8 meses)	2,90 bcd	6,64 abc
Integral (10 meses)	2,73 bcde	3,24 c
Podado (10 meses)	3,16 bc	6,77 abc
Integral (12 meses)	4,64 a	2,96 c
Podado (12 meses)	3,51 b	7,85 ab

Médias seguida pela mesma letra não diferenciam entre si pelo teste de Tukey a 5% de probabilidade

**Fonte:** Dados da pesquisa

A concentração de flavonoides de indivíduos integrais e podados apresenta interseção próximo aos 4 meses de desenvolvimento, evidenciando uma produção comum deste metabólito neste período. A média aos 4 meses foi de 5,58 mg/g para plantas integrais e 5,91 mg/g para plantas podadas. Após os 4 meses as médias entre indivíduos integrais e podados se afastam significativamente (Figura 5A). As plantas podadas com análise após os 6 meses apresentaram de 20 a 62% de flavonoides a mais em relação as plantas integrais. A concentração de taninos nos indivíduos integrais e podados apresentam curva de tendência paralela dos 2 aos 10 meses com valores de 2,30 a 3,50 mg/g nos indivíduos podados e de 1,80 a 2,70 mg/g nos indivíduos integrais. Após os 10 meses ocorreu interseção entre plantas integrais e podadas (Figura 5B).

**Figura 5:** Médias de todas as matrizes na Produção de Flavonoides (A) e taninos (B) no cultivo de plantas integrais (P I) e podadas (P P) de *Sideroxylon obtusifolium*



**Fonte:** Dados da pesquisa

Os espécimes podados apresentaram elevado valor na concentração de flavonoides quando comparado a indivíduos adultos e jovens integrais, com 89,54% a mais de flavonoides quando comparado com a periderme do caule que é a parte da planta predominantemente usada no Semiárido brasileiro. Os valores apresentados dos espécimes jovens para taninos não se equiparam aos valores obtidos para adultos na parte aérea e periderme do caule, entretanto, a parte aérea adulta apresenta 27,22% e 60,95% a mais de taninos e flavonoides respectivamente em relação a periderme do caule.

**Tabela 4:** Produção de Flavonoides e taninos em espécimes adultas (parte aérea e periderme do caule) e jovens (integrais e podadas) de *Sideroxylon obtusifolium*

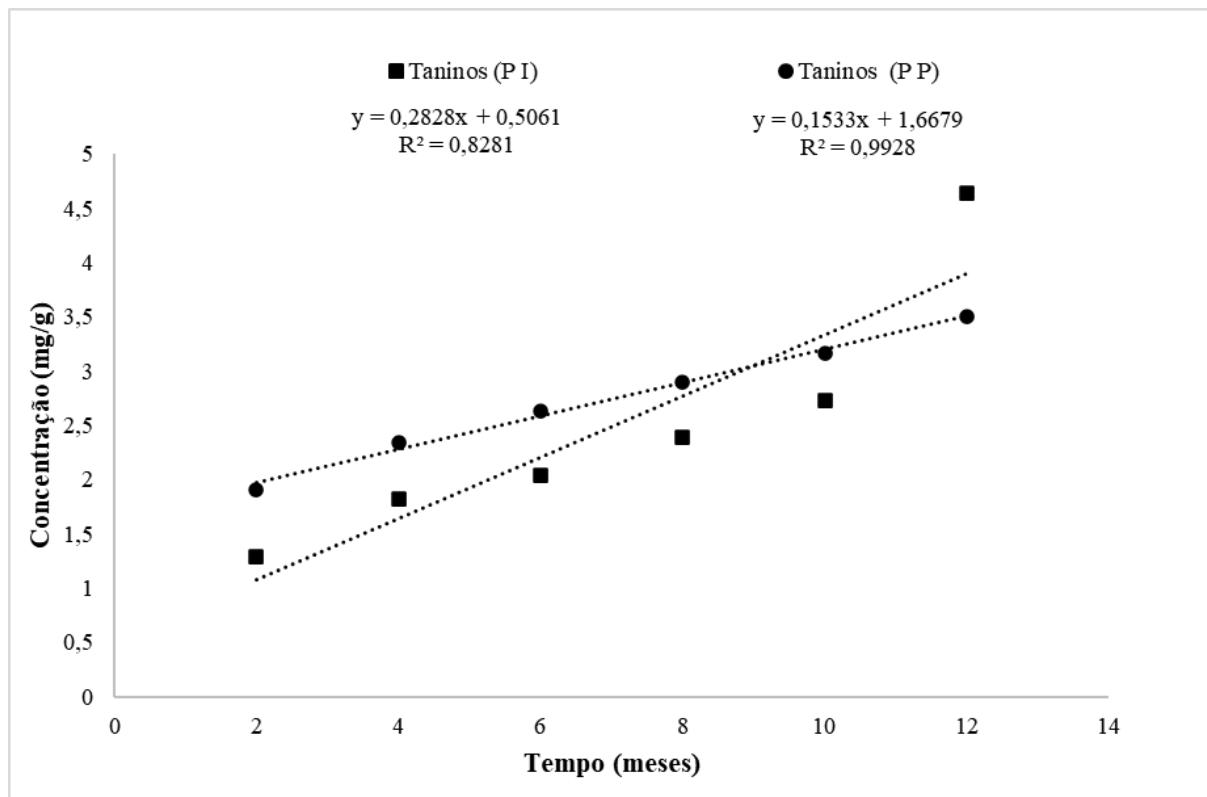
Tratamento	Taninos (mg/g)	Flavonoides (mg/g)
Jovens podados	2,96c	7,84a
Jovens integrais	4,63c	3,50b
Parte aérea dos adultos	47,76a	2,10b
Periderme do caule	34,76b	0,82b

Médias seguida pela mesma letra na coluna não diferenciam entre si pelo teste de Tukey a 5% de probabilidade  
**Fonte:** Dados da pesquisa

Os resultados demonstram, portanto, que apesar do uso tradicional intenso da periderme do caule que tem provocado a dizimação da população de *S. obtusifolium* no Cariri paraibano, este uso pode ser substituído pela parte aérea para taninos e flavonoides e pelos indivíduos cultivados para flavonoides que apresentam valores muito mais elevados. A substituição do uso da periderme do caule além de garantir maior eficiência nas suas aplicações promoverá a ainda a sustentabilidade da espécie.

Relacionado ao cultivo de *S. obtusifolium* observa-se linearidade para taninos nos indivíduos podados ( $R^2=0,992$ ) e tendência de linearidade ao longo do tempo de desenvolvimento para indivíduos integrais ( $R^2=0,828$ ). A falta de linearidade para os indivíduos integrais deu-se em função do aumento desproporcional de taninos aos 12 meses, sendo necessário portanto, estudos de maior durabilidade para acompanhamento da produção deste metabólito ao longo do tempo (Figura 6).

**Figura 6.** Linearidade da concentração de taninos no cultivo de plantas integrais (P I) e podadas (P P) de *Sideroxylon obtusifolium* ao longo do tempo

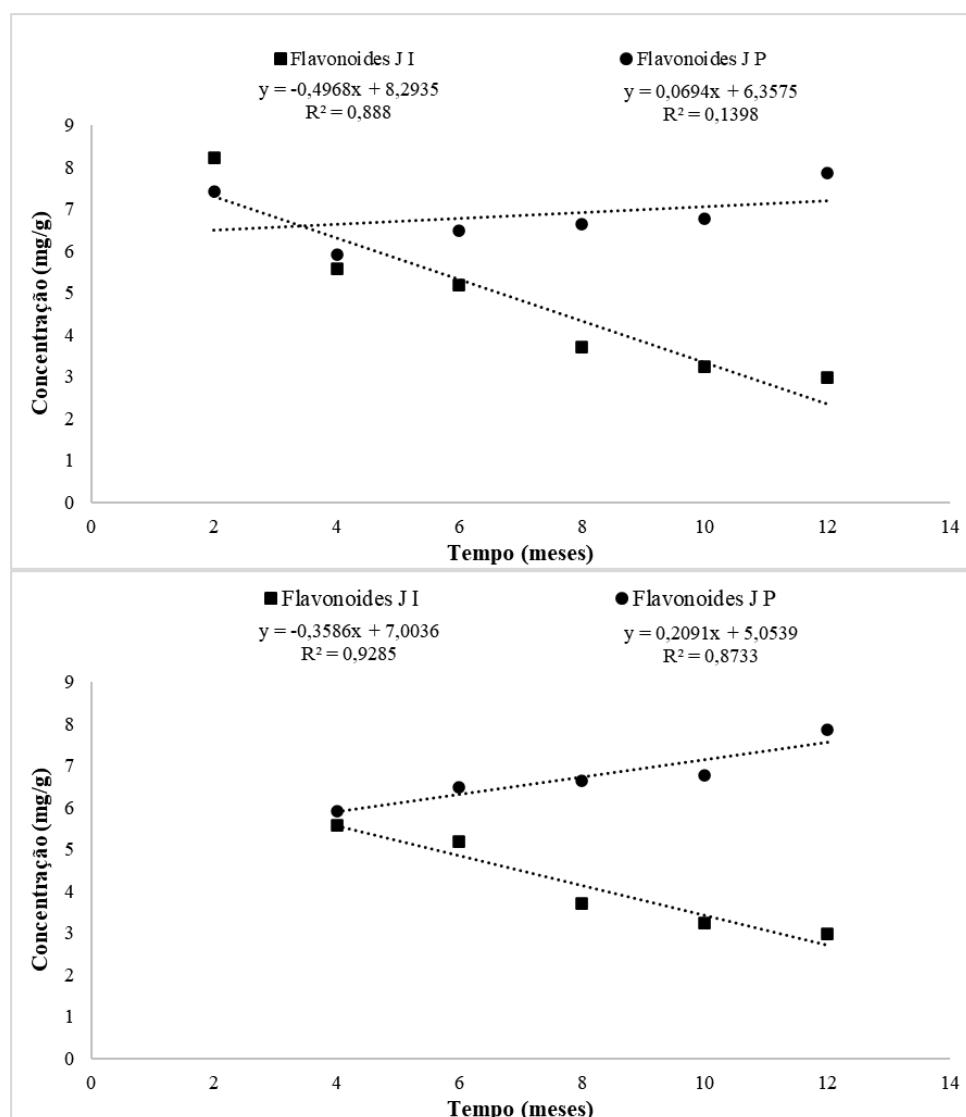


**Fonte:** Dados da pesquisa

A tendência de linearidade também foi observada para flavonoides em indivíduos integrais. Os indivíduos podados não apresentaram tendência de linearidade (Figura 8 A). A falta de tendência de modelo linear para os indivíduos podados deu-se em função dos valores

obtidos para as análises aos 2 meses, uma vez que excluído esse ponto, onde a recente aplicação da poda ainda está provocando diversas reações em seu metabolismo, a tendência de linearidade aumenta para 0,873 e os indivíduos integrais passam de 0,888 para 0,928 (Figura 8B). Os flavonoides apresentam-se mais instáveis no processo de desenvolvimento avaliado, principalmente quando os indivíduos são submetidos ao sistema de poda, entretanto observa-se uma tendência de estabilização de valores entre os 6 e 10 meses, dando maior garantia de qualidade quanto ao uso.

**Figura 7.** Linearidade da concentração de Flavonoides no cultivo de plantas integrais (J I) e podadas (J P) de *Sideroxylon obtusifolium* dos 2 a 12 meses (A) e dos 4 a 12 meses (B) de desenvolvimento



**Fonte:** Dados da pesquisa

As plantas jovens são mais frágeis que indivíduos adultos, de forma que os vegetais desenvolvem mecanismos de defesa específicos em cada fase desenvolvimento, a exemplo da

produção de compostos fenólicos (SPANHOL *et al.*, 2020), de forma que indivíduos muito jovens pode apresentar grandes variações destes metabólitos de acordo com as adversidades que são submetidas a exemplo de um sistema de poda. De acordo com Simões *et al.* (2010) a biossíntese e o acúmulo de flavonoides nas plantas estão interligados a diversas funções dos vegetais, como a proteção contra incidência de raios ultravioletas, contra insetos, fungos, vírus, bactérias, e como mecanismo de defesa contra estresses ambientais.

De acordo com Pop *et al.* (2009) a capacidade de rendimento vegetal é significativamente influenciada pela tecnologia de cultivo, bem como a concentração de princípios ativos como flavonoides e polifenóis totais. Os autores demonstraram que tecnologias simples como o aumento do adensamento de 30 à 70 plantas m<sup>2</sup> de *Calendula officinalis* L., uma importante espécie medicinal da Romênia contribui com o aumento significativamente do teor de polifenóis e flavonoides que passam de 0,228 para 0,308 (g%) e 3,34 para 4,48 (g%) respectivamente.

Astasopoulos *et al.* (2011) avaliando o método de cultivo orgânico e convencional de *Koroneiki* cv. Observaram que o cultivo orgânico apresentou maior teor total de fenóis. Os autores relataram ainda diferenças significativas relacionadas ao ano de cultivo e fase de maturação, enfatizando mais uma vez as variações biológicas de plantas na qualidade e quantidade metabólitos secundários.

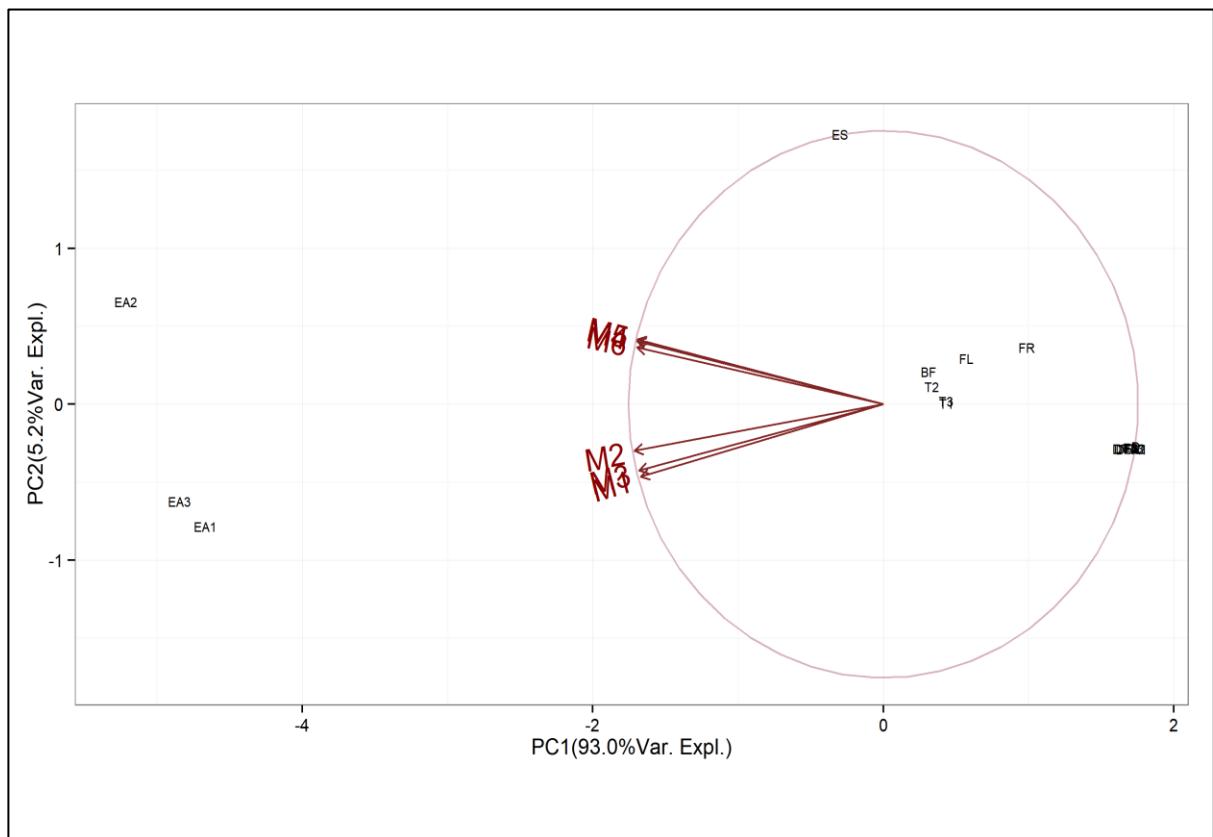
A concentração de compostos fenólicos e suas propriedades são relatadas na literatura por suas variações em função principalmente pela variedade de indivíduos dentro da mesma espécie, entretanto, outros fatores, como condições climáticas ou agronômicas, amadurecimento, tempo de colheita, tempo e condições de armazenamento também são enfatizados (RUSCONI; CONTI, 2010; ORACZ *et al.*, 2015;).

Na Índia, Tewar *et al.*, (2017) geraram o primeiro relatório sobre a agroindústria da cultura medicinal ayurvédica e comercialmente importante sob tratamento de fertilizantes orgânicos, tempo de coleta comparando localização geográfica de plantas silvestres e plantas cultivadas após 4 anos, analisando o controle de qualidade de flavonoides e polifenóis de compostos bioativos de *Saraca asoca* (Roxb.), concluindo que para esta espécie o vermicomposto e biofertilizante na média de 20g/planta aumentam o rendimento do extrato e teor de flavonoides e polifenóis nas plantas cultivadas (TEWAR *et al.*, 2017). Assim como *S. obtusifolium*, *S. asoca* apresenta crescimento lento, sendo necessário a produção vegetal em curto tempo sem comprometimento do extrato.

A padronização da parte aérea para uso de taninos é imprescindível, na qual se faz necessário a associação de diversos parâmetros desde a sistematização de coleta, processamento e desenvolvimento de técnicas de extração deste componente, assim como a origem dos indivíduos cultivados também deve possuir rastreabilidade. Através da análise de componentes principais foi possível definir os parâmetros que mais influenciam no resultado final das concentrações de taninos e flavonoides em *S. obtusifolium*, sendo as drogas vegetais submetidas a diferentes técnicas, entre elas estudos ecológicos e análise térmicas.

Buscando o agrupamento de informações da caracterização da periderme do caule de espécimes de *S. obtusifolium*, observou-se que os dois primeiros componentes principais (PC) foram responsáveis por 98,2% da variação total, da caracterização das espécimes, em que o PC1 foi responsável por 93,0% e o PC2, por 5,2% da explicação dos dados. A primeira componente principal representa um efeito geral de todas as variáveis, embora com predominância dos efeitos dos espécimes M4, M5 e M6, ambas de São João do Cariri (com coeficientes médios iguais a -0,409. A segunda componente principal apresentou maior efeito para os espécimes de Sumé (M1, M2 e M3) com coeficiente médio de -0,405. Obteve-se portanto, a formação de dois grupos, sendo o primeiro constituído principalmente pelas espécimes de São João do Cariri (S4, S5 e S6) e o segundo pelas matrizes de Sumé (S1, S2 e S3). Todas as matrizes obtiveram autovetores negativamente altos, logo os scores que mais contribuem para a caracterização desses espécimes, possuem valores baixos, sendo elas as energias de ativação e emergência de sementes para a PC2 e a energia de ativação no maior e menor tamanho de partícula, análise térmica diferencial e concentração de flavonoides em todos os tamanhos de partículas e o índice de qualidade de Dickson (Figura 9).

**Figura 8.** Análise de componentes principais da produção de taninos e flavonoides na periderme do caule com parâmetros ecológicos avaliados por diferentes técnicas em espécimes de *Sideroxylon obtusifolium*



**Legenda:** M1, M2, M3: Matrizes adultas de São João do Cariri; M4, M5, M6: Matrizes adultas de Sumé; BF: Botão Floral; FL: Floração; FR: Frutificação; MS, DS e ES: Massa diâmetro e emergência de sementes respectivamente; D: Índice de qualidade de Dickson; T1, T2, T3; F1, F2, F3 e EA1, EA2, EA3: produção de taninos (T), flavonoides (F) e Energia de ativação (E-A) em partículas de 297-149, 148-74, 73-37 µm;

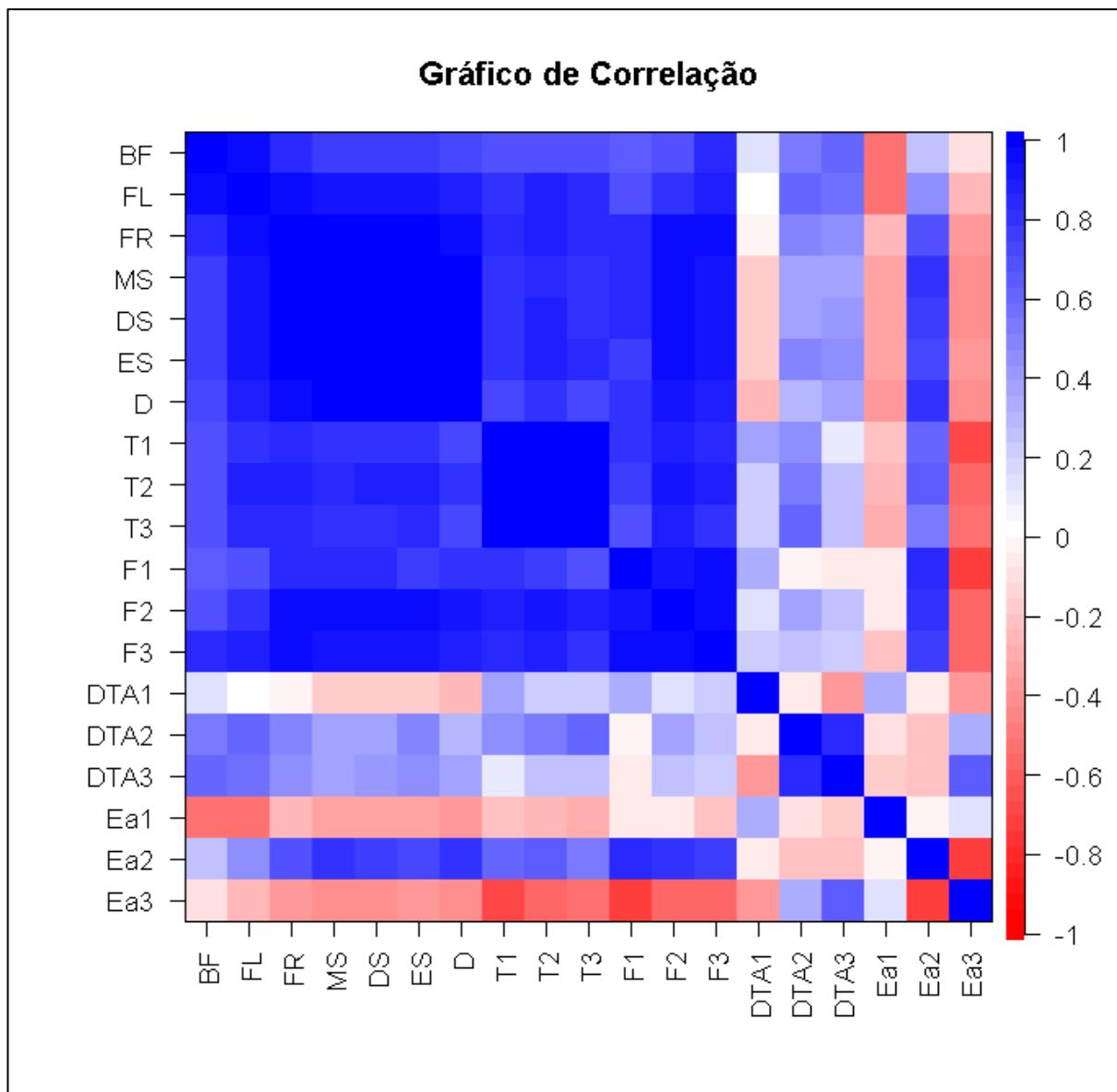
**Fonte:** Dados da pesquisa

De modo geral observou-se um padrão de correlação positiva alta entre os estágios fenológicos, caracterização de sementes, índice de qualidade de Dickson, concentração de taninos e flavonoides em todos os tamanhos de partículas e a energia de ativação no tamanho intermediário de partículas, sendo que esta última apresentou correlação fraca moderada com floração, frutificação e concentração de taninos. A energia de ativação no maior e menor e tamanho de partícula também apresentou correlação neutra a inversa com os parâmetros ecológicos e produção de taninos e flavonoides (Figura 10).

A concentração de flavonoides apresentou correlação significativa ( $P<0,05$ ) positiva de 0,94 com a massa e diâmetro de sementes no maior e menor tamanho de partícula e de 0,88 no tamanho intermediário. A frutificação apresentou apenas correlação positiva no menor tamanho de partícula (0,89), assim como a emergência de sementes se correlacionou apenas com a concentração de flavonoides no tamanho de partícula intermediário (0,88). O índice de qualidade de Dickson apresentou correlação de 0,88 no menor e maior tamanho de partículas.

A concentração de taninos no tamanho intermediário de partículas apresentou correlação de 0,88 com a massa, diâmetro e emergência de sementes. O menor tamanho de partícula apresentou correlação de 0,94 com a emergência de sementes. A correlação entre a energia de ativação no tamanho intermediário de partícula com a massa e diâmetro de sementes foi de 0,82. A energia de ativação no menor tamanho de partícula apresentou correlação inversa de 0,52 com a massa e diâmetro de sementes e de 0,66 e 0,71 com a produção de taninos e flavonoides respectivamente no maior tamanho de partícula (Figura 9).

**Figura 9.** Matriz de correlação via fatores principais da produção de taninos e flavonoides na periderme do caule com parâmetros ecológicos avaliados por diferentes técnicas em espécimes de *Sideroxylon obtusifolium*

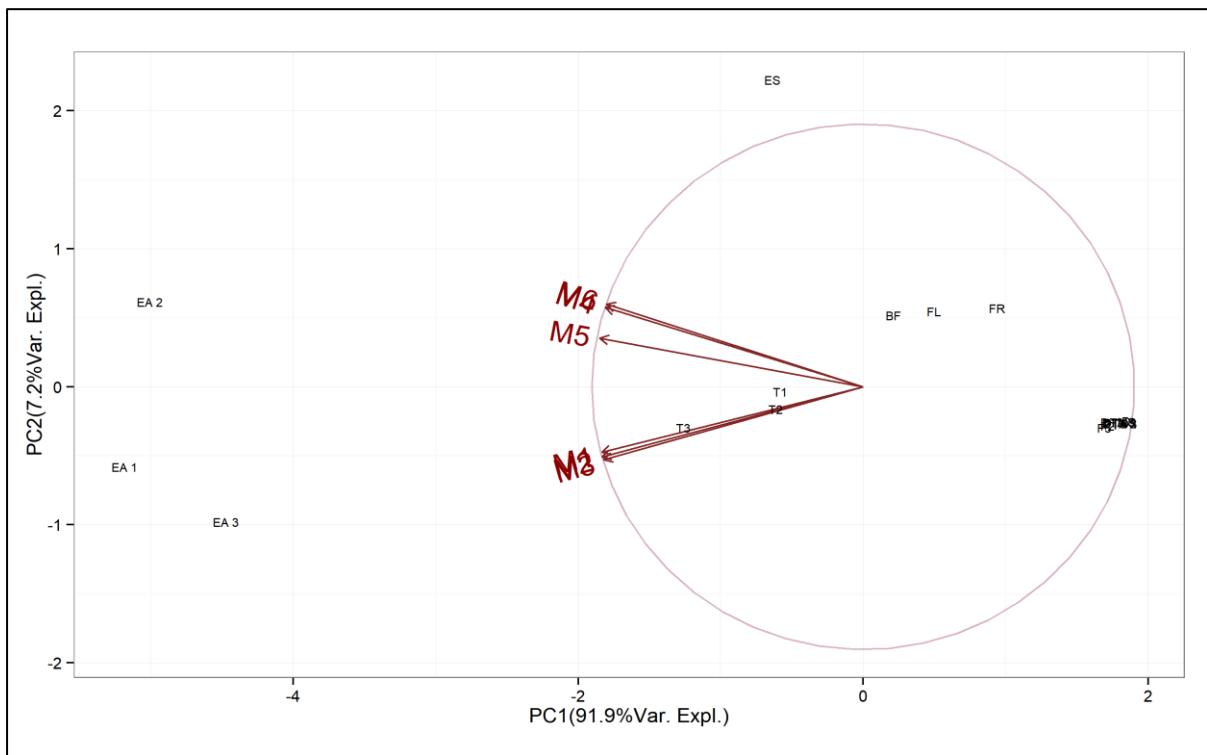


**Legenda:** M1, M2, M3: Matrizes adultas de São João do Cariri; M4, M5, M6: Matrizes adultas de Sumé; BF: Botão Floral; FL: Floração; FR: Frutificação; MS, DS e ES: Massa diâmetro e emergência de sementes respectivamente; D: Índice de qualidade de Dickson; T1, T2, T3; F1, F2, F3 e EA1, EA2, EA3: produção de taninos (T), flavonoides (F) e Energia de ativação (E-A) em partículas de 297-149, 148-74, 73-37 µm

**Fonte:** Dados da pesquisa

A análise de componentes principais da parte aérea demonstrou que os dois primeiros componentes principais (PC) foram responsáveis por 99,1% da variação total, da caracterização dos espécimes, em que o PC1 foi responsável por 91,9% e o PC2, por 7,2% da explicação dos dados. A primeira componente principal representa um efeito geral de todas as variáveis, embora com predominância dos efeitos dos espécimes M1, M2 e M3, ambas Sumé (com coeficientes médios iguais a -0,409). A segunda componente principal apresentou maior efeito para os espécimes de São João do Cariri (M5, M4 e M6) com coeficiente médio de -0,407. Todas as matrizes obtiveram autovetores negativamente altos, logo os scores que mais contribuem para a caracterização desses espécimes, possuem valores baixos, sendo elas as energias de ativação, a caracterização das sementes, os valores de entalpia, o índice de qualidade de Dickson, as concentrações de flavonoides e a concentração de taninos no menor tamanho de partícula, (Figura 11).

**Figura 10.** Análise de componentes principais da produção de taninos e flavonoides da parte aérea com parâmetros ecológicos avaliados por diferentes técnicas em espécimes de *Sideroxylon obtusifolium*

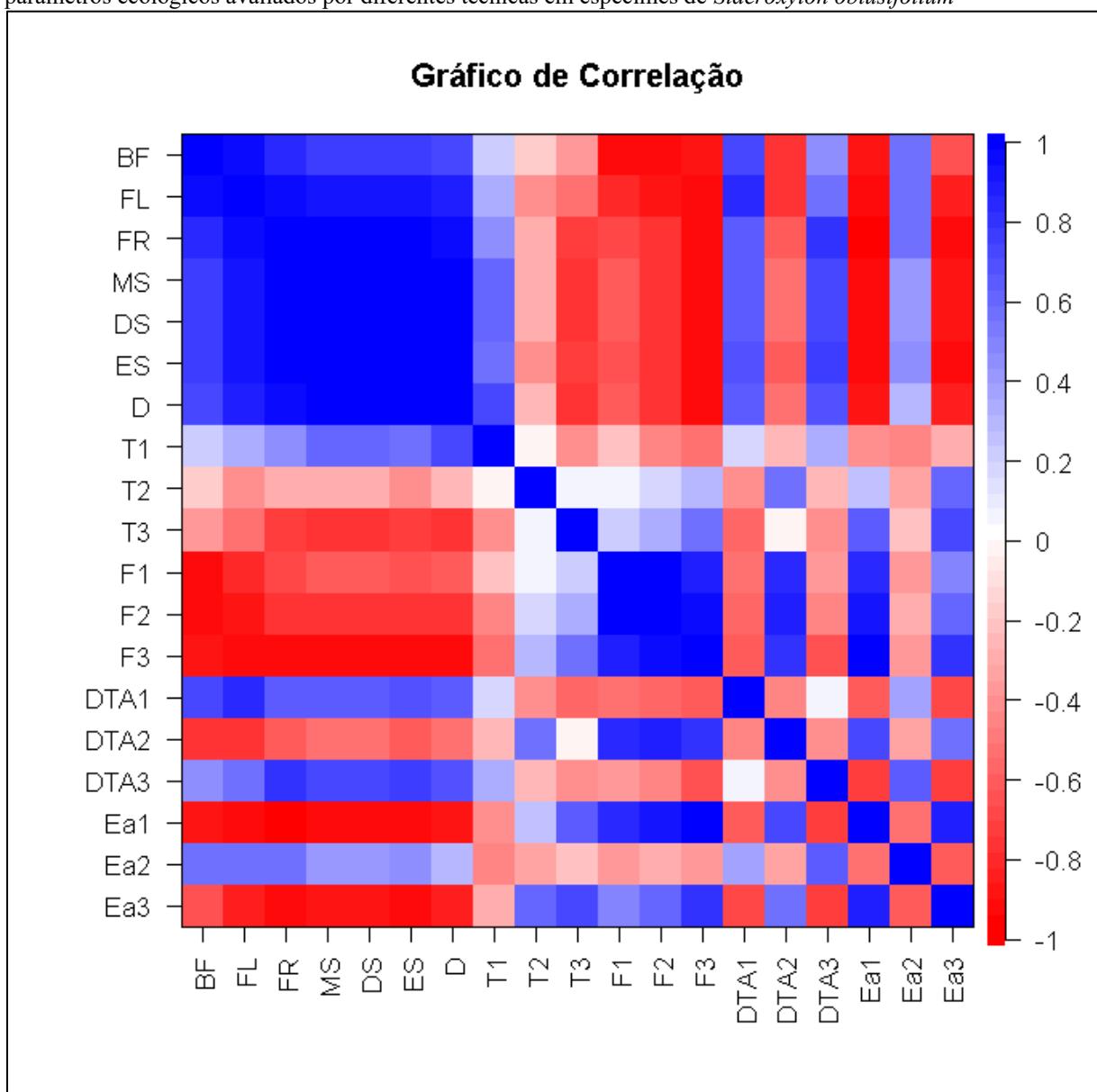


**Legenda:** M1, M2, M3: Matrizes adultas de São João do Cariri; M4, M5, M6: Matrizes adultas de Sumé; BF: Botão Floral; FL: Floração; FR: Frutificação; MS, DS e ES: Massa diâmetro e emergência de sementes respectivamente; D: Índice de qualidade de Dickson; T1, T2, T3; F1, F2, F3; DTA1, DTA2, DTA3 e EA1, EA2, EA3: produção de taninos (T), flavonoides (F), entalpia (DTA) e Energia de ativação (EA) em partículas de 297-149, 148-74, 73-37 µm

**Fonte:** Dados da pesquisa

De acordo com a figura 12 observa-se para a parte aérea de *S. obtusifolium* alta correlação positiva entre os estágios fenológicos reprodutivos, emergência de sementes, índice de qualidade de Dickson, entalpia no maior e menor tamanho de partícula. Estes mesmos parâmetros apresentaram correlação inversa com a produção de flavonoides em todos os tamanhos de partículas, taninos e energia de ativação no tamanho intermediário e menor, e entalpia no tamanho intermediário (Figura 11).

**Figura 11.** Matriz de correlação via fatores principais da produção de taninos e flavonoides da parte aérea com parâmetros ecológicos avaliados por diferentes técnicas em espécimes de *Sideroxylon obtusifolium*



**Legenda:** M1, M2, M3: Matrizes adultas de São João do Cariri; M4, M5, M6: Matrizes adultas de Sumé; BF: Botão Floral; FL: Floração; FR: Frutificação; MS, DS e ES: Massa diâmetro e emergência de sementes respectivamente; D: Índice de qualidade de Dickson; T1, T2, T3; F1, F2, F3; DTA1, DTA2, DTA3 e EA1, EA2, EA3: produção de taninos (T), flavonoides (F), entalpia (DTA) e Energia de ativação (EA) em partículas de 297-149, 148-74, 73-37 µm

**Fonte:** Dados da pesquisa

A concentração de flavonoides nos tamanhos de partícula intermediário e menor apresentou correlação significativa ( $P>0,05$ ) negativa de -0,88 com o índice de qualidade de Dickson. A produção de taninos no menor tamanho de partículas apresentou correlação de -0,82 com a massa e diâmetro de sementes, no maior tamanho de partícula este metabólito apresentou correlação de 0,88 com o índice de qualidade de Dickson. A emergência de sementes apresentou correlação de 0,82 com a entalpia no maior tamanho de partícula e de 0,94 com energia de ativação no menor tamanho de partícula da parte aérea. A energia de ativação apresentou correlação de -0,89 com o índice de botões florais e floração, de -0,99 com o índice de frutificação, -0,88 com a massa, diâmetro e emergência de sementes e de 0,76 com o índice de qualidade de Dickson (Figura 12).

Relacionado aos diferentes tamanhos de partículas da parte aérea e periderme do caule, foi observado que o tamanho de partícula de 148-74  $\mu\text{m}$  apresenta variações quanto ao padrão de correlações positivas e negativas principalmente nas avaliações de análises térmicas. Tais resultados podem ser justificados pela falta de padronização na separação granulométrica obtida por tamisador industrial.

A análise de componentes principais dos espécimes jovens demonstrou que estes são enquadrados em apenas uma componente, dado que a primeira componente foi responsável por 99,6% da variação total. Todos os espécimes apresentaram coeficiente de 0,57 na primeira componente. Os scores que mais contribuem para a caracterização desses espécimes, foi a energia de ativação nas duas fases de desenvolvimento e a emergência de sementes (Figura 12).

**Figura 12.** Análise de componentes principais de espécimes jovens cultivadas de *Sideroxylon obtusifolium*



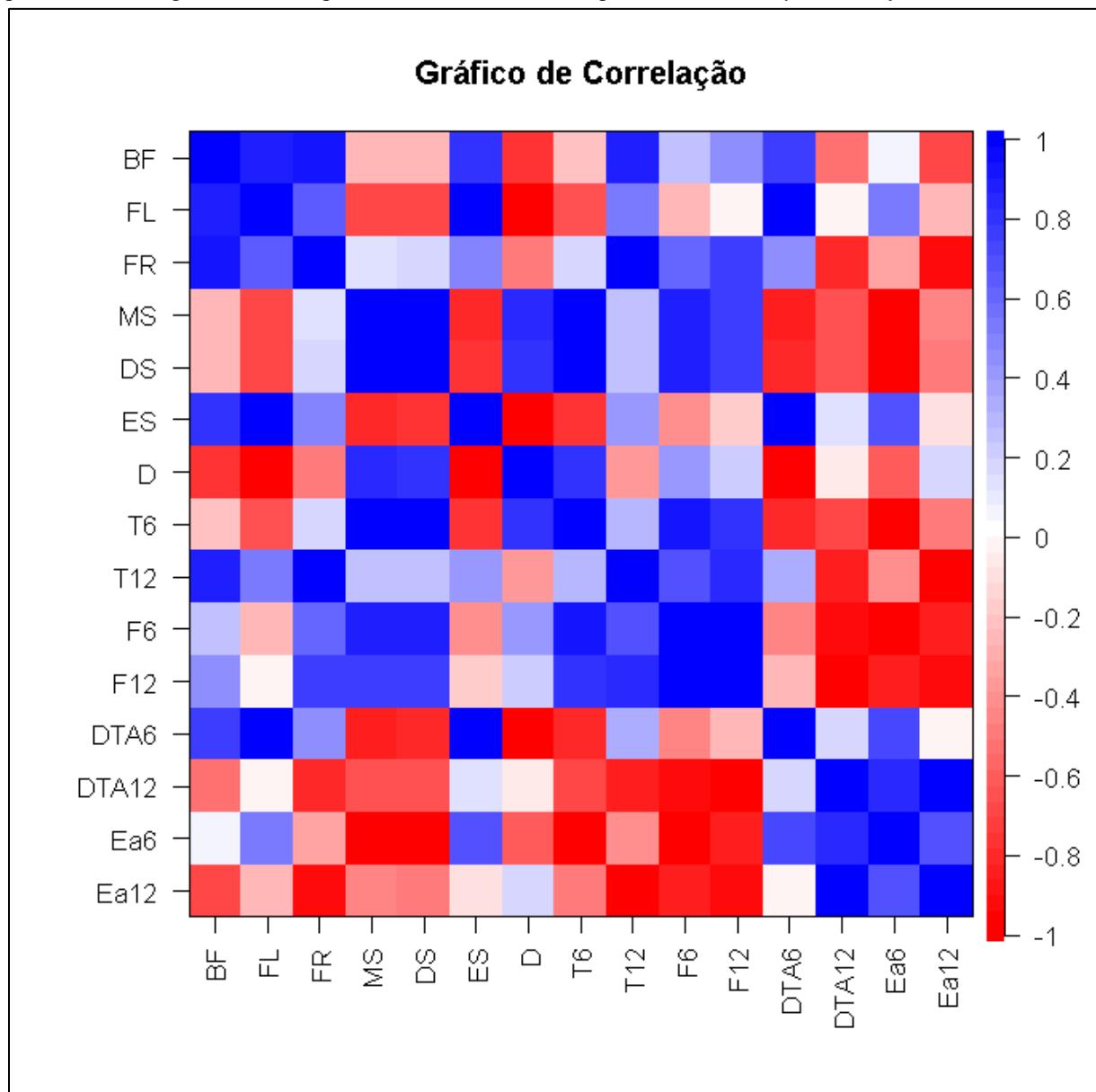
**Legenda:** MJ1, MJ2, MJ3: Matrizes jovens cultivadas; BF: Botão Floral; FL: Floração; FR: Frutificação; MS, DS e ES: Massa diâmetro e emergência de sementes respectivamente; D: Índice de qualidade de Dickson; T1, T2, T3; F1, F2, F3; DTA1, DTA2, DTA3 e EA1, EA2, EA3: produção de taninos (T), flavonoides (F), entalpia (DTA) e Energia de ativação ( $E_a$ ) em partículas de 297-149, 148-74, 73-37  $\mu\text{m}$

**Fonte:** Dados da pesquisa

Análises de PCA com explicação de variância de 99% em único componente é possível de acordo com o tipo de conjunto de dados avaliados. Os indivíduos avaliados além de tratarse da mesma espécie, possuem descendência de espécimes de uma mesma localidade (São João do Cariri) que também se agruparam em um mesmo componente quando avaliadas com espécimes de outras localidades. O fato destes indivíduos terem sido cultivados nas mesmas condições também influenciam fortemente no agrupamento único. Estas características são importantes no que se refere a obtenção da padronização de informações de espécimes cultivados, uma vez que espécimes silvestres apresentam mais variabilidade dificultando o processo de compreensão das suas informações para o controle de qualidade de drogas vegetais por exemplo. Kumar *et al.* (2018) também encontrou justificativa de variância de 99% em um único componente principal ao avaliar o efeito larvicida de nanopartículas a partir solventes na de extrato de cascas *Holarrhena antidysenterica* (L.) Wall. com diferentes solventes.

A concentração de taninos aos 6 meses apresentou correlação ( $P>0,05$ ) positiva com o diâmetro e massa de sementes (0,98), índice de qualidade de Dickson (0,75), aos 12 meses esses parâmetros apresentaram correlação fraca. Os flavonoides aos 6 e 12 meses apresentaram correlação positiva com o diâmetro (0,85) e massa de sementes (0,87) e correlação fraca com a emergência e índice de qualidade de Dickson. De modo geral os dados térmicos, fenológicos, caracterização de sementes com exceção da emergência, qualidade de Dickson e produção de metabólitos apresentaram correlação positiva entre si (Figura 13).

**Figura 13.** Matriz de correlação via fatores principais da produção de taninos e flavonoides da parte aérea com parâmetros ecológicos avaliados por diferentes técnicas em espécimes de *Sideroxylon obtusifolium*



**Legenda:** M1, M2, M3: Matrizes adultas de São João do Cariri; M4, M5, M6: Matrizes jovens de São João do Cariri; BF: Botão Floral; FL: Floração; FR: Frutificação; MS, DS e ES: Massa diâmetro e emergência de sementes respectivamente; D: Índice de qualidade de Dickson; T6, T12; F6, F12; DTA6, DTA12, e EA6, EA12: produção de taninos (T), flavonoides (F), entalpia (DTA) e Energia de ativação (EA) aos 6 e 12 meses de desenvolvimento

**Fonte:** Dados da pesquisa

Todos os parâmetros avaliados foram agrupados em um único fator para a periderme do caule. Na parte aérea houve exclusão de um parâmetro (entalpia no tamanho de partícula 297-149 µm) por apresentar cargas neutras, possuindo, portanto, baixo poder de correlação com os demais parâmetros dentro do agrupamento. Para os indivíduos jovens a análise factorial agrupou os parâmetros em dois fatores. Os parâmetros que possuíram maior poder de correlação na periderme do caule foram frutificação (0,98), diâmetro, massa e emergência de sementes (0,97

cada) e a produção de flavonoides nos menores tamanhos de partículas (0,96). A energia de ativação no maior e menor tamanho de partícula apresentou efeito inverso dentro das correlações com carga fatorial de -0,35 e -0,54. Na parte aérea os parâmetros que mais se destacaram pelas cargas fatoriais foram energia de ativação no menor e maior tamanho de partícula (-0,98 e -0,90), frutificação e emergência (0,98 cada), floração, diâmetro e massa de sementes (0,97 cada), concentração de flavonoides no menor tamanho de partículas (-0,97) e índice de qualidade de Dickson (0,94). Relacionado aos indivíduos jovens, as maiores contribuições para o agrupamento 1 foi a energia de ativação aos 6 meses com -0,99, massa e diâmetro de sementes com 0,96 e 0,85 respectivamente e concentração de flavonoides com 0,94 aos 6 meses. No segundo agrupamento as maiores cargas foram para botões florais, frutificação e produção de taninos aos 12 meses com cargas de 0,96, 0,92 e 0,91 respectivamente. Observou-se nesse agrupamento, efeito inverso para o índice de qualidade de Dickson (-0,76) (Tabela 5).

**Tabela 5.** Variância Específica, Comunalidades e cargas fatoriais das categorias das fenofases reprodutivas, caracterização de sementes, desenvolvimento vegetal, produção de taninos e flavonoides na periderme do caule, parte aérea e em indivíduos jovens de *Sideroxylon obtusifolium*

Parâmetro	Periderme do caule			Parte aérea			Jovens			CF I 2
	VE	CM	CF	VE	CM	CF	VE	CM		
BF	0,36	0,63	0,79	0,23	0,76	0,87	0,07	0,92	-0,02	0,96
FL	0,14	0,85	0,92	0,06	0,93	0,96	0,14	0,85	-0,48	0,78
FR	0,03	0,96	0,98	0,03	0,96	0,98	0,08	0,91	0,23	0,92
MS	0,05	0,94	0,97	0,01	0,93	0,96	0,03	0,96	0,96	-0,19
DS	0,05	0,94	0,97	0,06	0,93	0,96	0,22	0,77	0,85	-0,25
ES	0,05	0,94	0,97	0,03	0,96	0,98	0,19	0,80	-0,60	0,66
D	0,12	0,87	0,93	0,11	0,88	0,94	0,02	0,97	0,63	-0,76
T1	0,20	0,79	0,89	0,78	0,21	0,46	---	---	---	---
T2	0,12	0,87	0,93	0,85	0,14	-0,37	---	---	---	---
T3	0,21	0,78	0,88	0,58	0,41	-0,64	---	---	---	---
T6	---	---	---	---	---	---	0,45	0,54	0,74	0,01
T12	---	---	---	---	---	---	0,01	0,99	0,38	0,91
F1	0,27	0,72	0,85	0,39	0,60	-0,77	---	---	---	---

Parâmetro	Periderme do caule			Parte aérea			Jovens				
	VE	CM	CF	VE	CM	CF	VE	CM	CF	I	2
F2	0,08	0,91	0,96	0,23	0,76	-0,87	---	---	---	---	---
F3	0,09	0,90	0,96	0,04	0,95	-0,97	---	---	---	---	---
F6	---	---	---	---	---	---	0,01	0,99	0,94	0,33	
F12	---	---	---	---	---	---	0,04	0,95	0,79	0,56	
DTA 1	0,99	0,01	0,03	0,48	0,51	0,71	---	---	---	---	---
DTA 2	0,83	0,16	0,40	0,48	0,51	-0,71	---	---	---	---	---
DTA 3	0,89	0,10	0,32	0,48	0,51	0,71	---	---	---	---	---
DTA 6	---	---	---	---	---	---	0,01	0,99	-0,70	0,71	
DTA 12	---	---	---	---	---	---	0,09	0,90	-0,79	-0,52	
EA 1	0,87	0,12	-0,35	0,03	0,96	-0,98	---	---	---	---	---
EA 2	0,48	0,51	0,71	0,74	0,25	0,50	---	---	---	---	---
EA 3	0,71	0,28	-0,54	0,18	0,81	-0,90	---	---	---	---	---
EA 6	---	---	---	---	---	---	0,01	0,99	-0,99	-0,03	
EA 12	---	---	---	---	---	---	0,19	0,80	-0,64	-0,62	

**Legenda:** VE: Variância específica; CM: comunalidade; CF: Carga fatorial; BF: Botão Floral; FL: Floração; FR: Frutificação; MS, DS e ES: Massa diâmetro e emergência de sementes respectivamente; D: Índice de qualidade de Dickson; T1, T2, T3; F1, F2, F3; DTA1, DTA2, DTA3 e EA1, EA2, EA3: produção de taninos (T), flavonoides (F), entalpia (DTA) e Energia de ativação (EA) em partículas de 297-149, 148-74, 73-37 µm; T6, T12; F6, F12; DTA6, DTA12, e EA6, EA12: produção de taninos (T), flavonoides (F), entalpia (DTA) e Energia de ativação (EA) aos 6 e 12 meses de desenvolvimento

**Fonte:** Dados da pesquisa

Para a periderme do caule os valores de entalpia e a energia de ativação no menor e maior tamanho de partículas apresentaram comunalidade abaixo de 0,5. Na parte aérea foram registrados valores abaixo de 0,5 para os dados de entalpia, taninos e energia de ativação no tamanho intermediário de partículas. Os valores de comunalidade para os indivíduos jovens foram  $\geq 0,54$ . Os valores de comunalidade asseguram que a análise fatorial é uma técnica adequada a ser aplicada nos dados, visto que são as quantidades das variâncias de cada variável explicada pelos fatores. Quanto maior a comunalidade, maior é o poder de explicação da variável pelo fator. Comunalidades superiores a 0,5 são consideradas desejáveis (NEISSE; HONGYU, 2016).

A aplicação da análise multivariada permitiu verificar dentre os parâmetros avaliados relacionado a caracterização ecológica e avaliação da droga vegetal de *S. obtusifolium* que de

modo geral a massa e diâmetro de sementes, índice de qualidade Dickson e frutificação contribuem como indicadores das concentrações de taninos e flavonoides da parte aérea e periderme do caule de espécimes silvestres e de espécimes cultivadas em diferentes estágios de desenvolvimento avaliados em espectrofotômetro visível, podendo assim, orientar a coleta da matéria prima para formulação da droga vegetal, que contenha as maiores concentrações deste metabólito que são os grandes responsáveis pelo uso medicinal da espécie estudada.

A análise de componentes principais tem sido amplamente aplicada para a interpretação de muitas variáveis e obtenção de resultados exitosos nas mais diferentes áreas do conhecimento (HONGYU *et al.*, 2016) pela capacidade de reduzir a dimensionalidade das variáveis e agrupar as observações por similaridade. A Análise Fatorial (AF) engloba técnicas multivariadas que buscam evidenciar fatores que influenciam na variabilidade de um grupo ou de todas as variáveis originais sendo que as variáveis que partilham de variâncias comuns são atribuídas a um mesmo fator (BROWN, 2006). De acordo com Damásio (2012) o fator é uma variável não mensurada no estudo original que tem influência em mais de uma das variáveis originais. Assim, o objetivo da análise fatorial é agrupar as variáveis de variabilidades afins em fatores de forma a reduzir a massa de dados com a mínima perda de informação possível (NEISSE; HONGYU, 2016).

A Análise de Componentes Principais aplicada foi efetiva pelo fato de ter reduzido a quantidade de variáveis. A Análise Fatorial permitiu agrupar os fatores com base nas características ecológicas e produção de taninos e flavonoides. O método foi portanto eficaz, porque além de reduzir os dados permitiu a interpretação dos mesmos sem perda significativa de informação sobre a variabilidade do conjunto de variáveis originais permitindo a interpretação dos dados de forma simplificada.

Registra-se, de modo geral, que considerando estudos bibliográficos sobre as abordagens gerais de metabólitos secundários que envolvem química e ecologia, Monteiro *et al.* (2005) observaram a necessidade da exploração profunda de abordagens como a influência da sazonalidade e do local de coleta; efeito da restrição de nutrientes no solo; alternativas para obtenção de taninos de espécies arbóreas; comparação dos teores de taninos entre partes da mesma planta, visando orientar uma extração mais sustentável. Entretanto, pouco se evoluiu para preenchimento das lacunas apontadas, principalmente no que se refere às espécies de ocorrência na Caatinga. Portanto, os dados relatados nesse trabalho com *S. obtusifolium*, evidencia uma grande contribuição para o entendimento das relações da população vegetal com os sistemas naturais e a definição dos teores dos taninos e flavonoides em diferentes estágios

de desenvolvimento e em espécimes cultivadas, como promissores para sustentabilidade dessa espécie.

#### **4. CONCLUSÃO**

A elevada concentração de taninos e flavonoides da parte aérea em relação a periderme do caule é uma grande contribuição para a conservação de *S. obtusifolium*, uma vez que a retirada manejada da parte aérea provoca apenas danos indiretos, enquanto a retirada da periderme provocou a redução do número de indivíduos em massa da população dessa espécie no Cariri paraibano.

A poda dos indivíduos cultivados de *Sideroxylon obtusifolium* é uma técnica eficaz no que se refere a produção vegetal, sendo possível aumentar significativamente os valores dos metabólitos secundários, principalmente de flavonoides em relação a periderme do caule e da parte aérea de espécimes adultos. Os dados gerados são fundamentais para auxílio na obtenção de indivíduos padronizados com maior concentração de taninos e flavonoides, os quais contribuem para reproduzibilidade e controle de qualidade das drogas vegetais.

A caracterização ecológica de *S. obtusifolium* baseada na fenologia reprodutiva, caracterização de sementes e produção vegetal mostrou-se como auxílio à compreensão de diferentes concentrações de taninos e flavonoides obtidos nas diferentes drogas vegetais desta espécie. A matéria prima das drogas vegetais deve ser padronizada por tamanho de partícula, onde os menores tamanhos de partículas otimizam a concentração de taninos e flavonoides.

O presente modelo de produção vegetal é potencialmente adequado para substituir o uso extrativista da periderme do caule dessa espécie no cariri paraibano por indivíduos jovens cultivados para flavonoides, e pela parte aérea de indivíduos adultos para taninos. Os resultados são portanto, modelo de um novo sistema de produção de drogas vegetais que pode ser extrapolado para escala industrial, contribuindo como o desenvolvimento sustentável da região.

## REFERÊNCIAS

- AGRA, M.F. *et al.* Synopsis of the plants known as medicinal and poisonous in Northeast of Brazil. **Revista Brasileira de Farmacognosia**, v.17, n.1, p.114- 140, 2007.
- AQUINO, P. *et al.* Evaluation of the Topical Anti-inflammatory Activity and Antibacterial Activity of Methanol Extract in the *Sideroxylon obtusifolium* Leaves. **Acta Biológica Colombiana**, v. 21, n. 1, p. 131-140, 2016.
- AQUINO, P. E. A. *et al.* The anti-inflammatory effects of N-methyl-(2S,4R)-trans-4-hydroxy-L-proline from *Syderoxylon obtusifolium* are related to its inhibition of TNF-alpha and inflammatory enzymes. **Phytomedicine**, Vol.24, pp.14-23, 2017.
- AQUINO, P. E. A. *et al.* The Wound Healing Property of N-Methyl-(2S,4R)-trans-4-Hydroxy-L-Proline from *Sideroxylon obtusifolium* is Related to its Anti-Inflammatory and Antioxidant Actions. **Journal of Evidence-Based Integrative Medicine**, v. 24, p. 2515690X19865166, 2019.
- AQUINO, Pedro Everson Alexandre *et al.* The N-Methyl-(2S, 4R)-trans-4-hydroxy-L-proline-Enriched Methanol Fraction from *Sideroxylon obtusifolium* Shows an Anticonvulsant Activity Associated with its Anti-inflammatory/Antioxidant Actions. **Planta Medica International Open**, v. 7, n. 04, p. e158-e169, 2020.
- ARAÚJO-NETO, V. *et al.* Therapeutic benefits of *Sideroxylon obtusifolium* (Humb. ex Roem. & Schult.) T.D. Penn., Sapotaceae, in experimental models of pain and inflammation. **Revista Brasileira de Farmacognosia**, v.20, p.933-8, 2010.
- BACZEK, K. *et al.* Accumulation of phenolic compounds in the purple betony herb (*Stachys officinalis* L.) originated from cultivation. **Herba Polonica**, v. 62, n. 2, 2016.
- BRAGA, R. **Plantas do Nordeste: Especialmente do Ceará**. Natal: fundação Guimarães duque. Coleção Mossoroense, v. 42. 1976.
- BROWN, Timothy A. Confirmatory factor analysis for applied research. 2006. Confirmatory factor analysis for applied research. xiii, 2006.

CEVALLOS-CASALS, Bolívar A.; CISNEROS-ZEVALLOS, Luis. Impact of germination on phenolic content and antioxidant activity of 13 edible seed species. **Food Chemistry**, v. 119, n. 4, p. 1485-1490, 2010.

CNCFlora. *Sideroxylon obtusifolium* in Lista Vermelha da flora brasileira versão 2012.2 Centro Nacional de Conservação da Flora. Disponível em <[http://cncflora.jbrj.gov.br/portal/pt-br/profile/Sideroxylon obtusifolium](http://cncflora.jbrj.gov.br/portal/pt-br/profile/Sideroxylon%20obtusifolium)>. Acesso em 9 setembro 2021.

DAMÁSIO, Bruno Figueiredo. Uso da análise fatorial exploratória em psicologia. **Avaliação psicológica**, v.11, n. 2, p. 213- 228, 2012.

DRUMOND, M. A. *et al.* Avaliação e identificação de ações prioritárias, para a conservação, utilização sustentável e repartição de benefícios da biodiversidade do bioma caatinga: estratégias para o uso sustentável da biodiversidade da caatinga. Petrolina, 23p., 2000.

HONGYU, K. *et al.* Análise de componentes principais: resumo teórico, aplicação e interpretação. **E&S Engineering and Science**, v.5, n. 1, p. 83-90, 2016

KUMAR, D. *et al.* Strong larvicidal potential of silver nanoparticles (AgNPs) synthesized using **Holarrhena antidysenterica** (L.) Wall. bark extract against malarial vector, *Anopheles stephensi* Liston. **Process Safety and Environmental Protection**, v. 116, p. 137-148, 2018.

LEITE, N. S. *et al.* Evaluation of the cicatrizing, topical anti-inflammatory and antioxidant activities of the ethanol extract of *Sideroxylon obtusifolium*. **Revista Brasileira de Plantas Medicinais**, v. 17, n. 1, p. 164-170, 2015.

LORENZI, H. **Árvores brasileiras: manual de identificação e cultivo de plantas arbóreas nativas do Brasil**. Nova Odessa: Plantarum, 2002. 368p.

MARQUES, J.B. *et al.* Efeitos do comércio para fins medicinais sobre o manejo e a conservação de três espécies ameaçadas de extinção, em duas áreas do Cariri Oriental

- Paraibano. In: GARIGLIO, M.A. *et al.* **Uso sustentável e conservação dos recursos florestais da caatinga**, p.180-86. Serviço Florestal Brasileiro, Brasília, Brazil. 2010.
- MONTEIRO, J. M., ALBUQUERQUE, U. P. D., ARAÚJO, E. D. L., & AMORIM, E. L. C. D. Taninos: uma abordagem da química à ecologia. **Química Nova**, v. 28, n.5, p. 892-896, 2005.
- NEISSE, A.C; HONGYU, K. Aplicação de componentes principais e análise fatorial a dados criminais de 26 estados dos EUA. **E&S - Engineering and Science**, v.5, n.2, p. 105-115, 2016.
- ORACZ, Joanna; ZYZELEWICZ, Dorota; NEBESNY, Ewa. The content of polyphenolic compounds in cocoa beans (*Theobroma cacao L.*), depending on variety, growing region, and processing operations: a review. **Critical reviews in food science and nutrition**, v. 55, n. 9, p. 1176-1192, 2015.
- POP G. *et al.* Influence of technological elements on yield quantity and quality in marigold (*Calendula officinalis L.*) cultivated in cultural conditions of Timisoara. **1st international scientific conference on Medicinal, Aromatic and Spice plants**: p. 20-23, 2009.
- RUSCONI, M.; A. CONTI. "Theobroma cacao L., the Food of the Gods: A scientific approach beyond myths and claims." **Pharmacological research**, v. 61, n. 1, p. 5-13, 2010.
- SAMPAIO, T. P. D. *et al.* Antimicrobial potential of plant extracts and chemical fractions of *Sideroxylon obtusifolium* (Roem. & Schult.) TD Penn on oral microorganisms. **The journal of contemporary dental practice**, v. 18, p. 392-398, 2017.
- SILVA, R. S. *et al.* Atividade antifúngica de *Sideroxylon obtusifolium* frente a diferentes espécies de *Candida* sp. **Estação Científica (Unifap)**, v. 7, n. 1, p. 95-102, 2017.
- SIMÕES, M.O. *et al.* **Farmacognosia**: da planta ao medicamento. Porto Alegre: UFRGS, 2010.
- SOUZA, R. M. *et al.* Antimicrobial potential of natural products from Brazilian Northeast. **Planta Medica**, v. 82, n. S 01, p. P348, 2016.

SCIPIONI, M. C. *et al.* Composição florística e estratégias de dispersão e regeneração de grupos florísticos em florestas estacionais deciduais no Rio Grande do Sul. **Floresta**, v. 43, n. 2, p. 241-254, 2013.

SPANHOL, D. P. *et al.* Potencial de Bactérias para Biocontrole do Mofo Branco e Produção de Compostos Relacionados ao Sistema de Defesa em Plantas de Soja. **Ensaio e Ciência C Biológicas Agrárias e da Saúde**, v. 24, n. 4, p. 329-336, 2020.

TEWARI, R *et al.* Extraction, quantification and antioxidant activities of flavonoids, polyphenols and pinitol from wild and cultivated Saraca asoca bark using RP-HPLC-PDA-RI method. **Industrial Crops and Products**, v. 103, p. 73-80, 2017.

TSUKAMOTO FILHO, A. A *et al.* Regime de regas e cobertura de substrato afetam o crescimento inicial de mudas de *Myracrodruon urundeuva*. **Floresta e Ambiente**, v. 20, p. 521-529, 2013.

## *CONSIDERAÇÕES FINAIS*

## CONSIDERAÇÕES FINAIS

O conjunto de informações sobre *Sideroxylon obtusifolium* (Roem. e Schult.) Penn. demonstram o seu elevado potencial medicinal propagado na medicina popular, ao mesmo tempo que a forma inadequada de extração da matéria prima para formulação das drogas vegetais a tem colocado numa situação de vulnerabilidade no Cariri paraibano, sendo necessário a intervenção de urgentes ações para a sustentabilidade da espécie.

A caracterização fenológica e as técnicas de produção vegetal de *S. obtusifolium* dão grande subsídio a reversão do quadro ambiental que esta espécie se encontra, dado a apresentação de diferentes condicionantes as suas respostas fenológicas, principalmente reprodutivas. *S. obtusifolium* apresenta intensidade das fenofases e sincronia distinta em cada ambiente avaliado. As características fenológicas dos espécimes de cada ambiente apresentam dependência da precipitação de acordo com o ambiente e não com um volume pluviométrico pré-estabelecido. Os espécimes do Cariri Ocidental apresentam correlação entre a precipitação local com a produção de folhas, botões florais, e floração, enquanto os espécimes do Cariri Oriental apresentam correlação da precipitação com a frutificação.

*S. obtusifolium* apresenta grande variabilidade de frutificação em função de condições ambientais, onde um ambiente caracterizou-se pela assincronia e aborto espontâneo de todos os frutos na fase imatura e o outro ambiente pela elevada sincrônica e com grande potencial de fertilidade verificado pela emergência e vigor de sementes. As sementes dos espécimes deste ambiente não apresentaram dormência e tiveram otimização do percentual de emergência, índice de velocidade de emergência e vigor das plântulas quando as sementes foram imersas em água durante 72 horas. Podas realizadas em plantas com 10 meses proporciona elevada quantidade de massa seca após 4 meses em relação a plantas integrais. Os parâmetros biométricos das sementes mostraram-se como elementos fundamentais na qualidade do desenvolvimento das mudas ao longo do tempo comprovado através da alta correlação com o índice de qualidade de Dickson.

As amostras das drogas vegetais de *S. obtusifolium* apresentam resultados satisfatórios quando caracterizadas com o uso da atmosfera dinâmica na termogravimetria. A energia de ativação diferenciou as drogas vegetais da parte aérea dos espécimes de Sumé e São João do cariri nos tamanhos de partículas de 297-149 e 73-37 µm. As drogas vegetais dos indivíduos cultivados de 8 a 12 meses possuem energia de ativação significativamente maior em relação aos indivíduos de 2 a 6 meses e dos espécimes adultos de São João do Cariri. Os maiores valores

de entalpia são registrados nos menores tamanhos de partículas e eventos específicos em mesma faixa de temperatura são capazes de diferenciar os espécimes adultos dos espécimes jovens. A análise morfológica demonstrou alta heterogeneidade na morfologia, tamanho e distribuição das partículas das drogas vegetais tamisadas, ratificando que a tecnologia atual de produção e separação granulométrica das drogas vegetais medicinais precisa ser aperfeiçoada.

A validação analítica e parcial do método desenvolvido para quantificação de taninos e flavonoides nos extratos fluido e seco nebulizado das drogas vegetais dos espécimes de *S. obtusifolium* nos ambientes estudados e em indivíduos jovens, garantem a confiabilidade da quantificação destes metabólitos por estar de acordo com a resolução 166/2017-ANVISA. A caracterização física e tecnológica por meio da análise morfológica e térmica contribuem significativamente para o controle de qualidade das drogas vegetais.

A quantificação de taninos e flavonoides é diferenciada entre espécimes jovens e adultos, partes da planta e diferentes tamanhos de partículas. Os espécimes jovens podados apresentam 89,54% a mais de flavonoides quando comparado com a periderme do caule que é a parte da planta usada na medicina popular. A parte aérea adulta apresenta 27,22% e 60,95% a mais de taninos e flavonoides respectivamente em relação a periderme do caule. O conjunto de dados avaliados justifica mais de 98% da variabilidade dos dados. A massa e diâmetro de sementes, índice de qualidade Dickson e frutificação são os parâmetros que mais contribuem como indicadores das concentrações de taninos e flavonoides nas drogas vegetais avaliadas por espectrofotômetro ultravioleta-visível.

Portanto, os dados relatados para *S. obtusifolium*, evidencia uma grande contribuição no entendimento das relações da população vegetal com os sistemas naturais, definição dos teores dos taninos e flavonoides, e caracterização tecnológica de drogas vegetais em diferentes estágios de desenvolvimento em espécimes silvestres e cultivadas, servindo como fundamento para a sustentabilidade da espécie, através da indicação da alta viabilidade medicinal, ambiental e econômica ao substituir o uso de plantas silvestres por plantas cultivadas dentro dos parâmetros estabelecidos.

**APÊNDICES**

**Apêndice A.** Descrição dos eventos de degradação térmica da parte aérea de diferentes matrizes de *S. obtusifolium* em atmosfera de ar sintético

M.E	RA	97-149 (μm)			148-74 (μm)			74-37 (μm)		
		T onset	T end set	PM (%)	T onset	T end set	PM (%)	T onset	T end set	PM (%)
M1.1	10	46,99	105,17	6,64	41,40	95,16	6,41	43,35	96,80	5,85
M1.2	10	225,40	290,47	8,34	242,69	293,45	9,36	242,93	285,17	6,37
M1.3	10	293,92	375,80	34,47	295,17	366,57	32,49	287,76	367,94	33,36
M1.4	10	377,52	397,78	4,45	368,29	386,78	4,67	369,66	393,37	6,49
M1.5	10	399,50	462,85	11,34	391,08	441,84	9,60	395,09	455,87	13,18
M1.6	10	463,85	491,29	8,18	444,42	480,55	9,36	458,46	511,48	15,57
M1.7	10	493,01	517,58	11,38	482,27	512,37	11,22	512,34	532,17	3,31
M1.8	10	516,71	538,69	3,37	--	--	--	--	--	--
M1.1	20	49,88	106,58	6,39	42,58	105,87	7,19	59,98	107,76	4,54
M1.2	20	248,70	304,95	7,82	235,90	293,59	7,41	252,39	293,72	5,68
M1.3	20	307,52	387,40	31,61	295,31	374,53	33,65	294,58	375,50	33,37
M1.4	20	389,11	399,42	2,89	376,26	391,33	4,42	376,37	390,57	4,90
M1.5	20	402,85	486,16	13,24	395,63	442,99	7,81	397,46	466,76	13,21
M1.6	20	486,48	505,48	4,63	446,44	489,49	8,99	469,78	532,62	18,18
M1.7	20	506,50	559,16	17,07	490,78	16,88	12,48	533,91	555,01	3,90
M1.8	20	560,02	575,48	1,95	--	--	--	--	--	--
M1.1	40	54,95	122,43	6,18	54,92	129,08	7,31	60,49	137,90	7,26
M1.2	40	262,96	314,53	6,91	244,20	311,03	7,26	270,36	304,76	4,87
M1.3	40	314,53	404,78	35,38	312,75	398,12	35,70	305,62	400,23	37,31
M1.4	40	406,93	423,28	3,43	399,84	420,11	4,49	402,81	427,76	4,81
M1.5	40	427,84	492,88	8,99	421,83	475,72	7,69	429,48	500,44	11,62
M1.6	40	494,60	522,53	5,30	476,59	506,33	5,22	502,16	591,61	19,27
M1.7	40	526,83	620,09	19,45	509,78	611,97	20,33	592,47	609,24	1,48
M1.8	40	620,95	631,26	0,76	--	--	--	--	--	--
M2.1	10	43,40	98,85	4,89	45,19	96,65	6,13	41,25	91,58	5,57

97-149 (μm) 148-74 (μm) 74-37 (μm)											
M.E	RA	T onset	T end set	PM (%)	T onset	T end set	PM (%)	T onset	T end set	PM (%)	
M2.2	10	222,21	281,76	8,06	242,01	288,32	8,14	240,84	282,99	7,88	
M2.3	10	284,35	360,64	32,17	289,18	366,37	34,46	286,43	360,84	32,07	
M2.4	10	362,80	383,06	5,61	368,94	385,66	4,65	362,99	381,06	5,59	
M2.5	10	386,50	473,57	15,88	389,09	434,55	7,62	384,07	422,35	7,36	
M2.6	10	476,16	500,73	8,16	437,12	486,00	10,25	423,21	478,70	12,48	
M2.7	10	502,45	527,02	9,72	487,72	516,88	11,33	479,56	519,13	11,94	
M2.8	10	528,75	538,66	1,19	518,59	533,17	2,60	520,85	531,17	1,48	
M2.1	20	53,16	116,30	5,30	54,88	109,54	5,32	49,45	109,15	5,74	
M2.2	20	236,57	294,13	8,39	234,34	288,57	7,40	242,31	300,29	8,48	
M2.3	20	294,99	378,32	33,88	291,15	377,22	35,64	302,01	390,49	35,36	
M2.4	20	380,90	401,09	4,96	382,39	395,73	3,49	391,35	402,52	2,86	
M2.5	20	404,52	476,69	10,26	395,73	442,21	7,61	405,10	483,27	12,09	
M2.6	20	478,40	515,34	8,96	443,93	488,69	7,38	484,13	524,51	8,48	
M2.7	20	517,06	554,43	12,70	492,56	546,79	16,32	527,09	576,09	12,47	
M2.8	20	557,44	571,18	2,26	547,65	576,01	3,21	579,06	597,10	1,78	
M2.1	40	64,59	133,95	5,81	66,85	136,05	6,30	64,03	116,51	5,52	
M2.2	40	252,41	301,09	6,70	280,05	317,44	7,25	262,34	308,79	7,16	
M2.3	40	303,68	398,45	37,12	318,44	409,00	36,67	313,10	397,41	36,63	
M2.4	40	400,17	416,98	3,38	409,86	427,48	3,58	399,13	415,04	3,52	
M2.5	40	422,14	502,27	10,72	429,20	508,72	9,95	416,76	464,08	7,06	
M2.6	40	505,72	556,98	10,64	510,44	549,98	6,58	464,94	505,38	6,94	
M2.7	40	558,70	614,71	11,30	551,70	635,09	14,94	506,24	595,71	18,23	
M2.8	40	616,43	637,54	2,03	637,67	657,01	1,47	596,57	608,19	1,02	
M3.1	10	40,72	90,73	5,59	51,50	87,65	3,62	45,52	95,44	5,45	
M3.2	10	220,93	275,25	6,92	227,97	281,77	8,32	236,16	271,87	6,01	
M3.3	10	278,26	365,35	31,69	284,35	363,55	32,18	273,60	357,94	34,08	

97-149 (μm) 148-74 (μm) 74-37 (μm)											
M.E	RA	T onset	T end set	PM (%)	T onset	T end set	PM (%)	T onset	T end set	PM (%)	
M3.4	10	366,21	391,65	7,35	364,41	381,63	5,28	359,66	380,75	6,09	
M3.5	10	394,23	475,28	13,34	382,49	467,71	15,32	381,61	422,06	7,88	
M3.6	10	477,01	502,44	6,96	468,57	500,42	8,12	423,78	470,69	9,85	
M3.7	10	504,17	532,19	11,79	501,28	525,82	10,02	472,41	534,81	15,75	
M3.8	10	533,48	550,73	3,18	526,68	540,88	3,04	535,67	544,28	1,09	
M3.1	20	52,18	106,04	5,46	47,98	106,89	6,35	58,07	110,17	4,10	
M3.2	20	238,76	289,61	7,22	250,50	291,78	6,07	247,95	292,73	7,00	
M3.3	20	290,47	385,71	33,71	293,50	386,81	33,72	294,46	375,40	32,73	
M3.4	20	387,43	405,10	3,85	385,95	398,85	3,80	377,13	399,09	6,40	
M3.5	20	406,82	473,61	9,43	401,42	499,03	15,66	401,67	458,07	9,65	
M3.6	20	476,20	514,98	7,84	501,61	523,54	5,31	459,80	501,99	8,55	
M3.7	20	516,70	566,69	16,71	525,26	569,98	14,15	502,85	564,42	15,82	
M3.8	20	568,41	580,91	1,89	570,84	582,45	1,35	565,29	577,77	1,77	
M3.1	40	61,77	117,31	5,70	65,90	131,79	5,84	61,35	138,90	6,13	
M3.2	40	259,81	309,74	7,10	260,99	304,91	6,16	257,82	307,80	7,16	
M3.3	40	312,33	405,75	33,60	306,64	406,98	36,74	308,66	394,83	33,94	
M3.4	40	407,47	430,29	4,82	409,56	428,94	3,98	394,83	419,39	6,63	
M3.5	40	432,01	484,53	6,40	433,25	488,37	7,15	420,25	482,73	9,11	
M3.6	40	486,25	534,90	7,24	493,11	529,17	5,84	483,59	520,64	6,37	
M3.7	40	536,62	628,75	19,63	5231,44	610,68	17,02	523,23	609,40	17,50	
M3.8	40	630,47	645,54	1,69	614,12	637,81	3,13	611,12	627,92	1,65	
M4.1	10	46,80	100,26	4,90	45,73	98,86	3,15	39,30	84,57	5,48	
M4.2	10	239,51	280,90	6,00	235,40	278,44	5,58	241,93	273,41	4,79	
M4.3	10	281,76	360,66	34,00	280,16	361,50	37,35	276,43	351,01	34,91	
M4.4	10	362,82	380,92	4,96	362,79	379,15	5,18	353,60	373,00	6,18	
M4.5	10	383,08	432,23	8,21	380,87	433,80	10,14	374,73	423,93	11,65	

97-149 (μm)				148-74 (μm)				74-37 (μm)			
M.E	RA	T onset	T end set	PM (%)	T onset	T end set	PM (%)	T onset	T end set	T end set	PM (%)
M4.6	10	433,95	477,93	8,85	435,53	475,12	8,75	433,79	480,36		10,69
M4.7	10	479,65	514,14	16,03	478,56	510,84	14,73	482,08	504,93		9,5
M4.8	10	515,87	532,25	3,31	510,84	527,63	2,28	--	--		--
M4.1	20	55,86	114,01	7,09	47,79	113,6	5,98	47,32	98,14		6,74
M4.2	20	257,45	294,92	6,51	240,91	285,64	5,88	245,01	286,36		6,26
M4.3	20	297,94	367,29	28,87	287,36	371,66	36,31	288,08	366,47		35,87
M4.4	20	368,15	383,22	4,56	372,52	388,44	4,03	367,33	378,53		3,03
M4.5	20	383,51	420,59	6,31	398,76	458,54	9,44	379,01	437,64		10,31
M4.6	20	421,16	497,70	13,55	460,27	502,42	10,33	438,49	491,90		11,80
M4.7	20	498,27	540,58	14,69	505,00	537,68	11,20	429,75	532,54		12,39
M4.8	20	541,15	566,92	4,92	538,54	556,54	2,66	--	--		--
M4.1	40	75,76	144,18	5,25	66,90	123,36	5,98	79,93	112,23		4,11
M4.2	40	278,86	316,30	6,77	266,74	313,15	7,29	265,93	308,98		5,45
M4.3	40	318,02	400,64	34,03	314,01	401,68	36,43	311,56	388,19		35,56
M4.4	40	401,50	416,56	3,20	403,40	427,47	4,10	389,92	403,69		4,15
M4.5	40	419,14	458,73	5,28	428,02	467,58	5,34	404,45	474,81		11,60
M4.6	40	460,45	514,23	8,39	468,08	506,65	6,33	475,55	531,71		11,42
M4.7	40	517,68	608,90	19,67	506,98	596,37	19,37	532,21	598,00		13,01
M4.8	40	611,48	642,46	3,45	598,52	624,73	2,31	--	--		--
M5.1	10	41,60	92,46	5,43	37,67	98,57	6,03	42,17	85,19		6,02
M5.2	10	240,32	279,12	6,13	241,55	276,97	5,37	241,36	280,08		6,82
M5.3	10	280,84	360,59	34,65	277,83	356,88	36,03	280,94	355,36		35,98
M5.4	10	362,75	375,68	3,56	357,75	376,32	5,53	357,95	378,17		5,72
M5.5	10	440,77	380,85	10,09	378,05	432,91	9,42	381,61	432,80		10,04
M5.6	10	474,40	443,36	7,20	433,77	477,83	10,27	434,52	477,54		10,90
M5.7	10	509,31	475,26	15,32	477,83	504,18	12,57	479,26	504,65		9,96

97-149 (μm) 148-74 (μm) 74-37 (μm)											
M.E	RA	T onset	T end set	PM (%)	T onset	T end set	PM (%)	T onset	T end set	PM (%)	
M5.8	10	510,50	532,41	3,88	505,91	518,43	2,69	--	--	--	
M5.1	20	53,09	116,55	6,88	51,98	107,52	6,63	47,83	91,78	6,46	
M5.2	20	246,07	284,92	5,13	253,07	289,24	5,23	249,07	286,13	5,47	
M5.3	20	285,78	368,67	32,91	290,97	371,92	34,30	289,58	368,01	35,04	
M5.4	20	369,53	386,37	4,99	373,64	386,99	3,86	370,59	379,21	2,68	
M5.5	20	388,10	433,86	7,39	389,58	436,08	7,50	433,94	383,09	9,03	
M5.6	20	435,59	483,07	7,69	438,67	490,77	10,02	436,52	491,25	11,66	
M5.7	20	486,53	547,40	20,44	492,49	538,14	15,70	492,98	540,38	14,11	
M5.8	20	548,26	571,14	3,15	539,00	560,10	3,05	--	--	--	
M5.1	40	63,01	128,98	7,18	65,57	136,65	5,99	60,25	122,65	6,98	
M5.2	40	263,51	309,22	5,84	265,89	306,39	5,22	262,50	308,12	6,15	
M5.3	40	312,67	399,77	34,15	308,97	395,99	37,32	309,84	395,04	37,20	
M5.4	40	402,35	429,95	4,87	397,71	410,21	3,18	397,63	415,27	3,54	
M5.5	40	430,81	493,33	7,83	411,93	464,49	7,44	418,71	476,81	8,76	
M5.6	40	495,06	528,26	6,10	467,93	502,39	5,60	479,39	531,03	10,65	
M5.7	40	533,00	620,10	17,66	503,26	592,86	19,59	534,90	600,74	12,62	
M5.8	40	625,27	655,03	2,08	594,58	625,60	3,93	--	--	--	
M6.1	10	39,72	97,04	7,36	42,52	90,94	5,28	48,53	91,59	4,76	
M6.2	10	238,85	272,03	4,09	244,42	281,61	5,67	244,47	272,46	4,30	
M6.3	10	272,90	359,10	34,67	283,33	361,16	36,17	273,32	361,17	39,72	
M6.4	10	359,10	378,49	5,76	362,89	375,86	4,45	365,05	381,41	4,22	
M6.5	10	381,08	418,15	6,24	378,45	428,17	9,45	384,43	437,83	10,87	
M6.6	10	420,73	473,75	10,54	429,90	474,00	10,14	441,27	482,61	10,46	
M6.7	10	476,33	510,38	16,35	476,59	508,15	14,22	485,20	517,06	10,93	
M6.8	10	512,54	531,50	3,18	509,02	520,69	1,79	--	--	--	
M6.1	20	50,60	110,61	5,54	59,20	113,89	6,57	50,62	110,45	6,98	

97-149 (μm)				148-74 (μm)				74-37 (μm)			
M.E	RA	T onset	T end set	PM (%)	T onset	T end set	PM (%)	T onset	T end set	T end set	PM (%)
M6.2	20	252,23	293,68	5,91	263,35	304,69	6,33	249,05	287,80		5,48
M6.3	20	297,57	377,45	34,64	305,56	384,80	36,35	292,10	377,33		36,70
M6.4	20	380,04	394,29	3,51	386,53	396,86	3,19	379,05	389,81		2,84
M6.5	20	397,74	440,92	6,19	398,59	441,66	7,43	392,40	441,47		8,31
M6.6	20	443,51	484,96	7,59	442,52	487,31	8,79	44,91	497,00		11,71
M6.7	20	488,41	542,38	18,71	490,33	539,43	17,04	499,58	548,65		14,53
M6.8	20	545,84	569,59	3,56	541,15	558,81	2,25	--	--		--
M6.1	40	85,52	154,18	6,49	63,44	126,65	6,68	83,00	149,27		6,12
M6.2	40	272,19	318,54	5,76	268,97	306,81	5,92	274,48	318,37		6,46
M6.3	40	320,68	399,22	33,57	308,53	388,51	36,78	321,38	405,72		36,63
M6.4	40	401,79	415,95	4,01	390,23	399,69	2,93	408,30	422,07		3,21
M6.5	40	420,24	472,17	7,37	403,99	460,32	8,28	423,79	474,99		7,77
M6.6	40	476,46	527,10	9,17	463,76	507,62	8,30	476,71	526,63		8,70
M6.7	40	529,68	619,37	19,86	510,20	588,46	17,19	530,07	620,86		18,12
M6.8	40	620,22	646,40	1,53	590,18	608,67	1,36	--	--		--

**Legenda:** M.E= Matriz, Etapa de degradação; M1-M3=Sumé; M4-M5= São João do Cariri

**Apêndice B.** Descrição dos eventos de degradação térmica da parte aérea de diferentes matrizes de *S. obtusifolium* em atmosfera de Nitrogênio.

97-149 (μm)				148-74 (μm)				74-37 (μm)			
M.E	RA	T onset	T end set	PM (%)	T onset	T end set	PM (%)	T onset	T end set	PM (%)	
M1.1	10	55,12	104,33	5,21	51,26	97,73	4,75	50,28	99,26	4,65	
M1.2	10	254,10	288,63	5,36	257,79	290,05	6,85	241,49	278,44	5,55	
M1.3	10	290,36	363,74	27,26	291,78	369,22	31,62	281,88	367,82	31,92	
M1.4	10	365,46	390,06	9,79	370,94	384,28	4,42	371,25	391,45	5,17	
M1.5	10	392,65	505,31	11,35	386,86	545,63	16,56	394,03	516,92	11,04	
M1.6	10	508,76	603,29	5,68	549,07	684,60	8,24	519,49	680,63	7,92	
M1.1	20	61,74	109,42	4,19	53,71	106,84	6,67	63,87	112,09	5,12	
M1.2	20	242,56	286,37	5,07	263,63	291,71	4,58	249,00	284,30	4,94	
M1.3	20	287,23	376,56	31,83	293,43	389,75	36,31	290,33	387,20	35,36	
M1.4	20	380,00	402,76	8,30	392,35	410,92	5,44	388,92	416,05	6,19	
M1.5	20	404,48	507,13	9,33	415,24	498,17	7,11	420,35	503,88	7,78	
M1.6	20	508,85	623,95	5,87	499,90	625,16	4,35	506,46	642,08	4,47	
M1.1	40	68,81	128,08	4,48	66,20	125,64	5,45	71,54	111,15	3,29	
M1.2	40	268,54	304,62	5,31	269,96	298,39	4,08	261,40	288,52	3,31	
M1.3	40	308,92	400,83	35,08	300,11	412,55	40,84	295,41	406,48	38,88	
M1.4	40	401,69	420,16	5,81	413,41	447,01	6,04	408,21	435,33	5,81	
M1.5	40	421,88	501,77	7,44	449,60	529,29	6,06	438,77	541,67	8,31	
M1.6	40	504,35	648,24	5,87	531,02	643,02	3,44	545,11	654,90	3,72	
M2.1	10	58,00	99,25	3,96	46,50	98,24	5,66	53,66	100,21	4,28	
M2.2	10	245,79	278,45	5,63	241,82	276,32	5,80	226,09	267,47	5,48	
M2.3	10	282,75	377,29	37,13	279,77	374,63	37,77	270,05	372,22	38,98	
M2.4	10	379,01	394,05	3,59	376,36	385,41	2,24	374,80	390,75	4,06	
M2.5	10	396,63	515,24	11,27	391,45	510,02	11,39	393,34	522,66	11,66	
M2.6	10	517,81	693,15	12,38	512,18	704,06	12,76	525,25	694,22	10,05	
M2.1	20	56,80	106,28	5,27	58,35	115,65	5,33	60,15	109,45	4,87	

97-149 (μm) 148-74 (μm) 74-37 (μm)											
M.E	RA	T onset	T end set	PM (%)	T onset	T end set	PM (%)	T onset	T end set	PM (%)	
M2.2	20	265,06	294,75	5,95	250,92	290,56	6,55	246,61	281,76	5,23	
M2.3	20	296,47	388,98	34,97	294,01	392,67	38,00	285,18	388,48	39,19	
M2.4	20	390,70	408,34	4,08	393,53	412,05	4,28	391,91	407,77	3,43	
M2.5	20	410,06	524,95	8,98	413,78	532,25	9,30	412,06	527,36	9,16	
M2.6	20	525,81	656,61	4,66	534,41	675,72	3,58	529,93	671,81	6,22	
M2.1	40	75,52	141,07	5,16	64,69	122,48	4,19	68,41	120,86	4,96	
M2.2	40	257,48	295,85	5,16	261,79	295,00	4,90	273,50	303,60	5,52	
M2.3	40	298,01	413,13	41,64	299,74	410,58	41,54	309,62	403,35	35,02	
M2.4	40	415,71	446,75	5,12	413,17	433,44	4,29	404,21	422,70	4,96	
M2.5	40	451,07	543,33	6,29	435,16	535,65	7,91	425,28	487,62	7,53	
M2.6	40	545,92	646,37	2,69	539,10	686,17	4,62	490,63	575,77	4,36	
M3.1	10	49,34	102,54	5,73	49,25	100,85	5,04	47,83	86,60	3,81	
M3.2	10	253,14	290,04	8,00	257,37	287,05	6,77	240,38	266,66	4,05	
M3.3	10	291,76	382,72	32,65	287,91	377,35	33,13	272,69	373,91	34,91	
M3.4	10	384,87	402,89	4,01	379,93	393,26	3,63	376,50	388,99	3,64	
M3.5	10	408,46	465,10	6,53	395,84	444,86	6,79	395,02	450,59	7,28	
M3.6	10	468,53	633,29	6,68	445,72	556,66	6,24	452,31	534,15	5,14	
M3.1	20	60,48	117,02	6,01	58,59	110,00	5,75	63,16	108,52	4,34	
M3.2	20	253,83	296,99	7,38	253,88	283,70	4,76	251,89	277,14	3,79	
M3.3	20	300,44	401,43	34,66	286,29	393,01	35,75	281,84	396,97	38,95	
M3.4	20	404,45	419,99	2,91	395,60	411,59	4,14	399,53	421,36	4,53	
M3.5	20	424,30	498,54	6,81	414,18	466,90	6,79	423,93	483,41	6,42	
M3.6	20	501,13	596,07	4,34	473,38	568,43	5,06	486,84	551,46	3,47	
M3.1	40	60,11	121,80	6,15	66,31	130,51	4,62	62,54	135,52	5,91	
M3.2	40	258,56	297,38	5,65	258,89	295,51	5,31	271,98	300,49	5,13	
M3.3	40	300,83	421,20	39,00	298,53	415,28	39,17	303,08	411,47	36,08	

97-149 (μm)				148-74 (μm)				74-37 (μm)			
M.E	RA	T onset	T end set	PM (%)	T onset	T end set	PM (%)	T onset	T end set	PM (%)	
M3.4	40	422,92	448,81	4,23	417,01	445,01	5,55	416,65	443,86	5,77	
M3.5	40	452,26	514,81	5,79	449,75	520,84	6,33	447,75	516,41	7,08	
M3.6	40	515,68	599,37	3,41	524,28	601,83	3,11	520,73	601,05	3,22	
M4.1	10	46,06	90,09	5,55	47,37	78,89	3,29	49,10	83,66	5,35	
M4.2	10	257,59	289,10	6,72	250,70	278,33	4,96	256,49	281,12	4,53	
M4.3	10	289,96	359,47	29,17	282,65	365,54	35,56	284,57	364,07	33,10	
M4.4	10	361,19	378,03	5,24	367,26	386,69	4,90	365,80	380,49	4,17	
M4.5	10	379,76	422,92	5,39	388,42	445,40	5,93	383,52	443,14	6,74	
M4.6	10	427,67	529,55	6,13	449,29	543,40	4,96	444,87	549,86	5,53	
M4.1	20	59,21	108,65	5,33	57,21	89,14	4,73	62,70	97,65	4,58	
M4.2	20	264,72	293,53	5,43	258,30	288,07	4,81	263,32	287,05	4,10	
M4.3	20	296,67	378,65	32,30	288,93	377,83	35,14	293,09	379,38	34,74	
M4.4	20	379,51	399,72	4,75	379,55	398,11	5,01	381,10	400,52	4,80	
M4.5	20	404,02	479,69	6,89	400,70	473,19	7,40	403,10	464,80	6,02	
M4.6	20	483,99	561,38	3,93	474,92	550,43	3,71	468,68	551,95	4,40	
M4.1	40	66,85	131,92	6,92	62,08	144,77	5,88	65,65	130,04	5,66	
M4.2	40	281,44	303,42	4,43	277,15	310,41	6,39	277,40	302,03	4,40	
M4.3	40	306,87	401,67	35,03	312,13	395,05	32,64	305,49	395,37	35,30	
M4.4	40	403,39	429,24	4,67	397,64	412,76	3,92	396,24	407,91	3,63	
M4.5	40	432,69	492,59	5,48	415,35	474,52	6,87	409,63	472,29	8,23	
M4.6	40	495,17	563,69	3,47	478,84	553,98	4,20	475,75	562,18	4,75	
M5.1	10	50,75	96,28	5,21	49,94	90,43	5,56	46,27	97,12	5,42	
M5.2	10	253,92	285,70	6,00	261,91	283,02	5,48	243,19	275,51	5,36	
M5.3	10	290,00	365,59	31,33	285,60	364,87	31,91	281,97	362,12	33,35	
M5.4	10	368,17	387,50	4,85	366,60	379,52	3,91	365,57	380,22	4,39	
M5.5	10	390,08	455,79	6,64	380,38	451,90	7,73	381,08	450,89	7,84	

97-149 (μm) 148-74 (μm) 74-37 (μm)											
M.E	RA	T onset	T end set	PM (%)	T onset	T end set	PM (%)	T onset	T end set	PM (%)	
M5.6	10	458,37	546,85	4,57	454,49	539,79	5,30	452,61	532,33	4,21	
M5.1	20	52,39	108,82	6,63	62,86	108,87	5,68	62,94	113,23	4,90	
M5.2	20	266,05	293,19	5,13	270,08	295,45	5,50	265,80	290,30	4,74	
M5.3	20	296,63	380,20	33,03	299,32	377,13	30,86	293,74	377,12	34,06	
M5.4	20	381,92	400,45	4,59	377,99	395,62	5,48	378,84	393,02	4,43	
M5.5	20	405,19	471,09	6,46	400,78	481,60	8,04	397,32	457,92	6,71	
M5.6	20	475,40	549,06	3,78	484,18	563,29	4,19	460,50	550,75	5,28	
M5.1	40	72,41	123,14	5,17	61,64	106,78	5,42	66,24	128,59	3,91	
M5.2	40	277,88	299,81	3,90	270,56	302,37	5,26	275,65	295,00	3,21	
M5.3	40	303,24	394,37	34,95	307,53	397,81	35,11	304,03	391,75	35,16	
M5.4	40	396,09	416,30	5,31	399,53	422,31	5,22	392,61	406,80	4,75	
M5.5	40	417,16	470,89	6,18	427,04	493,67	6,31	411,96	480,33	7,83	
M5.6	40	475,19	546,97	4,25	496,25	577,07	3,65	483,77	579,66	4,77	
M6.1	10	46,18	69,17	6,17	51,57	108,69	5,93	57,29	101,97	3,25	
M6.2	10	248,31	279,34	4,96	266,31	285,63	4,56	257,51	284,57	5,32	
M6.3	10	282,78	363,81	32,67	288,21	363,80	31,92	285,45	361,48	30,74	
M6.4	10	366,39	381,05	4,44	367,23	381,83	4,25	366,21	381,67	5,45	
M6.5	10	382,20	459,49	7,97	384,84	478,47	10,13	386,40	462,45	8,17	
M6.6	10	462,07	549,13	5,28	483,62	610,75	9,46	465,02	562,55	4,71	
M6.1	20	61,91	108,71	4,45	61,51	110,20	5,80	69,00	113,63	3,37	
M6.2	20	263,71	295,06	5,53	239,49	286,03	5,04	259,09	288,70	4,87	
M6.3	20	297,63	368,91	27,32	288,62	378,26	34,24	293,85	372,81	31,24	
M6.4	20	370,63	387,37	8,57	379,98	399,37	6,80	375,38	392,97	6,76	
M6.5	20	391,67	493,43	10,59	403,68	518,32	9,99	397,27	494,67	9,84	
M6.6	20	496,01	608,07	6,13	520,90	661,82	6,28	496,39	603,24	5,61	
M6.1	40	63,75	120,00	5,48	68,25	119,88	5,26	66,82	125,20	4,84	

97-149 (μm)				148-74 (μm)				74-37 (μm)		
M.E	RA	T onset	T end set	PM (%)	T onset	T end set	PM (%)	T onset	T end set	PM (%)
M6.2	40	273,30	298,64	3,86	268,30	301,86	4,82	273,28	304,18	5,47
M6.3	40	300,78	383,66	29,56	305,30	392,20	33,99	309,33	404,62	37,50
M6.4	40	387,53	399,55	5,96	395,65	411,56	5,94	406,76	427,79	4,80
M6.5	40	402,13	493,59	11,60	418,45	486,85	6,99	430,37	497,75	6,30
M6.6	40	497,89	567,02	3,34	490,72	578,49	4,22	501,19	580,16	3,51

**Legenda:** M.E= Matriz, Etapa de degradação; M1-M3=Sumé; M4-M5= São João do Cariri

**Apêndice C.** Descrição dos eventos de degradação térmica da periderme do caule de diferentes matrizes de *S. obtusifolium* em atmosfera de ar sintético.

97-149 (μm)				148-74 (μm)				74-37 (μm)			
M.E	RA	T onset	T end set	PM (%)	T onset	T end set	PM (%)	T onset	T end set	PM (%)	
M1.1	10	49,05	96,49	5,44	49,51	91,75	5,03	45,39	78,57	4,79	
M1.2	10	270,72	291,85	4,72	255,54	282,70	4,13	266,89	292,31	4,99	
M1.3	10	294,44	363,44	25,12	287,87	389,16	33,18	297,92	375,05	27,41	
M1.4	10	365,17	394,06	6,95	392,61	411,14	2,51	378,50	407,81	5,03	
M1.5	10	397,51	495,41	16,87	416,32	483,99	10,53	411,25	513,39	16,73	
M1.6	10	497,71	545,89	11,99	489,16	538,73	11,79	516,83	548,29	4,63	
M1.7	10	579,05	696,40	3,95	589,59	680,10	3,01	597,85	684,90	2,99	
M1.1	20	62,54	113,45	4,89	60,54	112,42	5,98	63,08	108,96	5,14	
M1.2	20	269,61	300,84	5,08	274,93	289,51	4,31	276,60	300,61	4,40	
M1.3	20	304,70	382,99	27,50	304,94	381,69	28,48	308,33	381,65	26,24	
M1.4	20	386,84	414,65	4,80	384,27	402,70	4,13	383,36	400,94	3,60	
M1.5	20	419,78	508,77	13,45	406,13	520,19	18,53	403,51	511,99	15,87	
M1.6	20	511,34	552,41	11,79	524,47	558,78	7,59	514,99	557,87	8,14	
M1.7	20	597,76	706,43	3,27	590,08	713,56	3,46	609,32	716,94	3,43	
M1.1	40	76,52	127,52	4,74	81,71	138,36	4,05	77,04	125,07	4,63	
M1.2	40	279,72	314,80	5,53	287,01	317,26	5,16	294,03	317,62	4,83	
M1.3	40	315,65	402,92	29,37	318,96	400,74	27,53	322,33	393,09	25,30	
M1.4	40	404,63	429,44	4,38	402,45	439,93	6,79	396,52	421,82	5,03	
M1.5	40	433,72	523,55	12,48	443,34	523,42	10,17	430,83	525,17	12,87	
M1.6	40	527,83	601,41	15,00	529,38	586,03	11,54	529,46	584,78	8,77	
M1.7	40	619,38	744,29	4,32	635,44	743,21	2,82	616,09	747,74	3,61	
M2.1	10	43,66	100,47	8,63	47,78	87,32	6,28	48,65	96,00	6,40	
M2.2	10	264,03	291,15	5,03	262,70	295,79	7,00	261,32	291,03	5,92	
M2.3	10	297,17	379,81	30,52	298,80	373,17	29,32	293,61	366,80	30,35	

97-149 (μm)				148-74 (μm)				74-37 (μm)		
M.E	RA	T onset	T end set	PM (%)	T onset	T end set	PM (%)	T onset	T end set	PM (%)
M2.4	10	380,68	402,63	4,25	376,60	485,35	19,96	371,96	458,07	16,87
M2.5	10	405,64	481,82	14,11	488,79	531,78	11,08	460,65	525,66	13,78
M2.6	10	485,27	533,90	15,63	--	--	--	--	--	--
M2.1	20	59,94	100,42	6,15	62,07	99,04	4,71	57,75	102,40	4,92
M2.2	20	266,61	298,47	5,73	276,15	300,22	4,57	278,88	304,21	4,90
M2.3	20	301,91	389,75	32,52	304,52	387,92	31,03	309,36	392,66	31,36
M2.4	20	391,47	414,29	4,13	391,35	497,53	17,98	394,38	489,70	16,88
M2.5	20	420,32	496,09	11,83	503,55	554,28	13,10	492,71	549,38	12,47
M2.6	20	499,54	562,83	18,10	--	--	--	--	--	--
M2.1	40	69,16	139,95	5,85	64,29	126,81	6,53	66,27	127,95	6,45
M2.2	40	286,24	308,98	4,31	282,47	312,22	4,87	286,26	316,88	5,53
M2.3	40	312,41	407,22	34,73	315,67	406,64	32,27	320,76	403,15	31,46
M2.4	40	409,80	431,68	4,47	411,82	512,28	14,43	407,03	493,30	13,74
M2.5	40	441,11	547,08	14,85	515,73	592,91	15,35	498,48	583,88	15,83
M2.6	40	550,51	658,19	18,31	--	--	--	--	--	--
M3.1	10	40,22	93,14	4,65	47,62	107,47	6,35	41,61	96,20	4,60
M3.2	10	283,72	310,83	5,09	288,31	312,86	5,10	281,44	310,24	5,18
M3.3	10	313,41	407,63	31,56	317,16	394,67	29,58	314,54	403,93	30,88
M3.4	10	411,07	428,71	3,05	398,11	414,90	3,68	406,94	498,94	13,52
M3.5	10	434,73	528,52	12,21	418,35	508,77	12,55	503,22	593,48	15,12
M3.6	10	531,96	639,09	19,98	511,78	609,95	18,86	--	--	--
M3.1	20	59,49	108,24	5,37	63,04	104,86	5,22	58,26	107,19	5,57
M3.2	20	280,16	299,40	3,98	273,00	295,62	4,23	280,13	302,02	4,81
M3.3	20	302,39	378,94	28,14	299,89	383,53	31,53	306,31	383,13	28,30
M3.4	-20	380,65	395,62	4,14	385,24	408,71	4,94	386,99	464,67	13,18
M3.5	20	398,19	508,09	17,57	412,55	503,87	14,96	466,38	564,66	17,14

97-149 (μm) 148-74 (μm) 74-37 (μm)											
M.E	RA	T onset	T end set	PM (%)	T onset	T end set	PM (%)	T onset	T end set	PM (%)	
M3.6	20	510,66	570,96	17,51	507,29	571,73	14,65	--	--	--	
M3.1	40	66,13	104,33	4,74	74,42	143,27	5,97	67,02	123,60	5,49	
M3.2	40	285,06	309,53	4,36	292,52	317,75	5,49	285,62	310,05	4,28	
M3.3	40	313,82	397,10	29,33	320,32	399,86	29,33	315,20	400,06	29,85	
M3.4	40	399,67	416,41	3,70	402,43	419,96	3,43	402,64	511,08	17,07	
M3.5	40	422,42	513,00	11,78	424,24	532,43	16,41	514,08	606,66	14,29	
M3.6	40	519,87	616,03	20,68	534,15	615,40	14,71	--	--	--	
M4.1	10	47,35	89,44	4,84	40,40	83,59	6,11	43,09	86,21	6,20	
M4.2	10	267,26	288,30	4,82	257,25	280,14	4,04	262,16	283,29	4,68	
M4.3	10	291,74	347,14	24,51	284,46	356,60	29,84	288,47	357,03	31,68	
M4.4	10	349,72	373,34	6,68	359,19	380,36	6,93	359,62	372,99	3,78	
M4.5	10	375,92	467,83	13,84	383,38	468,05	14,20	384,63	476,92	18,88	
M4.6	10	477,17	523,24	19,80	472,37	521,61	18,88	478,64	507,53	10,05	
M4.1	20	59,43	100,58	5,00	58,99	110,11	5,66	56,11	106,67	5,86	
M4.2	20	307,16	278,87	7,08	266,91	298,27	5,92	274,65	298,22	4,69	
M4.3	20	308,01	382,16	29,36	301,28	367,00	29,72	302,93	377,92	31,20	
M4.4	20	383,88	408,73	4,46	368,72	386,33	4,62	380,50	398,07	3,79	
M4.5	20	414,73	584,46	16,00	390,63	491,58	16,16	402,35	491,48	15,83	
M4.6	20	591,31	631,60	18,70	494,16	550,01	18,96	493,62	542,47	16,15	
M4.1	40	60,70	122,00	5,48	62,23	123,46	6,67	65,48	126,72	6,04	
M4.2	40	286,61	306,76	4,10	277,19	305,45	5,09	286,05	305,32	3,76	
M4.3	40	310,19	385,64	33,00	307,16	389,38	34,33	312,17	381,98	31,02	
M4.4	40	389,07	411,79	5,14	392,80	406,50	2,33	382,84	395,26	5,02	
M4.5	40	422,08	525,39	16,76	411,22	507,13	14,61	405,54	514,33	19,46	
M4.6	40	527,96	636,83	17,86	510,56	579,93	18,22	516,90	570,01	12,70	
M5.1	10	46,84	91,60	6,27	42,82	94,58	6,47	48,00	96,44	6,47	

			97-149 (μm)			148-74 (μm)			74-37 (μm)		
M.E	RA	T onset	T end set	PM (%)	T onset	T end set	PM (%)	T onset	T end set	PM (%)	
M5.2	10	262,03	277,95	2,35	246,83	279,61	5,20	254,29	291,48	7,99	
M5.3	10	282,26	354,99	27,62	284,79	359,41	30,24	294,07	358,51	27,45	
M5.4	10	355,85	373,50	4,88	361,56	375,36	3,77	361,10	371,05	3,05	
M5.5	10	380,38	464,74	12,92	383,56	469,82	16,25	377,97	467,06	18,06	
M5.6	10	466,46	510,36	19,61	473,27	513,81	17,12	468,79	509,44	14,04	
M5.1	20	50,93	114,19	7,09	49,83	142,50	9,21	41,01	107,75	9,85	
M5.2	20	246,49	290,67	6,22	243,80	297,66	8,28	251,33	294,76	7,16	
M5.3	20	293,13	366,89	31,01	301,14	378,4	33,40	295,06	378,00	36,60	
M5.4	20	367,75	391,59	5,76	380,10	408,57	4,07	379,66	419,39	3,56	
M5.5	20	395,52	483,16	7,45	424,48	480,93	9,55	425,58	508,01	9,19	
M5.6	20	593,60	613,31	8,74	516,62	543,98	5,61	602,60	546,71	6,19	
M5.1	40	72,711	136,98	4,27	71,67	106,58	6,21	78,01	108,10	4,57	
M5.2	40	259,41	303,70	5,70	254,24	300,38	5,06	270,41	318,10	7,02	
M5.3	40	305,47	391,73	35,24	306,48	413,52	42,13	319,75	391,59	33,66	
M5.4	40	394,30	411,44	3,60	416,96	461,78	5,29	396,71	429,67	6,20	
M5.5	40	490,73	596,12	9,18	507,92	613,69	6,37	513,60	625,97	9,54	
M5.6	40	600,15	693,13	10,26	610,02	691,55	11,25	617,02	690,42	6,51	
M6.1	10	46,77	92,51	4,73	45,97	83,44	5,24	45,49	93,79	5,64	
M6.2	10	284,27	272,00	4,17	242,77	279,80	6,59	258,54	285,70	6,12	
M6.3	10	276,75	350,53	25,69	283,25	358,60	29,55	287,43	358,59	29,31	
M6.4	10	354,85	372,54	4,75	363,34	388,75	5,07	360,31	378,86	4,89	
M6.5	10	378,58	479,12	15,12	393,05	490,81	18,86	382,74	490,98	22,88	
M6.6	10	485,16	534,78	20,88	493,39	529,99	13,53	493,57	520,74	7,59	
M6.1	20	49,71	106,95	6,80	49,57	102,48	7,05	44,13	87,16	8,05	
M6.2	20	233,72	282,39	5,37	232,07	275,26	4,01	243,04	286,59	5,74	
M6.3	20	281,61	364,44	29,54	276,68	376,42	37,79	287,49	374,82	33,66	

97-149 (μm)				148-74 (μm)				74-37 (μm)			
M.E	RA	T onset	T end set	PM (%)	T onset	T end set	PM (%)	T onset	T end set	PM (%)	
M6.4	20	367,80	393,36	6,95	380,28	303,28	3,57	377,41	393,43	2,79	
M6.5	20	450,30	528,93	7,45	413,45	508,94	7,77	461,28	449,16	10,49	
M6.6	20	581,75	617,56	15,84	572,52	610,06	6,70	535,36	603,19	5,79	
M6.1	40	63,13	144,07	8,47	66,20	155,80	6,59	65,60	116,38	9,38	
M6.2	40	245,14	312,64	9,28	252,29	297,29	4,75	271,02	329,15	11,07	
M6.3	40	315,25	403,97	32,25	296,49	398,93	38,25	322,91	407,13	34,15	
M6.4	40	411,79	455,94	5,53	402,80	424,46	3,28	411,95	442,00	3,81	
M6.5	40	488,73	606,03	6,95	465,63	551,146	6,60	479,31	554,66	5,66	
M6.6	40	627,53	700,19	10,67	622,51	706,34	7,40	609,73	700,47	7,61	

**Legenda:** M.E= Matriz, Etapa de degradação; M1-M3=Sumé; M4-M5= São João do Cariri

**Apêndice D.** Descrição dos eventos de degradação térmica da periderme do caule de diferentes matrizes de *S. obtusifolium* em atmosfera de Nitrogênio

97-149 (μm)				148-74 (μm)				74-37 (μm)			
M.E	RA	T onset	T end set	PM (%)	T onset	T end set	PM (%)	T onset	T end set	PM (%)	
M1.1	10	43,76	91,30	6,37	40,55	87,15	5,42	47,27	96,38	5,10	
M1.2	10	260,70	291,38	5,81	167,52	292,12	4,33	267,86	294,14	5,14	
M1.3	10	294,84	376,08	27,85	295,57	383,17	26,18	296,06	385,27	26,62	
M1.4	10	379,53	394,66	2,87	384,95	425,33	4,13	388,10	421,52	3,57	
M1.5	10	496,10	547,41	3,81	494,17	534,32	4,07	483,99	527,70	5,08	
M1.6	10	677,64	726,87	3,61	685,07	733,49	4,71	699,70	742,63	5,56	
M1.1	20	62,38	102,81	5,47	62,72	107,62	4,70	57,81	105,72	5,04	
M1.2	20	255,93	295,08	4,92	270,99	292,11	3,71	283,54	305,55	4,28	
M1.3	20	299,81	384,97	27,58	300,30	388,24	27,89	309,87	402,23	26,71	
M1.4	20	387,55	409,49	4,70	389,96	420,56	5,26	405,25	437,62	3,45	
M1.5	20	505,06	559,19	4,29	510,80	558,65	3,31	512,37	550,39	2,89	
M1.6	20	690,16	755,15	4,41	704,96	762,73	4,47	698,00	749,10	3,25	
M1.1	40	73,86	130,39	4,74	62,45	111,54	3,96	65,31	131,05	6,43	
M1.2	40	275,81	303,86	4,01	287,92	305,90	3,18	281,85	306,34	3,87	
M1.3	40	309,90	416,48	33,06	319,88	405,50	29,08	312,35	411,60	28,53	
M1.4	40	419,93	461,36	4,76	406,64	427,76	4,59	415,03	435,23	2,63	
M1.5	40	523,93	577,00	3,79	534,56	578,28	3,34	522,01	578,29	3,55	
M1.6	40	731,92	783,70	3,30	746,76	785,43	2,90	731,67	791,39	3,51	
M2.1	10	41,27	94,80	5,82	44,40	93,43	6,76	41,51	84,73	7,55	
M2.2	10	241,15	269,22	3,33	253,00	278,81	5,11	252,45	281,41	4,13	
M2.3	10	275,69	386,64	37,16	285,69	378,59	33,95	288,33	384,72	34,69	
M2.4	10	390,96	412,98	3,43	382,89	410,41	5,51	387,32	408,50	3,67	
M2.5	10	443,71	549,01	6,21	489,98	538,45	2,62	455,55	542,46	5,19	
M2.6	10	654,75	731,07	3,00	658,28	714,37	2,30	647,53	730,61	3,29	
M2.1	20	46,48	111,59	4,95	52,68	98,27	3,79	54,27	92,84	6,75	

97-149 (μm)				148-74 (μm)				74-37 (μm)			
M.E	RA	T onset	T end set	PM (%)	T onset	T end set	PM (%)	T onset	T end set	T end set	PM (%)
M2.2	20	239,23	270,71	3,12	249,24	281,07	3,44	294,61	313,30		4,86
M2.3	20	276,31	403,52	41,16	283,65	394,19	39,11	315,29	407,73		32,90
M2.4	20	405,67	434,56	4,25	396,77	418,71	4,57	441,02	433,09		3,84
M2.5	20	464,39	545,77	4,85	434,07	537,18	7,40	482,47	555,62		6,21
M2.6	20	648,97	758,45	3,20	687,20	734,08	2,05	763,82	759,27		1,72
M2.1	40	56,41	136,55	8,75	61,48	119,56	7,73	64,76	116,33		5,81
M2.2	40	276,57	3005,44	4,52	277,02	306,71	4,59	281,39	305,88		3,74
M2.3	40	308,88	422,20	36,24	311,87	421,58	36,58	308,46	427,09		39,84
M2.4	40	427,80	458,39	3,60	422,69	460,12	4,67	429,67	470,08		4,77
M2.5	40	502,76	562,23	3,17	465,95	558,28	5,26	495,15	565,71		4,17
M2.6	40	657,12	760,89	2,73	661,63	772,96	2,90	721,46	786,70		2,96
M3.1	10	45,12	91,61	6,06	48,24	92,14	6,91	43,34	95,18		6,97
M3.2	10	247,87	282,31	5,19	254,39	281,07	4,01	261,93	288,28		5,06
M3.3	10	284,03	383,47	32,82	283,66	377,48	32,06	295,19	376,40		26,82
M3.4	10	386,05	414,04	4,21	380,92	406,74	4,59	378,99	401,89		3,97
M3.5	10	439,41	528,94	5,66	416,72	532,93	7,43	525,44	445,09		4,88
M3.6	10	679,50	741,56	2,96	663,56	719,19	2,61	668,91	718,33		2,64
M3.1	20	55,43	111,13	7,95	53,56	102,77	6,57	60,90	117,33		6,83
M3.2	20	254,93	286,45	3,97	266,78	295,70	4,78	269,39	297,82		4,74
M3.3	20	290,77	399,16	35,85	300,45	393,67	31,02	302,13	400,34		31,23
M3.4	20	400,89	429,39	3,22	396,26	423,46	4,66	402,93	440,84		4,52
M3.5	20	451,55	547,08	5,78	434,91	542,98	6,63	447,41	535,92		5,44
M3.6	20	668,64	754,45	3,06	682,46	744,91	2,44	686,79	741,50		2,43
M3.1	40	64,61	134,69	6,33	69,93	125,08	4,56	65,03	122,71		6,95
M3.2	40	269,69	299,79	4,30	271,15	304,76	4,88	281,14	305,68		3,88
M3.3	40	301,51	412,00	34,95	307,35	415,50	35,70	310,85	417,18		32,37

97-149 (μm) 148-74 (μm) 74-37 (μm)											
M.E	RA	T onset	T end set	PM (%)	T onset	T end set	PM (%)	T onset	T end set	PM (%)	
M3.4	40	414,58	450,70	5,06	418,08	445,23	4,34	418,04	444,30	3,66	
M3.5	40	503,14	580,19	4,22	452,15	557,96	7,07	448,48	562,85	7,19	
M3.6	40	702,27	762,31	2,11	665,89	740,76	2,11	718,22	757,25	1,41	
M4.1	10	48,12	95,42	6,41	45,12	95,12	6,50	40,42	88,99	6,79	
M4.2	10	249,78	283,31	5,73	255,47	287,80	6,30	255,46	280,44	4,09	
M4.3	10	290,19	371,89	30,64	291,25	362,80	30,00	281,84	374,25	35,23	
M4.4	10	374,47	420,05	5,49	366,25	407,63	6,96	376,31	404,29	4,67	
M4.5	10	426,17	533,99	8,51	447,33	552,05	5,51	412,39	519,20	6,84	
M4.6	10	665,35	716,23	2,75	651,63	703,81	2,03	669,54	721,80	2,33	
M4.1	20	53,99	108,83	5,33	59,66	111,82	7,29	54,35	107,22	6,70	
M4.2	20	253,46	289,30	5,19	261,40	300,20	6,76	270,12	295,48	4,69	
M4.3	20	291,89	378,24	34,70	302,79	384,69	32,33	300,20	391,32	35,45	
M4.4	20	379,10	408,46	6,00	387,28	418,75	5,07	393,90	443,76	5,65	
M4.5	20	416,68	551,06	8,14	426,55	560,28	7,49	452,63	539,54	5,37	
M4.6	20	659,16	740,76	2,34	673,94	728,87	1,86	689,91	742,84	2,20	
M4.1	40	64,16	125,34	5,64	66,51	125,08	6,11	64,08	125,26	6,30	
M4.2	40	261,82	291,34	3,73	264,17	297,76	4,44	282,08	310,95	5,67	
M4.3	40	294,76	392,74	36,28	304,65	406,70	37,75	313,53	398,84	33,42	
M4.4	40	396,16	423,97	5,26	411,01	445,89	5,06	403,15	434,17	5,43	
M4.5	40	461,15	571,04	6,00	450,71	574,78	6,92	442,41	556,02	6,88	
M4.6	40	683,10	752,76	1,81	709,34	778,02	2,44	685,65	760,00	2,38	
M5.1	10	47,14	91,01	5,63	43,00	97,38	4,95	48,12	95,46	5,54	
M5.2	10	239,38	275,94	5,03	248,03	276,09	4,67	247,40	282,69	5,64	
M5.3	10	278,09	363,24	31,07	284,29	377,52	33,39	286,99	379,10	33,97	
M5.4	10	365,82	396,35	6,41	380,03	432,88	6,27	381,68	418,70	4,95	
M5.5	10	432,56	539,01	6,35	472,69	566,26	5,09	460,02	546,96	4,59	

97-149 (μm) 148-74 (μm) 74-37 (μm)											
M.E	RA	T onset	T end set	PM (%)	T onset	T end set	PM (%)	T onset	T end set	PM (%)	
M5.6	10	652,47	708,82	2,02	656,95	717,30	2,17	676,87	707,89	1,26	
M5.1	20	49,06	99,86	6,56	59,95	103,77	6,04	58,08	107,54	6,11	
M5.2	20	252,70	290,59	5,37	247,67	281,18	4,22	259,37	290,77	4,98	
M5.3	20	292,31	375,84	29,65	284,62	381,70	34,00	291,63	384,10	32,72	
M5.4	20	380,14	407,70	6,40	384,71	310,05	5,08	385,82	407,76	4,62	
M5.5	20	470,13	574,32	6,52	425,34	562,07	8,33	422,36	536,90	7,80	
M5.6	20	705,26	772,90	2,93	680,84	734,88	1,79	686,92	747,27	2,17	
M5.1	40	72,55	137,55	6,10	62,24	121,75	5,97	72,13	122,02	5,26	
M5.2	40	258,51	303,13	6,20	256,73	293,39	4,79	284,60	315,14	5,78	
M5.3	40	305,75	398,52	33,01	295,11	400,77	35,99	316,86	403,74	32,28	
M5.4	40	405,39	441,47	6,04	404,65	436,99	5,40	406,75	432,99	5,12	
M5.5	40	473,25	578,47	5,49	482,71	585,77	5,6	471,59	558,76	5,06	
M5.6	40	675,37	762,28	2,57	712,45	765,40	1,38	715,15	801,33	2,88	
M6.1	10	41,48	93,32	5,50	46,06	90,02	6,54	49,16	95,58	6,29	
M6.2	10	235,45	265,26	3,63	249,90	276,62	5,21	249,03	274,39	4,03	
M6.3	10	270,45	372,84	32,43	280,07	368,84	30,98	280,84	375,40	33,10	
M6.4	10	374,57	402,65	4,74	372,29	396,86	4,67	377,12	399,90	3,89	
M6.5	10	417,35	547,86	8,02	448,65	566,26	6,00	441,27	543,68	6,21	
M6.6	10	660,31	718,39	2,61	652,95	705,89	2,40	663,11	715,55	2,78	
M6.1	20	51,93	111,83	6,57	60,11	100,57	6,01	55,92	106,28	6,95	
M6.2	20	242,83	276,44	4,24	245,62	284,36	5,63	245,72	274,56	3,22	
M6.3	20	281,61	385,46	33,24	286,08	386,37	32,63	278,43	388,18	35,64	
M6.4	20	388,91	422,95	5,53	388,95	417,79	4,21	390,76	421,32	4,63	
M6.5	20	485,44	584,84	5,33	587,86	474,64	6,46	480,62	584,36	6,35	
M6.6	20	723,74	748,73	1,99	689,74	736,50	2,12	702,59	749,12	2,81	
M6.1	40	58,43	127,53	6,61	65,74	128,93	6,30	62,51	122,05	6,35	

97-149 (μm)				148-74 (μm)				74-37 (μm)		
M.E	RA	T onset	T end set	PM (%)	T onset	T end set	PM (%)	T onset	T end set	PM (%)
M6.2	40	242,83	277,37	3,60	247,14	284,11	4,22	258,83	290,32	3,88
M6.3	40	286,01	396,13	33,49	288,41	399,74	35,23	294,64	397,76	33,93
M6.4	40	398,72	434,13	5,74	402,32	428,97	4,48	400,35	428,83	5,38
M6.5	40	457,03	567,37	6,39	504,20	627,14	5,31	476,73	576,57	5,32
M6.6	40	686,51	745,71	1,69	684,78	781,89	3,16	683,54	770,36	2,85

**Legenda:** M.E= Matriz, Etapa de degradação; M1-M3=Sumé; M4-M5= São João do Cariri

**APÊNDICE E - Artigo científico publicado na revista Brazilian Journal of Botany, intitulado: Reproductive phenology in the standardization of tannins in plant drugs of specimens of *Sideroxylon obtusifolium* (Roem. & Schult.) T.D. Penn” (primeira página).**

Brazilian Journal of Botany (2021) 44:561–573  
<https://doi.org/10.1007/s40415-021-00726-8>

BIOCHEMISTRY & PHYSIOLOGY - ORIGINAL ARTICLE



## Reproductive phenology in the standardization of tannins in plant drugs of specimens of *Sideroxylon obtusifolium* (Roem. & Schult.) T.D. Penn

Azenete Campos Gomes<sup>1</sup> · Fabricio Havy Dantas de Andrade<sup>2</sup> · Alecksandra Vieira de Lacerda<sup>3</sup> · Rui Oliveira Macêdo<sup>2</sup>

Received: 18 April 2021 / Revised: 21 June 2021 / Accepted: 23 June 2021 / Published online: 16 July 2021  
 © Botanical Society of São Paulo 2021

### Abstract

The standardization of chemical markers in medicinal species in the Caatinga has been a great challenge, due to the genetic, time and spatial variability of this biome. The objective of this work was to develop and validate an analytical model for the selection of determinant parameters in the collection and sustainable medicinal use of the vegetable drug of *Sideroxylon obtusifolium* (Roem. & Schult.) T.D. Penn. Fieldwork and raw material for plant drugs were collected in two areas in the Brazilian semi-arid region. The analytical validation of tannin content was evaluated through the parameters required by the current Brazilian legislation, and the biological data were characterized through reproductive phenology. The analytical method developed has reliability for quantification of tannins. The aerial part contains up to 61% more tannins than the stem periderm, and it is possible to replace the use of the stem periderm with the aerial part. Specimens with low reproductive phenological intensity throughout the year had a higher concentration of tannins in the smallest particle sizes of the aerial part, and younger specimens had a higher concentration of tannins in the stem periderm. The data generated provide guidelines for the management of this species, which is promising in sustainable development.

**Keywords** Aerial part · Analytical validation · Caatinga · Intra-specific functional variability · Phenology-tannin interaction · Stem periderm

### 1 Introduction

*Sideroxylon obtusifolium* (Roem. & Schult.) T.D. Penn. (Sapotaceae), popularly known as quixabeira, is a species of broad pharmacological interest due to its wide use in ethnomedicine (Albuquerque et al. 2007). Studies have proven the efficacy of this species through its antibacterial, antioxidant, anti-inflammatory, antinociceptive and healing activities (Araújo Neto et al. 2010; Leite et al. 2015; Aquino et al. 2017, 2019).

Tannins are complex phenolic substances, in which their mechanism of medicinal action can be explained by the ability to precipitate proteins from the surface cells of the mucous membranes and tissues, forming a protective cover, inhibiting enzymes, and causing a rupture of the plasma membrane by forming a complex tannin protein and/or polysaccharide (Devappa et al. 2010).

Due to the high medicinal potential, the population of *S. obtusifolium* is under great pressure because the part of the plant used by traditional communities is exclusively the

Azenete Campos Gomes  
 azenatecampos@gmail.com

<sup>1</sup> Programa de Pós-Graduação em Produtos Naturais e Siméticos Bioativos, Departamento de Ciências Farmacêuticas, Centro de Ciências da Saúde, Instituto de Pesquisa em Fármacos e Medicamentos, Universidade Federal da Paraíba, Cidade Universitária s/n - Campus I, João Pessoa, PB 58059-900, Brazil

<sup>2</sup> Departamento de Ciências Farmacêuticas, Centro de Ciências da Saúde, Instituto de Pesquisa em Fármacos e Medicamentos, Universidade Federal da Paraíba, Cidade Universitária s/n - Campus I, João Pessoa, PB 58059-900, Brazil

<sup>3</sup> Laboratório de Ecologia e Botânica, Unidade Acadêmica de Tecnologia do Desenvolvimento, Centro de Desenvolvimento Sustentável do Semiárido, Universidade Federal de Campina Grande, Rua Luiz Grande, s/n - Frei Damílio, Sumé, PB 58540-000, Brazil

**APÊNDICE F - Artigo científico publicado na Revista Brasileira de Gestão Ambiental e Sustentabilidade, intitulado: Avaliação estrutural e distribuição espacial de *Sideroxylon obtusifolium* (Roem. & Schult.) T. D. Penn. em sistema ecológico ciliar de riacho intermitente no Cariri paraibano (primeira página).**

Revista Brasileira de Gestão Ambiental e Sustentabilidade (2020); 7(15): 21-30.  
ISSN 2359-1412  
[https://doi.org/10.21438/rbgas\(2020\)071502](https://doi.org/10.21438/rbgas(2020)071502)

**Avaliação estrutural e distribuição espacial de *Sideroxylon obtusifolium* (Roem. & Schult.) T. D. Penn. em sistema ecológico ciliar de riacho intermitente no Cariri paraibano**

**Azenate Campos Gomes<sup>1</sup>, Ana Paula de Souza Ferreira<sup>2</sup>, Francisca Maria Barbosa<sup>3</sup>, Rui Oliveira Macêdo<sup>4</sup> e Alecksandra Vieira de Lacerda<sup>5</sup>**

<sup>1</sup>Universidade Federal da Paraíba. Programa de Pós-Graduação em Produtos Naturais e Sintéticos Bioativos. Campus I. João Pessoa-PB, Brasil (CEP 58037-275).

<sup>2</sup>Universidade Federal da Paraíba. Instituto de Pesquisa em Fármacos e Medicamentos (IPeFarM). Campus I. João Pessoa-PB, Brasil (CEP 58037-275).

<sup>3</sup>Pesquisadora Autônoma. Sumé-PB, Brasil (CEP 58540-000).

<sup>4</sup>Universidade Federal da Paraíba. Centro de Ciências da Saúde. Departamento de Ciências Farmacêuticas. Campus I. João Pessoa-PB, Brasil (CEP 58037-275).

<sup>5</sup>Universidade Federal de Campina Grande. Centro de Desenvolvimento Sustentável do Semiárido. Sumé-PB, Brasil (CEP 58540-000). E-mail: alecvieira@yahoo.com.br.

**Resumo.** *Sideroxylon obtusifolium* (Roem. & Schult.) T. D. Penn. destaca-se pelo seu elevado potencial na Etnofarmacobotânica. Entretanto pouco se conhece sobre suas características ecológicas nos mais diferentes sistemas naturais pelos quais se distribui. O objetivo desse trabalho foi avaliar os dados estruturais e a distribuição espacial de *S. obtusifolium* em área de mata ciliar de caatinga conservada no cariri paraibano. O trabalho foi realizado no Riacho da Umburana ( $7^{\circ} 45' 15,3''$  S e  $36^{\circ} 58' 01,6''$  W; 571 m de altitude), localizado no Município de Sumé, na Microrregião do Cariri Ocidental Paraibano. Utilizou-se o método de parcelas contíguas de 10 x 20 m para calcular a estrutura horizontal por meio dos valores relativos de densidade, frequência e dominância e os valores de importância e de cobertura, e para a estrutura vertical foram utilizadas diferentes classes de altura e diâmetro. Determinaram-se também os índices de Diversidade de Shannon e de Equabilidade de Pielou para a comunidade estudada. A maior parte das parcelas apresenta apenas um indivíduo da espécie estudada. A maior contribuição de *S. obtusifolium* para a comunidade estudada está na dominância relativa (5,07%), valor justificável pelo significativo diâmetro de alguns espécimes, resultando em uma área basal e consequentemente dominância relativa mais significativa dentro da comunidade. Tanto para o parâmetro altura como diâmetro, a segunda classe (3,1 a 5,0 m de altura e 4,1 a 5,0 cm de diâmetro) deteve o maior número de indivíduos, indicando maior representatividade nas classes mais

Recebido  
15/12/2019

Aceito  
27/02/2020

Disponível on line  
08/03/2020

Publicado  
30/04/2020

 Acesso aberto



**APÊNDICE G - Artigo científico publicado na Revista Floresta e Ambiente, intitulado:  
Contributions of annual phenological intensity to the production of tannins in  
*Sideroxylon obtusifolium* in Brazilian Semi-arid (primeira página).**

Floresta e Ambiente 2021; 28(4): e20210027  
<https://doi.org/10.1590/2179-8087-FLORAM-2021-0027>  
ISSN 2179-8087 (online)



ORIGINAL ARTICLE – Conservation of Nature

## Contributions of Annual Phenological Intensity to the Production of Tannins in *Sideroxylon obtusifolium* in Brazilian Semi-arid

Azenete Campos Gomes<sup>1</sup>   
Fabrício Havy Dantas de Andrade<sup>1</sup>   
Aleksandra Vieira de Lacerda<sup>2</sup>   
Rui Oliveira Macêdo<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Universidade Federal da Paraíba, Instituto de Pesquisa em Fármacos e Medicamentos, Centro de Ciências da Saúde, Departamento de Ciências Farmacêuticas, João Pessoa, PB, Brasil

<sup>2</sup>Universidade Federal de Campina Grande, Centro de Desenvolvimento Sustentável do Semiárido, Unidade Acadêmica de Tecnologia do Desenvolvimento, Laboratório de Ecologia e Botânica, Sumé, PB, Brasil

### Abstract

The correlation between biological and ecological parameters is essential for the sustainable use of species. This study aimed to assess the relationship between phenological intensity and tannin production in *Sideroxylon obtusifolium* (Roem. & Schult.) T.D.Penn. in environments with different precipitation regimes. The tannin production and phenological characterization were assessed through the intensity and synchrony of leaves, flower buds, flowers, and fruits in specimens from two microregions of Paraíba, northeastern Brazil. The specimens in the municipality of Sumé were not synchronous and fruiting is the least synchronous phenophase, with an index of only 0.17. The specimens in São João do Cariri had synchronization of 0.77, 0.82, and 0.92 for flower bud, flowering, and fruiting phenophases, respectively. The correlation and factorial clustering showed that fruiting has a correlation of -0.75 with the production of tannins, suggesting that low intensity of annual fruiting is necessary for higher tannin production.

**Keywords:** Reproductive phenology, synchrony, secondary metabolites, Caatinga

### 1. INTRODUCTION

*Sideroxylon obtusifolium* (Roemer & Schultes) T.D.Penn. belongs to the family Sapotaceae and is popularly known in Brazil as quixabeira, sapotiaba, sacutiaba, coronilha, coca, maçaranduba-da-praia, miri, and rompe-gibão. It is a deciduous or semi-deciduous spinescent tree, with a dense top and simple chartaceous and glabrous leaves, bright on the upper side. This species has inflorescences in axillary fascicles, with 2–20 whitish, fragrant, and discreet flowers. It has drupe-type fruits, smooth, with sweet juicy pulp (Carneiro et al., 2015; Silva & Dantas 2017).

*S. obtusifolium* has a wide geographical distribution, occurring in the Caatinga, Cerrado, Atlantic Forest, and Pantanal phytogeographic domains (Carneiro et al., 2015). In the Caatinga, Reséndiz (2018) and Lacerda & Barbosa (2018, 2020) highlighted this species among those with a preference for more humid environments. Due to the wide distribution, flowering and fruiting periods vary in this species according

to the environment (Barbosa et al., 1989, 2003; Gomes et al., 2010; Gomes et al., 2021; Kill et al., 2014). According to Kill et al. (2014), the differences in phenological behavior, floral biology, and pollinating agents indicate climatic variables as one of the several factors capable of influencing this relationship.

Concerning the chemical constitution of *S. obtusifolium*, tannins are characterized as one of the main responsible for the high medicinal potential of adult specimens. However, many variations have been found in several studies. Thus, it is necessary to understand the metabolism processes throughout this species life cycle, which are constantly changing. The high variability in the active constituents of plants can put the patient's health and safety at risk; therefore, quality control is extremely necessary to ensure both the chemical composition of extracts and their safety use (Kicel et al., 2020).

Phenology is the study of the frequency, intensity, and synchronism of life cycle events, the causes of their occurrence in relation to the selective biotic and abiotic forces, as well as