UNIVERSIDADE FEDERAL DO AMAZONAS
PRÓ-REITORIA DE PESQUISA E PÓS-GRADUAÇÃO
INSTITUTO DE CIÊNCIAS EXATAS
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM QUÍMICA

INVESTIGAÇÃO DOS CONSTITUINTES QUÍMICOS E BUSCA DE ATIVIDADES BIOLÓGICAS NOS RESÍDUOS MADEIREIROS DE *Peltogyne catingae* Ducke E *Allantoma decandra* (Ducke) S. A. Mori, Y. Y. Huang & Prance

DAVI SANTOS OLIVEIRA

DOUTORADO

Manaus/AM
Março/2026

DAVI SANTOS OLIVEIRA

INVESTIGAÇÃO DOS CONSTITUINTES QUÍMICOS E BUSCA DE ATIVIDADES BIOLÓGICAS NOS RESÍDUOS MADEIREIROS DE *Peltogyne catingae* Ducke E *Allantoma decandra* (Ducke) S. A. Mori, Y. Y. Huang & Prance

Tese de doutorado apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Química da Universidade Federal do Amazonas, exigida para a obtenção do título de doutor em química com ênfase na linha de pesquisas de Produtos Naturais e Biomoléculas.

Profa. Dra. Maria da Paz Lima

Orientadora

Manaus/AM

Março/2026

Ficha Catalográfica

Elaborada automaticamente de acordo com os dados fornecidos pelo(a) autor(a).

O48i Oliveira, Davi Santos
Investigação dos constituintes químicos e busca de atividades biológicas dos resíduos madeireiros de Peltogyne catingae Ducke e Allantoma decandra (Ducke) S. A. Mori, Y. Y. Huang & Prance / Davi Santos Oliveira. - 2026.
222 f. : il., color. ; 31 cm.

Orientador(a): Maria da Paz Lima.
Tese (doutorado) - Universidade Federal do Amazonas, Programa de Pós-Graduação em Química, Manaus/AM, 2026.

1. Fabaceae. 2. Lecythidaceae. 3. Fitoquímica. 4. Atividade antimicrobiana. 5. Peltoginoides. I. Lima, Maria da Paz. II. Universidade Federal do Amazonas. Programa de Pós-Graduação em Química. III. Título

---

Ministério da Educação
Universidade Federal do Amazonas
Coordenação do Programa de Pós-Graduação em Química

FOLHA DE APROVAÇÃO

"INVESTIGAÇÃO DOS CONSTITUINTES QUÍMICOS E BUSCA DE ATIVIDADES BIOLÓGICAS NOS RESÍDUOS MADEIREIROS DE PELTOGYNE CATINGAE DUCKE E ALLANTOMA DECANDRA (DUCKE) S.A. MORI, Y.Y. HUNG & PRANCE"

DAVI SANTOS OLIVEIRA

Tese de Doutorado submetida ao Programa de Pós-Graduação em Química do Instituto de Ciências Exatas da Universidade Federal do Amazonas como requisito parcial para a obtenção do grau de Doutor(a) em Química.

Aprovada em 10 de março de 2026.

Banca Examinadora:

gov.br Documento assinado digitalmente
MARIA DA PAZ LIMA
Data: 11/03/2026 12:39:30-0300
Verifique em https://validar.iti.gov.br

PROF.(A). DR.(A). MARIA DA PAZ LIMA (PPGQ/UFAM)

ORIENTADORA/PRESIDENTE

gov.br Documento assinado digitalmente
ALISSON MEZA NOVAIS
Data: 10/03/2026 20:22:27-0300
Verifique em https://validar.iti.gov.br

PROF.(A). DR.(A). ALISSON MEZA NOVAIS (PPGQ/UFAM)

MEMBRO INTERNO

gov.br Documento assinado digitalmente
LYEGE MAGALHAES OLIVEIRA
Data: 11/03/2026 21:33:17-0300
Verifique em https://validar.iti.gov.br

PROF.(A). DR.(A). LYEGE MAGALHÃES OLIVEIRA (IFAM)

MEMBRO EXTERNO

gov.br Documento assinado digitalmente
WALDIRENY ROCHA GOMES
Data: 11/03/2026 23:26:42-0300
Verifique em https://validar.iti.gov.br

PROF.(A). DR.(A). WALDIRENY ROCHA GOMES (UFAM)

MEMBRO EXTERNO

gov.br Documento assinado digitalmente
CECILIA VERONICA NUNEZ
Data: 11/03/2026 18:56:40-0300
Verifique em https://validar.iti.gov.br

PROF.(A). DR.(A). CECILIA VERONICA NUNEZ (INPA)

MEMBRO EXTERNO

UNIVERSIDADE FEDERAL DO AMAZONAS

Manaus, 10 de março de 2026.

A Deus, que me deu forças e discernimento para alcançar os meus sonhos.

OFEREÇO

A minha mãe Maria Cristina de Sousa e meu pai Joaquim dos Santos Oliveira (*in memoriam*) e meu padrasto Antônio Batista do Nascimento por toda a dedicação e apoio nesta caminhada;

E a toda a minha família pelo amor, companheirismo e compreensão;

A minha orientadora, Profa. Dra. Maria da Paz Lima, pela confiança, ensinamentos e incentivo ao longo desta caminhada científica;

E a todos aqueles que caminharam comigo, acreditaram e não soltaram minha mão,

Dedico.

AGRADECIMENTOS

Agradeço a **Deus**, fonte de toda sabedoria e força, por guiar meus passos e sustentar minha caminhada até aqui.

Aos meus pais, **Maria Cristina de Sousa** e **Joaquim dos Santos Oliveira** (*in memoriam*), por todo amor, carinho e ensinamentos. Obrigado por tudo!

À minha orientadora, Profa. Dra. **Maria da Paz Lima**, sou imensamente grato pela orientação cuidadosa, pela confiança em mim depositada e pela dedicação e entusiasmo constantes com o nosso grupo de pesquisas. Mais do que uma excelente profissional, foi presença fundamental na minha formação acadêmica e humana, sempre com generosidade, incentivo e exemplo. Muito obrigado por tudo, a Sra. foi mais do que uma mãe científica.

À Dra. **Claudete Nascimento**, por disponibilizar os resíduos madeireiros para a realização desta pesquisa.

Ao meu ex-coordenador pedagógico Prof. **Julio Cesar Melo** pela amizade, incentivo e apoio a esta iniciativa de ingresso no curso de doutorado.

Aos colegas do Laboratório de Química de Produtos Naturais do INPA, **Henrique Cativo**, **Jennifer Lima**, **Helena Garcia**, **Paulo Nogueira**. E aos meus filhotes científicos **Genésio Neto**, **Estefane Picanço** e **Gabriel Souza**, pelas atividades do dia a dia e momentos de descontração.

À minha amiga doutoranda **Priscila Brasil**, pelas inúmeras horas de estudos desde a graduação e o mestrado, por me auxiliar em algumas análises e pela memorável amizade que construímos e levarei por toda a vida. Serei eternamente grato por todos os conselhos e conversas distraídas que tivemos durante essa caminhada.

À minha amiga Dra. **Priscila Duarte,** pela amizade incondicional e presença durante toda a graduação, mestrado e doutorado, compartilhando momentos cruciais e importantes. Juntos acreditamos que a educação foi e sempre será nossa maior ferramenta de mudança em nossas vidas. Serei eternamente grato por sua amizade.

À técnica **Ana Cortez** e ao Prof. Dr. **João Vicente Braga de Souza** e ao Laboratório de Micologia do INPA, pelos ensaios antifúngicos com *Candida* spp. e *Cryptococcus* spp.

À Dra. **Denise Scoaris** e sua aluna **Luana Silva**, pelos ensaios antifúngicos com *Sporothrix* spp. realizados na Fundação Ezequiel Dias – FUNED em Belo Horizonte/MG.

À Profa. Dra. **Jennifer Lima**, Dra. **Danielle Fernandes** e Dra. **Maria de Fátima** pelos ensaios antibacterianos com *Xanthomonas* sp. do Laboratório de Produtos Naturais da UFScar em São Carlos/SP.

Aos técnicos da Central Analítica do Laboratório Temático de Química de Produtos Naturais (CA-LTQPN) do INPA, **Magno Muniz**, **Zelina** e **Sabrina Kelly,** pelo suporte na obtenção dos espectros de RMN 1D e 2D e CLAE-EMAR.

Ao Prof. Dr. **Luiz Keng** e ao Laboratório de Ciência de Dados e Quimioinformática (LaCiQ) do IQ/UFG pela obtenção de alguns espectros de RMN.

À Prof. Dra. **Jaqueline de Araújo Bezerra** pelas análises em CG-EM realizadas no Laboratório Temático do Instituto Federal do Amazonas.

Aos professores da banca de qualificação, Profa. Dra. **Rita Nunomura**, Prof. Dr. **Alisson Novais** e a Profa. Dra. **Lyege Oliveira**, por todas as sugestões e orientações dadas para a conclusão até esta etapa do trabalho.

Ao **Instituto Nacional de Pesquisas da Amazônia** pela estrutura física oferecida e oportunidade de desenvolver esta pesquisa.

Ao **Programa de Pós-Graduação em Química da UFAM** pelo apoio e coordenação do curso de doutorado.

E, por fim, a **Fundação de Amparo à Pesquisa no Estado do Amazonas** pelo auxílio financeiro por meio da bolsa de estudos.

Gratidão por tudo!

RESUMO

A Amazônia concentra uma das maiores coberturas florestais do mundo e sustenta intensa atividade madeireira, responsável pela geração de expressivos volumes de resíduos, em geral subaproveitados. Diversas espécies apresentam elevada resistência ao ataque de organismos xilófagos e notável durabilidade da madeira, propriedades frequentemente associadas à presença e ao papel ecológico de metabólitos secundários. Neste contexto, buscando agregar valor aos resíduos madeireiros, o presente trabalho teve como objetivo investigar os constituintes químicos dos resíduos madeireiros (cerne e alburno) de *Allantoma decandra* e *Peltogyne catingae* e avaliar a atividade biológica das substâncias isoladas e caracterizadas. Desta forma, o perfil metabólico dos extratos apolares e polares foi avaliado por técnicas cromatográficas de CG-EM e CLAE-EMAR, respectivamente. Os extratos polares foram fracionados em coluna aberta utilizando diferentes fases estacionárias (Sílica gel e Sephadex LH-20) e as frações foram analisadas por Ressonância Magnética Nuclear (RMN) 1D e 2D e por CLAE-EMAR. Algumas frações foram avaliadas *in vitro* frente a três gêneros de fungos de interesse médico (*Candida* spp. e *Cryptococcus* spp.) e médico/veterinário (*Sporothrix* spp.) e uma bactéria (*Xanthomonas citri* ssp. *citri*) de interesse da citricultura. Como resultados, no extrato apolar dos resíduos de *A. decandra* foram caracterizados ésteres metílicos de ácidos graxos (6-octadecenoato de metila – majoritário) e no extrato polar foram identificados derivados de ácido graxo saturado (**3**) e insaturado (**4**), derivado de glicerol (**5**), α-amirina (**6**) e β-amirina (**7**) e quatro ácidos fenólicos: ácido gálico (**1**), ácido 4-*O*-metilgálico (**2**), ácido vanilíco (**8**), ácido siríngico (**9**). E no extrato apolar dos resíduos de *P. catingae* também foram caracterizados ésteres metílicos de ácidos graxos (9,12-octadecenoato de metila - majoritário) e no extrato polar foram identificados 7 flavonoides modificados (peltoginoides); o rel-(2,3-*trans*-3,4-*trans*)-peltoginol (**10a**) e rel-(2,3-*trans*-3,4-*trans*)-mopanol (**10b**), e rel-(2,3-*trans*-3,4-*cis*)-peltoginol B (**10c**) e rel-(2,3-*trans*-3,4-*cis*)-mopanol B (**10d**), rel-(2,3-*trans*)-mopano (**11**), rel-(2,3-*trans*)-pubeschin (**13**) e rel-(2,3-*trans*-3,4-*cis*)-4-*O*-metilpeltoginol B (**15**), além de dois flavanon-3-óis rel-(2,3-*trans*)-3-*O*-metilfustina (**12a**) e rel-(2,3-*cis*)-3-*O*-metilfustina (**12b**) e uma chalcona (*E*)-buteina (**14**). Conforme os ensaios antimicrobianos, destacam-se uma fração contendo a mistura das substâncias **10a-d** com CIMs frente à *Candida glabrata* e *C. tropicalis* (40 µg/mL), *C. krusei* (20 µg/mL), *Cryptococcus gatti* (40 µg/mL), *C. neoformans* (5 µg/mL), *Sporothrix brasiliensis* (62,5 µg/mL, efeito fungistático), *S. schenckii* (31,25 µg/mL, efeito fungicida) e *Xanthomonas citri* ssp. *citri* (100 µg/mL, efeito bactericida). Adicionalmente, destacaram-se o extrato polar de *P. catingae* (**PCM**), que apresentou CIM de 31,25 µg/mL e efeito fungicida frente a *S. brasiliensis* e *S. schenckii*, bem como a mistura **10b/10d** e a substância **13**, ambas com CIM de 62,5 µg/mL e efeito fungicida frente às duas cepas avaliadas. Desse modo, este estudo contribuiu para o conhecimento da biodiversidade amazônica, agregando valor químico e biológico aos resíduos madeireiros de *A. decandra* e *P. catingae*.

Palavras-chaves: Fabaceae; Lecythidaceae; fitoquímica; atividade antimicrobiana.

ABSTRACT

The Amazon harbors one of the largest forest covers in the world and sustains intense logging activity, which generates substantial volumes of residues that are generally underutilized. Several species exhibit high resistance to xylophagous organisms and remarkable wood durability, properties often associated with the presence and ecological role of secondary metabolites. In this context, aiming to add value to wood residues, the present study investigated the chemical constituents of wood residues (heartwood and sapwood) of *Allantoma decandra* and *Peltogyne catingae* and evaluated the biological activity of the isolated and characterized substances. Accordingly, the metabolic profiles of nonpolar and polar extracts were assessed by GC–MS and LC–MS, respectively. Polar extracts were fractionated by open-column chromatography using different stationary phases (silica gel and Sephadex LH-20), and promising fractions were analyzed by 1D and 2D Nuclear Magnetic Resonance (NMR) and LC–MS. These fractions were evaluated in vitro against three genera of fungi of medical (*Candida* spp. and *Cryptococcus* spp.) and medical/veterinary (*Sporothrix* spp.) relevance, as well as against a bacterium of importance to citriculture (*Xanthomonas citri* ssp. *citri*). As results, methyl esters of fatty acids were characterized in the nonpolar extract of *A. decandra* residues (with methyl 6-octadecenoate as the major constituent), while the polar extract yielded saturated (**3**) and unsaturated (**4**) fatty acid derivatives, a glycerol derivative (**5**), α-amyrin (**6**), β-amyrin (**7**), and four phenolic acids: gallic acid (**1**), 4-*O*-methylgallic acid (**2**), vanillic acid (**8**), and syringic acid (**9**). In the nonpolar extract of *P. catingae* residues, methyl esters of fatty acids were also identified (methyl 9,12-octadecadienoate as the major constituent), whereas the polar extract afforded seven modified flavonoids (peltogynoids): rel-(2,3-*trans*-3,4-*trans*)-peltogynol (**10a**), rel-(2,3-*trans*-3,4-*trans*)-mopanol (**10b**), rel-(2,3-*trans*-3,4-*cis*)-peltogynol B (**10c**), rel-(2,3-*trans*-3,4-*cis*)-mopanol B (**10d**), rel-(2,3-*trans*)-mopano (**11**), rel-(2,3-*trans*)-pubeschin (**13**), and rel-(2,3-*trans*-3,4-*cis*)-4-*O*-methylpeltogynol B (**15**), in addition to two flavanon-3-ols, rel-(2,3-*trans*)-3-*O*-methylfustin (**12a**) and rel-(2,3-*cis*)-3-*O*-metilfustin (**12b**), and one chalcone, (*E*)-butein (**14**). Among the antimicrobial assays, a fraction containing compounds **10a-d** stood out, displaying MICs against *Candida glabrata* and *C. tropicalis* (40 µg/mL), *C. krusei* (20 µg/mL), *Cryptococcus gattii* (40 µg/mL), *C. neoformans* (5 µg/mL), *Sporothrix brasiliensis* (62.5 µg/mL, fungistatic effect), *S. schenckii* (31.25 µg/mL, fungicidal effect), and *Xanthomonas citri* ssp. *citri* (100 µg/mL, bactericidal effect). Additionally, the polar extract of *P. catingae* (**PCM**) stood out, exhibiting a MIC of 31.25 µg/mL and a fungicidal effect against *S. brasiliensis* and *S. schenckii*, as well as the **10b/10d** mixture and compound **13**, both showing a MIC of 62.5 µg/mL and a fungicidal profile against both evaluated strains.Thus, this study contributes to the knowledge of Amazonian biodiversity by adding chemical and biological value to the wood residues of *A. decandra* and *P. catingae*.

Key words: Fabaceae; Lecythidaceae; phytochemistry; antifungal activity.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1. Representação esquemática da estrutura macroscópica da madeira. Imagem gerada com auxílio de inteligência artificial (IA Gemini) e adaptada pelo autor. 17
Figura 2. Exemplos de estruturas poliméricas de metabólitos primários. 18
Figura 3. Metabólitos relatados no cerne de Brosimum rubescens. 20
Figura 4. Metabólitos identificados nos estudos de Garcia e colaboradores (2018). 21
Figura 5. Metabólitos identificados nos estudos de Melo e colaboradores (2020). 22
Figura 6. Metabólitos identificados nos estudos de Melo e colaboradores (2019) e Rodrigues e colaboradores (2022). 23
Figura 7. Distribuição geográfica mundial da família Lecythidaceae (TROPICS, 2024a). 24
Figura 8. Esqueletos de triterpenos, flavonoides e derivados de ácidos fenólicos presentes na família Lecythidaceae. 25
Figura 9. Distribuição geográfica do gênero *Allantoma* na América do Sul (WFO, 2024a). 26
Figura 10. Fotos de um espécime (A), do fruto (B) e um corte no tronco (C) de *Allantoma* sp. Fontes: Frankiebeautico, 2025ª (A); CUTEK® (B), 2025; Frankiebeautico, 2025b (C). 27
Figura 11. Distribuição geográfica da espécie *Allantoma decandra* na América do sul (WFO, 2024b). 28
Figura 12. Distribuição geográfica mundial da família Fabaceae (TROPICOS, 2024c). 29
Figura 13. Esqueletos de flavonoides relatados na família Fabaceae. 30
Figura 14. Distribuição geográfica do gênero *Peltogyne* na América Central e Sul (WFO, 2024c). 31
Figura 15. Fotos de um espécime e corte vertical no tronco (A), anéis e pedações do tronco (B) de um espécime de *Peltogyne*. Fonte: Frankiebeautico, 2025 (A); CUTEK®, 2025 (B). 32

Figura 16. Tipos de esqueletos dos peltoginoides..... 35
Figura 17. Distribuição geográfica da espécie *P. catingae* (WFO, 2024d)..... 37
Figura 18. Formas de microscópicas dos fungos *Cryptococcus* sp. (A), *Candida* sp. (B) e *Sporothrix* sp. (C). Fonte: CDC – Public Health Image Library (PHIL), ID imagens: 28107, 28250, 21831, respectivamente..... 39
Figura 19. Sintomas nos frutos e folhas da doença *Xanthomonas citri* subsp. *citri*. Fonte: RURALTEC TV, 2025..... 41
Figura 20. Amostras das madeiras estudas e suas respectivas espécies..... 47
Figura 21. Técnica de microdiluição em caldo. 64
Figura 22. Esquematização do ensaio para determinação da CIM..... 68
Figura 23. Esquematização do ensaio bactericida para a determinação da CBM. 69
Figura 24. Cromatograma TIC obtidos por CG-EM de ADH..... 70
Figura 25. Cromatograma TIC obtidos por CG-EM de PCH..... 70
Figura 26. Espectros de massas dos ácidos graxos saturados..... 72
Figura 27. Espectros de massas dos ácidos graxos insaturados..... 72
Figura 28. Cromatograma BPC das extrações ADM-D.S e ADM-A.S. 74
Figura 29. Cromatograma BPC das extrações PCM-D.S e PCM-A.S..... 76
Figura 30. Ampliação da região entre δ_H 3,5-7,5 ppm do espectro de RMN de ^1H (400 MHz, CD_3OD) das substâncias **1** e **2**. 79
Figura 31. Ampliação da região entre δ_H 60-180 ppm do espectro de RMN de ^{13}C (100 MHz, CD_3OD) das substâncias **1** e **2**. 81
Figura 32. Ampliações do HSQC nas regiões dos sinais em δ_H 7,05, 7,04 e 3,86 e suas respectivas correlações. 81
Figura 33. Ampliação do HMBC nas regiões dos sinais em de δ_H 7,05, 7,04 e 3,86 e suas respectivas correlações. 82
Figura 34. Ácidos fenólicos (**1** e **2**) identificados em ADM-A.S..... 83
Figura 35. Perfil de fragmentação MS^2 do íon molecular *m/z* 169,0123 da ácido gálico (**1**)..... 83
Figura 36. Perfil de fragmentação MS^2 do íon molecular *m/z* 183,0302 do ácido 4-*O*-metilgálico (**2**)..... 83
Figura 37. Ampliação da região entre δ_H 0,0-6,0 ppm do espectro de RMN de ^1H (300 MHz, $CDCl_3$) das substâncias **3** e **4**. 84
Figura 38. Ácidos graxos (**3** e **4**) identificados em ADM-4..... 85

Figura 39. Ampliação da região entre δ_H 4,0-5,4 ppm do espectro de RMN de ^1H da substância **5**. 86
Figura 40. Ampliação do HSQC nas regiões dos sinais em δ_H 5,28, 4,30 e 4,15 ppm e suas respectivas correlações. 86
Figura 41. Ampliação das regiões entre δ_H 3,15-3,25 e 5,07-5,19 ppm do espectro de RMN de ^1H (300 MHz, $CDCl_3$) das substâncias **6** e **7**. 88
Figura 42. Triterpenos (**6** e **7**) identificados em ADM-6. 89
Figura 43. Ampliações das regiões entre δ_H 3,92-3,89 e 7,60-6,80 ppm do espectro de RMN de ^1H (300 MHz, CD_3OD) das substâncias **8** e **9**..... 90
Figura 44. Projeção de RMN de ^{13}C a partir da sobreposição dos mapas HMBC e HSQC de ADM-22.P5. 92
Figura 45. Ampliações do mapa de contorno HMBC nas regiões dos sinais em δ_H 6,85, 7,57 e 7,56 ppm e suas respectivas correlações para a substância **8**. 93
Figura 46. Ampliação do mapa de contorno HMBC na região do sinal em δ_H 7,33 ppm e suas respectivas correlações para a substância **9**. 94
Figura 47. Ampliação do mapa de contorno HMBC na região dos sinais em δ_H 3,90 e 3,89 ppm e suas respectivas correlações para a substância **9**. 94
Figura 48. Ácidos fenólicos (**8** e **9**) identificados em ADM-22.P5. 95
Figura 49. Peltoginoides (**10a-d**) identificados na amostra PCM-A.S. 96
Figura 50. Ampliações das regiões entre δ_H 7,35-7,10, 6,49-6,42 e 6,37-6,32 ppm do espectro de RMN de ^1H (400 MHz, CD_3OD) das substâncias **10a-d**. 99
Figura 51. Ampliações das regiões dos espectros de DEPT-135 entre δ_C 70,0-64,0 ppm e HSQC entre δ_H 5,10-4,75 ppm e suas respectivas correlações para as substâncias **10a-d**. 100
Figura 52. Ampliações do espectro de HMBC entre δ_H 5,10-4,75 ppm e suas respectivas correlações para as substâncias **10a-d**..... 100
Figura 53. Ampliação da região δ_H 7,1–6,5 ppm do espectro de RMN ^1H das substâncias **10a-d**. 101
Figura 54. Ampliação da região δ_H 3,67–3,48 ppm do espectro de RMN ^1H das substâncias **10a-d**. 102
Figura 55. Epímeros C-4 relatados em *Toxicodendron vernicifluum* (HASHIDA et al., 2014). 103

Figura 56. Perfil de fragmentação MS^2 das substâncias **10a-d** nos TRs 7,3 e 7,9 min. 104
Figura 57. Cromatograma Base Peak Chromatogram – BPC das fases particionadas PCM-D.S e PCM-A.S. 105
Figura 58. Ampliação da região δ_H 3,68-3,46 do espectro de RMN de ^1H correspondente aos duplos dupletos de H-3 do anel C das substâncias **10a-d**. 106
Figura 59. Ampliação e comparação dos espectros de RMN de ^1H das substâncias **10a** e **10c**. 107
Figura 60. Ampliação da região δ_H 3,70 – 3,45 ppm dos espectros do RMN de ^1H das substâncias **10a** e **10c**..... 109
Figura 61. Ampliações da região δ_H 7,4 – 6,2 ppm dos espectros do RMN de ^1H das substâncias **10a** e **10c**.....110
Figura 62. Ampliações da região δ_H 5,20 – 4,6 ppm dos espectros do RMN de ^1H das substâncias **10a** e **10c**.....110
Figura 63. Perfil cromatográfico Base Peak Chromatogram (BPC) e fragmentação MS^2 das substâncias **10a** e **10c**. 111
Figura 64. Ampliações comparativas dos espectros de RMN de ^1H (300 MHz, CD_3OD) das substâncias **10a/10c** e **10b/10d**. 112
Figura 65. Ampliação comparativa da região δ_H 3,70 – 3,45 ppm dos espectros do RMN de ^1H dos pares de substâncias **10a/10c** e **10b/10d**.....114
Figura 66. Ampliações das regiões de δ_H 7,4 – 6,2 ppm dos espectros do RMN de ^1H das substâncias **10a/10c** e **10b/10d**.....115
Figura 67. Ampliações da região δ_H 5,15 – 4,7 ppm dos espectros do RMN de ^1H das substâncias **10a/10c** e **10b/10d**. 116
Figura 68. Perfil cromatográfico *Base Peak Chromatogram* (BPC) e fragmentação MS^2 dos pares de substâncias **10a/10c** e **10b/10d**. 117
Figura 69. Ampliações comparativas da região entre δ_H 2,5-7,5 ppm dos espectros de RMN de ^1H (600 MHz, CD_3OD) das substâncias **11** e **13**. 118
Figura 70. Ampliações das regiões δ_H 5,0-4,0, 3,7-3,60 e 3,0-2,7 ppm dos espectros de RMN de ^1H das substâncias **11** e **13**. 120
Figura 71. Ampliações da região entre δ_H 5,0-4,7 ppm dos espectros de RMN de ^1H e dos mapas de contorno HSQC das substâncias **11** e **13**. 121

Figura 72. Ampliações do mapa de contorno HMBC na região δ_H 5,0-4,7 ppm e suas correlações (H→C) ^2J e ^3J das substâncias **11** e **13**..... 122
Figura 73. Ampliações da região δ_H 7,2-6,3 ppm dos espectros de RMN de ^{1}H das substâncias **11** e **13**. 123
Figura 74. Ampliações da região δ_C 165-25 ppm dos espectros de DEPTQ (150 MHz, CD_3OD) das substâncias **11** e **13**..... 124
Figura 75. Perfil cromatográfico BPC e espectrométrico MS^2 obtido por CLAE-EMAR das substâncias **11** e **13**..... 125
Figura 76. Estruturas químicas dos peltoginoides (**11** e **13**) identificados no extrato PCM. 126
Figura 77. Flavanon-3-óis (**12a** e **12b**) identificados no extrato PCM. 127
Figura 78. Ampliações das regiões δ_H 7,75-7,69, 7,05-6,73 e 6,54-6,32 ppm do espectro de RMN de ^{1}H (600 MHz, CD_3OD) das substâncias **12a** e **12b**. 128
Figura 79. Ampliação da região de δ_H 5,30-3,60 ppm do espectro de RMN de ^{1}H das substâncias **12a** e **12b**..... 129
Figura 80. Ampliações do mapa de contorno HMBC na região δ_H 5,40-3,80 e 3,34-3,27 ppm suas correlações das substâncias **12a** e **12b**..... 130
Figura 81. Perfil cromatográfico BPC e espectrométrico MS^2 obtido por CLAE-EMAR das substâncias **12a** e **12b**. 131
Figura 82. Ampliações comparativas das regiões entre δ_H 8,0-6,0 e 5,0-2,5 ppm dos espectros de RMN de ^{1}H (600 MHz, CD_3OD) das substâncias **11** e da mistura de **11** e **14**..... 132
Figura 83. Ampliações comparativas dos espectros de RMN de ^{13}C (150 MHz, CD_3OD) das substâncias **11** e da mistura de **11** e **14**. 133
Figura 84. Ampliação da região de δ_H 8,0-6,2 ppm do espectro de RMN de ^{1}H com os sinais característicos da substância **14**..... 135
Figura 85. Ampliação do mapa de contorno HMBC na região δ_H 8,0-6,2 ppm e suas respectivas correlações (H→C) ^2J e ^3J para a substância **14**..... 136
Figura 86. Perfil cromatográfico BPC e espectrométricos MS^2 obtido por CLAE-EMAR das substâncias **11** e **14**..... 137
Figura 87. Estrutura química da substância **14** e a α-hidroxibuteína identificada no cerne de *P. pubescens* e *P. venosa*..... 138
Figura 88. Ampliações comparativas de região entre δ_H 7,5-3,0 ppm dos espectros de RMN de ^{1}H (300 MHz, CD_3OD) das substâncias **15** e **10c**..... 139

Figura 89. Ampliações de região entre δ_H 3,57-3,50 ppm dos mapas de correlação HSQC e HMBC da substância **15**. 141
Figura 90. Perfil cromatográfico BPC e espectrométrico MS^2 obtido por CLAE-EMAR da substância **15**. 142
Figura 91. Estrutura química da substância **15** e o (±)-4-*O*-metilpeltoginol identificado em *P. mexicana*. 142
Figura 92. Estruturas químicas das substâncias selecionadas para os ensaios biológicos. 143
Figura 93. Estrutura molecular da Anfotericina B. 145
Figura 94. Aspecto e tonalidade do extrato PCM. 148
Figura 95. Estruturas químicas de terpenos altamente ativos contra *Sporothrix* spp. 149
Figura 96. Estrutura molecular do Itraconazol. 150
Figura 97. Estruturas químicas dos dihidroxibenzoatos alquilados e o α-cadinol ativos contra a cepa de *Xanthomonas citri* ssp. *citri*. 151

LISTA DE TABELAS

Tabela 1. Compostos relatados no gênero *Peltogyne*. 33
Tabela 2. Codificação dos extratos..... 47
Tabela 3. Massas das frações geradas durante os fracionamentos cromatográficos do extrato ADM e da fração ADM-22. 51
Tabela 4. Massas das frações geradas durante os fracionamentos cromatográficos do extrato PCM e da fração **PCM-14a**. 55
Tabela 5. Massas das frações geradas durante os fracionamentos cromatográficos das frações **PCM-14a.5** e **PCM-14a.6**. 56
Tabela 6. Massas das frações geradas durante os fracionamentos cromatográficos da fração **PCM-14b**..... 57
Tabela 7. Massas das frações geradas durante o fracionamento cromatográfico da fração **PCM-14b.9**. 59
Tabela 8. Massas das frações geradas durante os fracionamentos cromatográficos das frações **PCM-14b.10** e **PCM-14b.10.9**. 59
Tabela 9. Massas das frações geradas durante os fracionamentos cromatográficos das frações **PCM-14b.12** e **PCM-14b.12.7**. 60
Tabela 10. Massas das frações geradas durante os fracionamentos cromatográficos das frações **PCM-14b.13** e **PCM-14b.13.7**. 62
Tabela 11. Espécies de fungos utilizadas nos ensaios antifúngicos no INPA. .. 63
Tabela 12. Espécies de fungos utilizadas nos ensaios antifúngicos na Funed. 65
Tabela 13. Ésteres metílicos de ácidos graxos identificados por CG-EM no extrato hexânico de *A. decandra* (ADH). 71
Tabela 14. Ésteres metílicos de ácidos graxos identificados por CG-EM no extrato hexânico de *P. catingae* (PCH). 71
Tabela 15. Rendimentos das extrações obtidas por partição líquido-líquido. ... 73
Tabela 16. Dados cromatográficos e espectrométricos de ADM-D.S e ADM-A.S. 74
Tabela 17. Dados cromatográficos e espectrométricos de PCM-D.S e PCM-A.S. 76
Tabela 18. Dados de RMN 1D e 2D da substância **1** (ácido gálico). 79
Tabela 19. Dados de RMN 1D e 2D da substância **2** (ácido 4-*O*-metil-gálico). 80

Tabela 20. Dados de deslocamentos dos hidrogênios olefínico e carbinólico dos triterpenos **6** e **7**. 87
Tabela 21. Dados de deslocamentos dos carbonos olefínicos e carbinólicos dos triterpenos **6** e **7**. 88
Tabela 22. Dados espectroscópicos de RMN 1D e 2D da substância **8**..... 90
Tabela 23. Dados espectroscópicos de RMN 1D e 2D da substância **9**..... 91
Tabela 24. Dados espectroscópicos de RMN 1D e 2D das substâncias **10a** e **10c**. 97
Tabela 25. Dados espectroscópicos de RMN 1D e 2D das substâncias **10b** e **10d**. 98
Tabela 26. Dados espectroscópicos de RNM ^{1}H das substâncias **10a** e **10c**, e RMN ^{13}C, HSQC de **10a**..... 108
Tabela 27. Dados espectroscópicos de RNM de ^{1}H dos pares de substâncias **10a/10c** e **10b/10d**. 113
Tabela 28. Dados espectroscópicos de RNM de 1D e 2D das substâncias **11** e **13**. 119
Tabela 29. Dados espectroscópicos de RMN de 1D e 2D da substância **12a**.127
Tabela 30. Dados espectroscópicos de RMN de 1D e 2D da substância **12b**. 128
Tabela 31. Dados espectroscópicos de RMN de ^{1}H e ^{13}C da substância **11**.. 133
Tabela 32. Dados espectroscópicos de RMN 1D e 2D da substância **14**..... 134
Tabela 33. Dados espectroscópicos de RMN de 1D e 2D da substância **15**.. 140
Tabela 34. Resultados da CIM da mistura **10a-d** frente às cepas de fungos *Candida* spp. e *Cryptococcus* spp..... 144
Tabela 35. Resultados da CIM e CFM das misturas **10a-d**, **10a/10c, 10b/10d**, **11/14** e **12a/12b** e as substâncias **10a**, **10c**, **11** e **13** frente as cepas de fungos *Sporothrix* spp. 146
Tabela 36. Resultados da CIM da mistura **10a-d** frente a cepa da bactéria Xcc. 150

LISTA DE ESQUEMAS

Esquema 1. Procedimentos de obtenção dos extratos hexânico e metanólico de *A. decandra* e *P. catingae*..... 48
Esquema 2. Partição líquido-líquido do extrato ADM e extrações em Fase Sólida C18..... 50
Esquema 3. Procedimentos cromatográficos de ADM e ADM-22. 51
Esquema 4. Partição líquido-líquido do extrato PCM e extrações em Fase Sólida C18..... 53
Esquema 5. Procedimentos cromatográficos com PCM, **PCM-14a**, **PCM-14a.5**, **PCM-14a.6**, **PCM-14b**. 54
Esquema 6. Procedimentos cromatográficos com **PCM-14b.9**, **PCM-14b.10**, **PCM-14b.12**, **PCM-14b.13**. 58

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

AcOEt – Acetato de etila

ADH – *Allantoma decandra* hexânico

ADM – *Allantoma decandra* metanólico

APG – *Angiosperm Phylogeny Group*

CLAE-EMAR – Cromatografia Líquida de Alta Eficiência acoplada a Espectrometria de Massas de Alta Resolução

CC – Cromatografia em Coluna

CCD – Cromatografia em Camada Delgada

COSY – *Homonuclear correlation spectroscopy* (**H-H**)

d – dupleto

dd – duplo dupleto

DCM - Diclorometano

***DEPT* 135** – *Distortion-free Enhancement by Polarization Transfer* - ângulo 135º

DEPTQ - *Distortionless Enhancement by Polarization Transfer with Quaternary carbons*

ESI – *Eletrospray ionization*

Funed – Fundação Ezequiel Dias

h – Altura

Hex – Hexano

HMBC – *Heteronuclear Multiple-Bond Correlation*

HSQC – *Heteronuclear Single-Quantum Correlation*

INPA – Instituto Nacional de Pesquisas da Amazônia

J – Constante de acoplamento

LM – Laboratório de Micologia

LQPN – Laboratório de Química de Produtos Naturais

LTM – Laboratório de Tecnologia da Madeira

MOBOT – *Missouri Botanical Garden*

m – multipleto

MeOH – Metanol

MeOD – Metanol deuterado

multi. - Multiplicidade

m/z – Razão massa/carga

PCH – *Peltogyne catingae* hexânico

PCM – *Peltogyne catingae* metanólico

RMN – Ressonância Magnética Nuclear

s – simpleto

sl – simpleto largo

t – tripleto

UFC – Unidade formadora de Colônias

δ – Deslocamento químico em parte por milhão

Φ – Diâmetro

1D – unidimensional

2D – bidimensional

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO 15
2. REVISÃO DA LITERATURA 17
2.1 Estrutura e química da madeira 17
2.2 Estudos fitoquímicos com resíduos madeireiros de espécies amazônicas 19
2.3 Aspectos botânicos e químicos da família Lecythidaceae 24
2.3.1 Gênero *Allantoma* Miers 26
2.3.2 Espécie *Allantoma decandra* Ducke 28
2.4 Aspectos botânicos e químicos de Fabaceae 29
2.4.1 Gênero *Peltogyne* Vogel 31
2.4.2 Espécie *Peltogyne catingae* Ducke 37
2.5 Fungos de interesse médico e veterinário 38
2.6 Doença do cancro cítrico: uma ameaça a citricultura brasileira 41
3. OBJETIVOS 43
3.1 Geral 43
3.2 Específicos 43
4. METODOLOGIA 44
4.1 Materiais 44
4.2 Equipamentos e acessórios 45
4.3 Material botânico 46
4.3.1 Coleta e identificação 46
4.4 Procedimentos para obtenção dos extratos 46
4.5 Análise do perfil de ácidos graxos por CG-EM 48
4.5.1 Transesterificação alcalina de glicerídeos 48
4.5.2 Método de análise CG-EM 48
4.6 Método das análises do perfil cromatográfico e espectrométrico por CLAE-EMAR 49
4.7 Análises espectroscópicas de RMN 49
4.8 Partição líquido-líquido e fracionamento do extrato metanólico de *Allantoma decandra* (ADM) 50
4.9 Partição líquido-líquido e fracionamento do extrato metanólico de *Peltogyne catingae* (PCM) 52
4.13 Ensaios antimicrobianos 62
4.13.1 Ensaio antifúngico contra *Candida* spp. e *Cryptococcus* spp. 62
4.13.1.1 Preparação dos inóculos fúngicos 63
4.13.1.2 Determinação da Concentração Inibitória Mínima (CIM) 63
4.13.2 Ensaio antifúngico contra *Sporothrix* spp. 64

4.13.2.1 Preparação da fase de levedura 65
4.13.2.2 Preparação dos inóculos fúngicos 65
4.13.2.3 Determinação da Concentração Inibitória Mínima (CIM) 65
4.13.2.4 Determinação de Concentração Fungicida Mínima (CFM) 66
4.13.3 Ensaio antibacteriano contra *Xanthomonas citri* subs. *citri* 66
4.13.3.1 Determinação da Concentração Inibitória Mínima (CIM) 66
4.13.3.2 Determinação da Concentração Bactericida Mínima (CBM) 68
5. RESULTADOS E DISCUSSÃO 70
5.1 Perfil dos ácidos graxos presentes nos extratos apolares de *A. decandra* (ADH) e *P. catingae* (PCH) obtidos por CG-EM 70
5.2 Perfil metabólico das fases DCM e AcOEt particionadas dos extratos polares de *A. decandra* (ADM) e *P. catingae* (PCM) por CLAE-EMAR 73
5.3 Identificação das substâncias **1**-**9** presentes no extrato metanólico de *A. decandra* (ADM) 78
5.3.1 Substâncias **1** e **2** em ADM-A.S 78
5.3.2 Substâncias **3**, **4** e 5 em ADM-4 84
5.3.3 Substâncias **6** e **7** em ADM-6 87
5.3.4 Substâncias **8** e **9** em ADM-22.P5 89
5.4 Identificação das substâncias **10**-**15** presentes no extrato metanólico de *P. catingae* (PCM) 95
5.4.1 Mistura **10a**, **10b**, **10c** e **10d** em PCM-A.S 95
5.4.2 Substâncias **10a** em PCM-14a.6.6 e **10c** em PCM-14a.5.7 106
5.4.3 Misturas **10a/10c** em PCM-14b.10.9.4 e **10b/10c** em PCM-14b.12.7.8 112
5.4.4 Substância **11** em PCM-14b.7 e substância **13** em PCM-14b.9.7 117
5.4.5 Substâncias **12a** e **12b** em PCM-14b.9.4 126
5.4.6 Substâncias **11** e **14** em PCM-14b.9.8 132
5.4.7 Substância **15** em PCM-14b.13.7.6 138
5.5 Atividade antifúngica e antibacteriana 143
5.5.1 Substâncias Testadas 143
5.5.2 Atividade antifúngica contra cepas de *Candida* spp. e *Cryptococcus* spp. 143
5.5.3 Atividade antifúngica contra cepas de *Sporothrix* spp. 145
5.5.4 Atividade antibacteriana contra *Xanthomonas citri* ssp. *citri* (Xcc) 150
6. CONCLUSÃO 152
9. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS 154
10. ANEXOS 178

1. INTRODUÇÃO

A Amazônia é detentora de uma das maiores biodiversidades do mundo, correspondendo a um terço das florestas tropicais. Na região amazônica é possível encontrar a incidência de florestas densas e abertas, com diversos ecossistemas, tais como várzeas, matas de igapó, e outros (CORRÊA & CAMPOS, 2023). As particularidades geográficas da Amazônia impulsionaram a elevada diversidade biológica local, tornando a região um vasto e promissor campo para a prospecção e identificação de novas moléculas bioativas (VARGAS-ARANA *et al*., 2023). Essas moléculas podem apresentar propriedades biológicas para o desenvolvimento e formulação de novos produtos com o intuito de tratar diversas patologias de interesse médico/veterinário (MENEGUETTI *et al*., 2015).

A madeira possui uma composição química variada de metabólitos primários e secundários. Os metabólitos secundários, também chamados de extrativos, são substâncias naturais produzidas pelas plantas que podem ser removidas do material biológico por meio de extração com solventes. Esses compostos desempenham importantes funções ecológicas, especialmente na proteção contra estresses abióticos e bióticos, como radiação, variações ambientais, ataque de microrganismos e herbivoria. Muitas destas substâncias são características de processos evolutivos e adaptativos, os quais garantiram a sobrevivência e perpetuação da vida vegetal (PAYÁ *et al*., 2021). Os metabólitos secundários são de grande interesse quanto às atividades biológicas, mas principalmente pelas propriedades medicinais que esses metabólitos podem revelar (SIMÕES *et al*., 2007). Estima-se que cerca de 30% de todas as drogas avaliadas como agentes terapêuticos são derivados de metabólitos secundários (NEWMAN & CRAGG, 2020).

Estimativas globais indicam que aproximadamente 6,5 milhões de casos de infecções fúngicas invasivas ocorrem anualmente, resultando em cerca de 3,7 milhões de mortes associadas, das quais aproximadamente 2,5 milhões de óbitos diretamente associados a essas infecções (DENNING, 2024). Essas infecções podem acometer várias regiões e tecidos do hospedeiro, desde superficiais até áreas mais profundas, como a pele, boca, órgãos genitais e até

áreas internas, como órgãos e corrente sanguínea (GNAT *et al*., 2021). As leveduras dos gêneros *Candida* e *Cryptococcus* são os principais causadores de infecções fúngicas hospitalares, causando micoses que resultam em milhares de mortes anualmente. As espécies do gênero *Sporothrix* têm provocado uma mudança significativa no padrão epidemiológico da esporotricose em animais e humanos, caracterizando-se pelo surgimento de cepas resistentes, tratamentos prolongados com azóis e elevados índices de transmissão entre animais e pessoas (BROWN *et al*., 2024; WALLER *et al*., 2021). O cancro cítrico é uma doença bacteriana causada por *Xanthomonas citri* ssp. *citri* que afeta diversas espécies de citros, provocando lesões elevadas e necrosadas em folhas, frutos e ramos. A doença reduz a qualidade e a produtividade dos pomares, causando prejuízos significativos à citricultura brasileira. Logo, a busca por moléculas bioativas em madeiras resistentes ao ataque de fungos e organismos xilófagos pode se configurar como uma excelente alternativa para a obtenção de agentes antimicrobianos.

O grupo de pesquisa “Planta da Amazônia: Química, Quimiossistemática e Atividade Biológica” coordenado pela Profa. Dra. Maria da Paz Lima do Instituto Nacional de Pesquisa da Amazônia (INPA) realiza estudos fitoquímicos de metabólitos bioativos de resíduos madeireiros de espécies amazônicas, com o intuito de agregar valor aos resíduos que seriam descartados. Recentemente, Rodrigues e colaboradores (2022) investigaram os resíduos madeireiros de *Roupala montana* (Proteaceae) e identificaram o metildihidrogravipano, que apresentou atividade antifúngica significativa contra os fungos *Cryptococcus neoformans* e *Cryptococcus gatti* com Concentração Inibitória Mínima (CIM) de 5 e 10 µg/mL, respectivamente. Ele também inibiu a forma promastigota de *Leishmania amazonensis* com Concentração Inibitória 50 (CI_{50}) de 47,0 µg/mL.

Diante da escassez de estudos fitoquímicos e biológicos com os resíduos madeireiros das espécies de *Allantoma decandra* (Ducke) S.A. Mori, Y.Y. Huang & Prance (Lecythidaceae) e *Peltogyne catingae* Ducke (Fabaceae), a doação de resíduos madeireiros previamente identificas pelo Laboratório de Tecnologia da Madeira da COTI/INPA, assim surgiu a oportunidade de desenvolver estudos fitoquímicos e biológicos com essas espécies.

2. REVISÃO DA LITERATURA

2.1 Estrutura e química da madeira

A madeira é um tecido vegetal altamente especializado formado principalmente pelo xilema secundário, sendo uma das estruturas mais importantes para o crescimento e a sobrevivência das plantas vasculares lenhosas (SOUZA *et al*., 2020). Essa estrutura é responsável por funções fundamentais como sustentação mecânica, condução de água e sais minerais, armazenamento de substâncias e defesa da planta (MAYARD *et al*., 2022).

Do ponto de vista macroscópico (Figura 1), a madeira apresenta uma estrutura zonal distinta que reflete seu desenvolvimento: a casca (proteção), o alburno (condução ativa de água e sais minerais), o cerne (sustentação central impregnada de extrativos que conferem durabilidade) e os anéis de crescimento, que registram a atividade do câmbio vascular ao longo das estações. No centro de toda essa organização encontra-se a medula, o tecido primário em torno do qual o tronco se expandiu SOUZA *et al*., 2020.

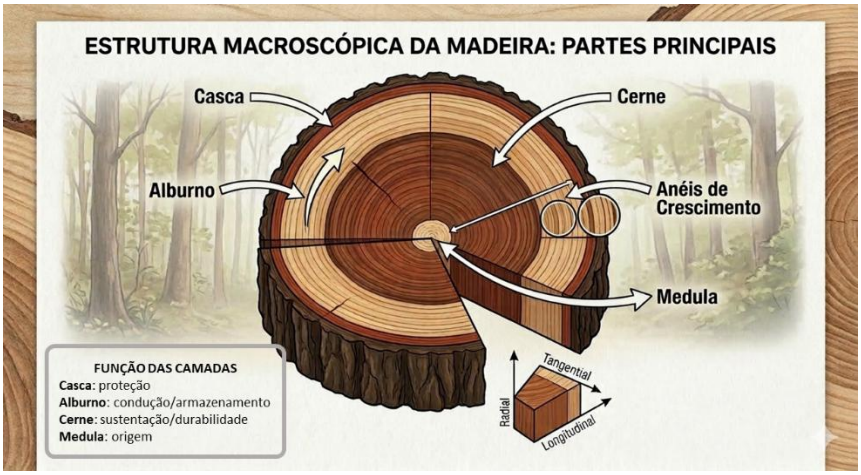


Figura 1. Representação esquemática da estrutura macroscópica da madeira. Imagem gerada com auxílio de inteligência artificial (IA Gemini) e adaptada pelo autor.

Os constituintes químicos da madeira estão intimamente relacionados com as propriedades estruturais e mecânicas, bem como com a resistência ao ataque de organismos xilófagos. A composição química da madeira está dividida em metabólitos primários e secundários (KLOCK *et al*., 2005; WENG *et al*., 2012).

Os metabólitos primários são, basicamente, a celulose, a hemicelulose e a lignina (Figura 2), os quais possuem alto grau de polimerização e são responsáveis pela morfologia e estrutura das plantas (CANHOTO, 2018). A celulose é o principal componente da parede celular dos vegetais e tem características de polímero linear de alta massa molecular, constituído de resíduos de *β*-D-glucose. As hemiceluloses (ou polioses) são formadas por hexoses e pentoses, algumas possuem ácido urônico, com formações poliméricas mais curtas que as celuloses e podem apresentar ramificações. Já as ligninas são constituídas por sistemas aromáticos de unidades de fenilpropanoides, que ajudam a fortalecer e enrijecer a parede celular (ASSIS *et al*., 2021).

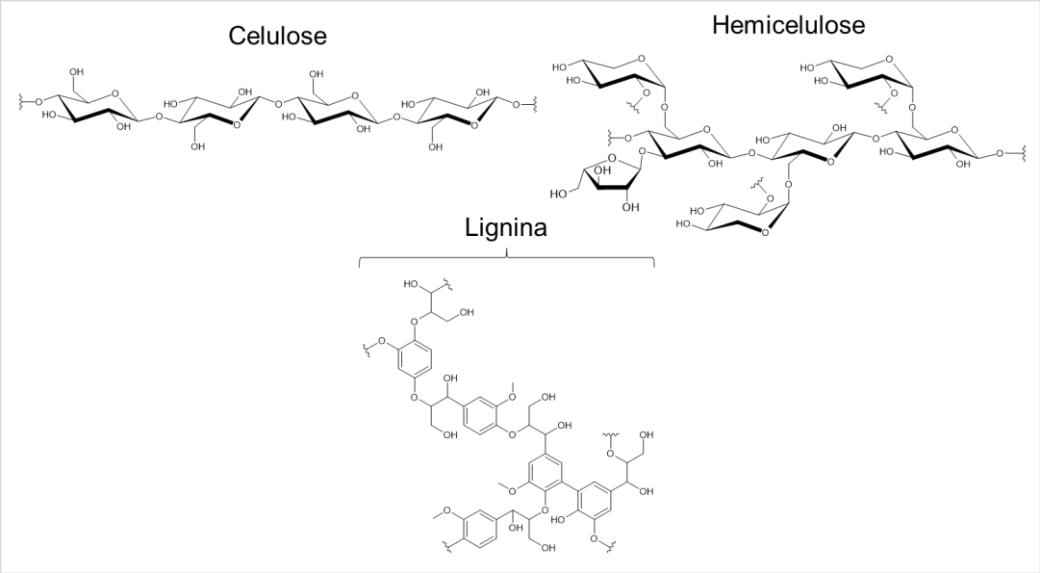


Figura 2. Exemplos de estruturas poliméricas de metabólitos primários.

Metabólitos secundários são substâncias naturais produzidas pelas plantas que, embora não essenciais ao metabolismo primário, desempenham papéis fundamentais na defesa contra estresses bióticos e abióticos, além de mediar diversas interações ecológicas (DEWICK, 2009). Muitas destas substâncias são características de processos evolutivos e adaptativos, garantindo a sobrevivência e perpetuação da vida vegetal (PAYÁ *et al*., 2021). Tais substâncias naturais, apesar de se apresentarem em pequenas quantidades em plantas, pertencem a variadas classes metabólicas e conferem aos seus materiais extrativos: cor, odor, entre outras propriedades, e podem ocorrer alterações causadas por enzimas (PAYÁ *et al*., 2021).

Os estudos químicos de madeiras, em sua maioria, estão relacionados aos metabólitos primários, os quais são de suma importância para a caracterização tecnológica e suas aplicações na indústria madeireira e energética (MEDEIROS *et al*., 2021; BATISTA *et al*., 2021). Por outro lado, os estudos químicos dos metabólitos secundários da madeira ainda são minoritários e exigem abordagens sustentáveis de obtenção de material extrativo, como os resíduos madeireiros, os quais podem representar fontes importantes de substâncias farmacologicamente bioativas (MARTHA *et al*., 2021).

2.2 Estudos fitoquímicos com resíduos madeireiros de espécies amazônicas

A Amazônia é detentora de uma das maiores coberturas florestais do mundo e a atividade extrativista de madeira é intensa na região como atividade econômica de economia, a qual enfrenta sérios problemas em relação ao aproveitamento e direcionamento de resíduos florestais e madeireiros (RAMOS *et al*., 2018; RAMOS *et al*., 2017; STRAGLIOTTO *et al*., 2020). As alternativas viáveis para o aproveitamento de resíduos madeireiros englobam a fabricação e produção de carvão (SILVA *et al*., 2020), geração de energia por biomassa (MORAIS *et al*., 2024) e até o cultivo do cogumelo comestível *Lentinus strigosus,* de ocorrência na Amazônia (SALES-CAMPOS & ANDRADE, 2011).

Em contrapartida, os estudos fitoquímicos com resíduos madeireiros buscam agregar valor a esses materiais descartáveis explorando a química dos metabólitos secundários. O grupo de pesquisa “Plantas da Amazônia: Química, Quimiossistemática e Atividade Biológica”, coordenado pela Profa. Dra. Maria da Paz Lima, do INPA, já realizou diversos estudos com resíduos madeireiros utilizando as partes de cerne e alburno da madeira, que levaram a interessantes descobertas. Hayasida e colaboradores (2008) encontraram nos resíduos do cerne de *Brosimum rubescens*, conhecida como pau-rainha, um alto teor de xantiletina (Figura 2) com 2,35%, uma cumarina já reportada com grande potencial biológico, apresentando atividades antiplaquetária, antifúngica e herbicida (TENG *et al*., 1992; GODOY *et al*., 2005; ANAYA *et al*., 2005). Nesse estudo, ficou evidenciado que o alburno não produziu xantiletina, em que foi identificado apenas o triterpeno 3*β*-acetoxiolean-12-eno-28-ol (Figura 3)

(HAYASIDA *et al*., 2011). Desta forma, sugeriu-se que a resistência do cerne ao ataque de organismos xilófagos se deve à presença desta cumarina.

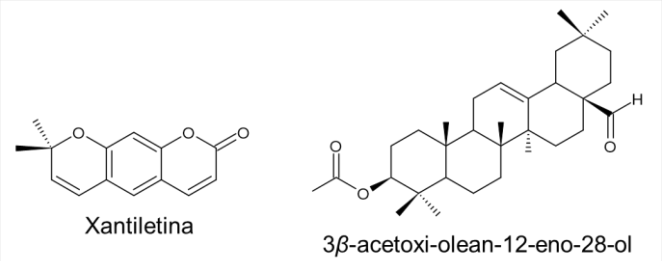


Figura 3. Metabólitos relatados no cerne de *Brosimum rubescens*.

Outro estudo interessante foi realizado por Garcia e colaboradores (2018) com os resíduos madeireiros de três espécies de Fabaceae (*Dipteryx odorata*, *Swartzia laevicarpa* e *Andira parviflora*). Na oportunidade, foram isolados um pterocarpano (3'-hidroxi-7,8,4',5'-tetrametoxipterocarpano) em *Swartzia laevicarpa*, quatro isoflavanas (8-*O*-metilretusina; cladrastina; 7,3'-di-hidroxi-8,4'-dimetoxiisoflavona e 7,3'-dihidroxi-5,6,4'-trimetoxiisoflavona) em *Dipterix odorata* e a genisteína, biochanina A e 7,5',6'-trihidroxi-4'-metoxiisoflavano em *Andira parviflora* (Figura 4). Os resíduos utilizados neste estudo foram provenientes de madeiras de demolição da cobertura de prédios do INPA que possuíam cerca de quarenta e cinco anos de instalação; logo, os autores correlacionam a resistência natural das três espécies às substâncias identificadas.

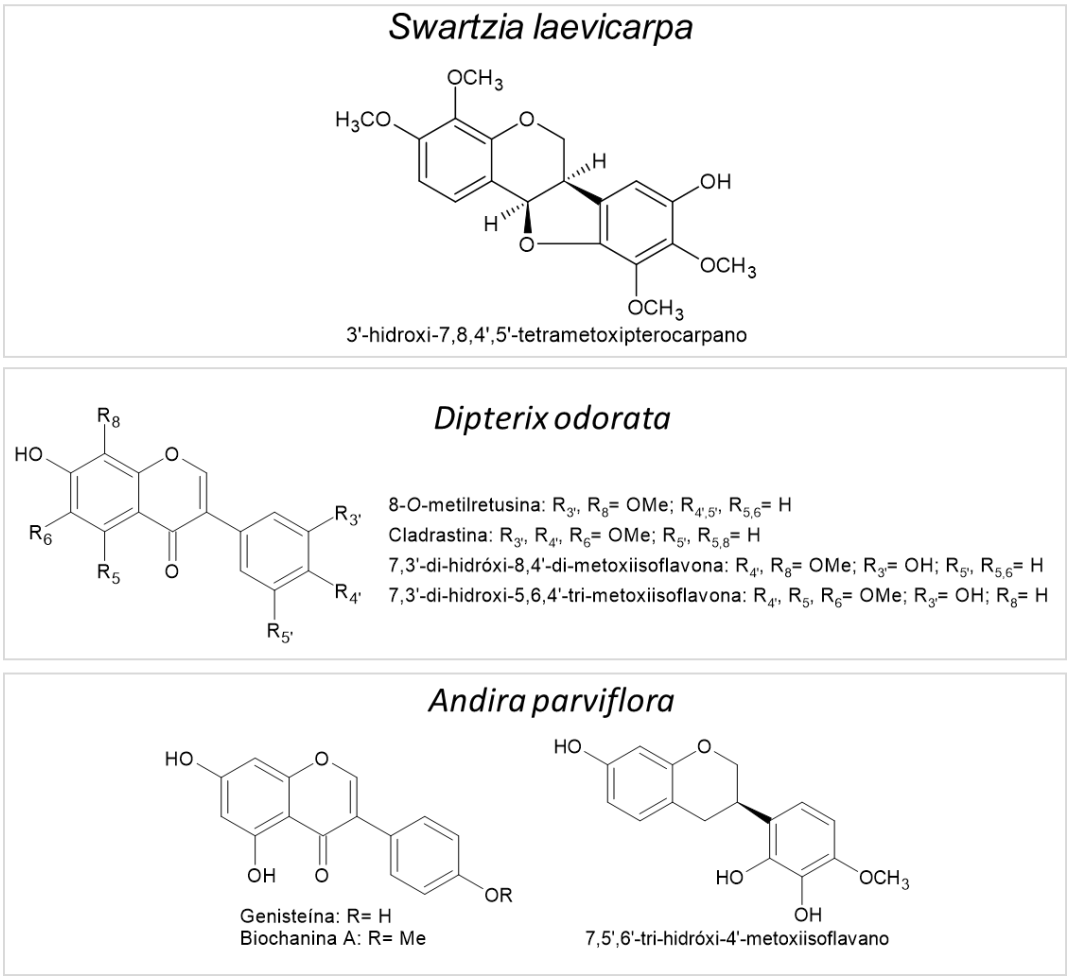


Figura 4. Metabólitos identificados nos estudos de Garcia e colaboradores (2018).

Outras duas espécies de Fabaceae (*Dipterix polyphylla* e *Acacia mangium*) foram estudadas por Melo e colaboradores (2020), os quais isolaram quatro isoflavanos em *D. polyphylla* (3',7-dihidroxi-4'-metoxiisoflavano; 2',8-dihidroxi-4',7-dimetoxiisoflavano; 2',7-dihidroxi-4'-metoxiisoflavano e 3',8-dihidroxi-4',7-dimetoxiisoflavano) e nos resíduos de *A. mangium* foram isolados três fenólicos monocíclicos (ácido ferúlico; metilparabeno e 4-hidroxibenzaldeido); e um flavonol (melatoxetina) (Figura 5).

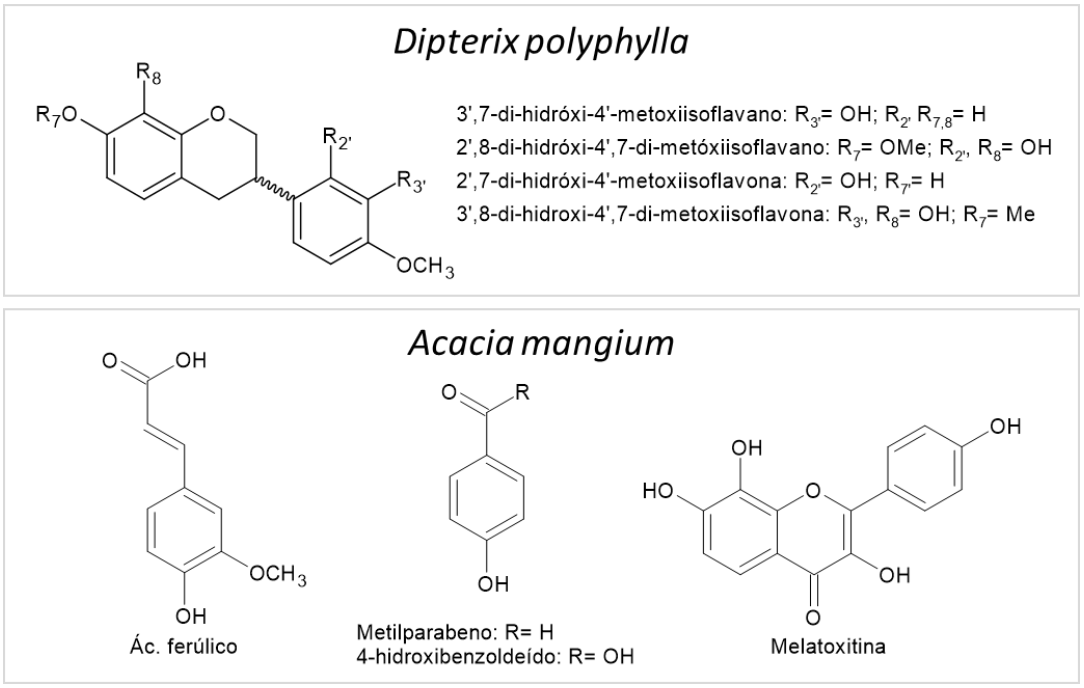


Figura 5. Metabólitos identificados nos estudos de Melo e colaboradores (2020).

No estudo fitoquímico realizado por Melo e colaboradores (2019) com os resíduos madeireiros de *Handroanthus serratifolius* da família Bignoniaceae, conhecida como “ipê-amarelo”, foram identificadas três naftoquinonas (desidro-*α*-lapachona, desidro-iso-*α*-lapachona e *α*-lapachona) e duas lignanas (paulownin e cicloolivil) (Figura 6). As naftoquinonas identificadas apresentaram atividade antiplasmódica contra *Plasmodium falciparum* e atividade antifúngica significativa contra *Cryptococcus neoformans*. Mais recentemente, Rodrigues e colaboradores (2022) investigaram os resíduos madeireiros de *Roupala montana*, da família Proteaceae, e identificaram a predominância de derivados do 5-alquilresorcinol [(z)-pentadecenil-resorcinol; metildehidrogravipano; 5-[14’-1’,3’-dihidroxifenil-cis-tetradec-8’-eno-1il]-risorcinol; dihidrogravipano e bis-norstriatol) (Figura 6). O metildihidrogravipano apresentou atividade antifúngica significativa contra os fungos *Cryptococcus neoformans* e *C. gatti* com Concentração Inibitória Mínima (CIM) de 5 e 10 µg/mL, respectivamente. Ele também inibiu a forma promastigota de *Leishmania amazonenses* com Concentração Inibitória 50 (CI_{50}) de 47,0 µg/mL.

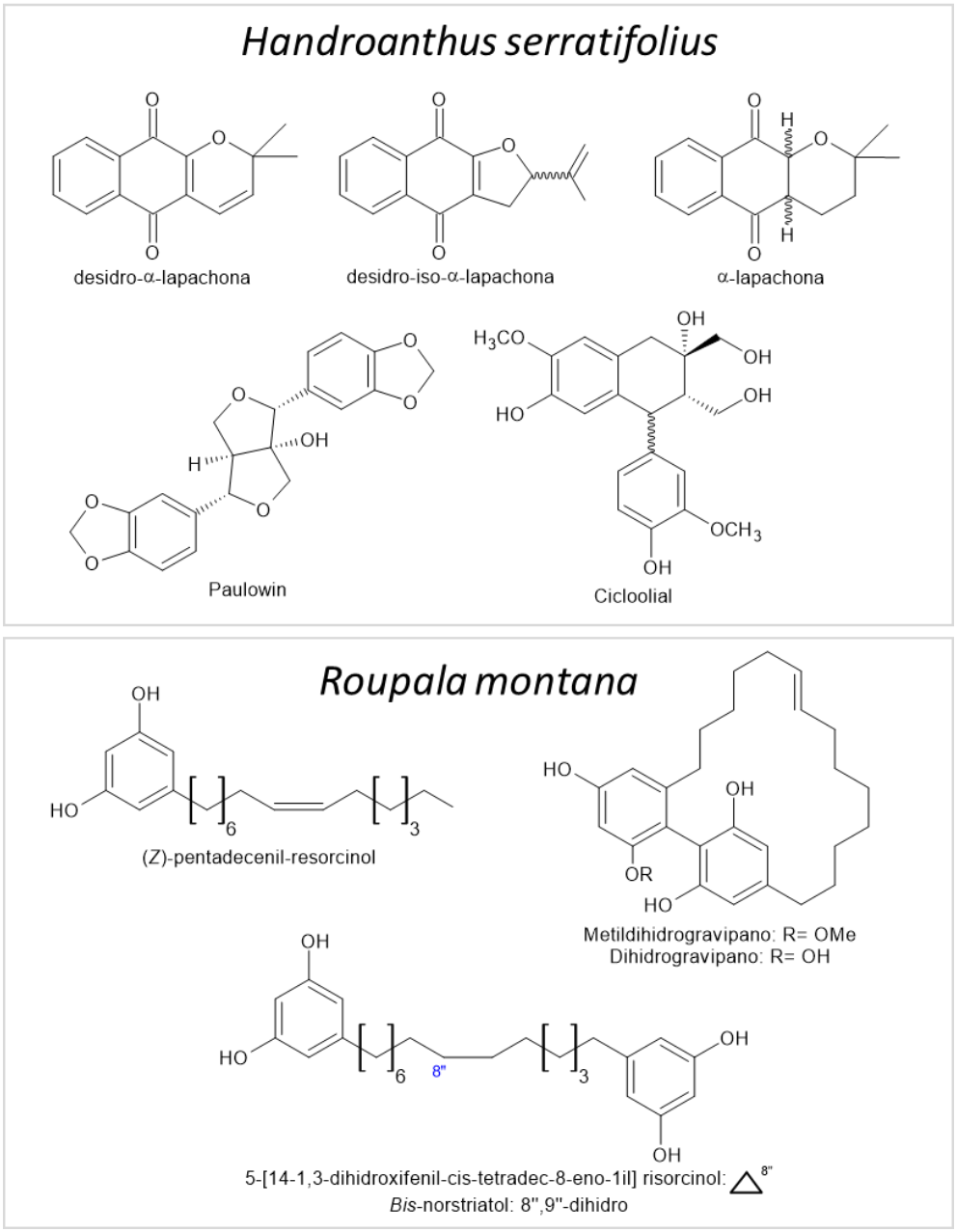


Figura 6. Metabólitos identificados nos estudos de Melo e colaboradores (2019) e Rodrigues e colaboradores (2022).

Considerando a escassez de estudos fitoquímicos sobre resíduos madeireiros de espécies amazônicas, bem como a procedência e acessibilidade do material vegetal e o interesse na valorização desses resíduos, estabeleceu-se, em colaboração com o Laboratório de Tecnologia da Madeira do INPA, a oportunidade de desenvolver pesquisas no grupo “Plantas da Amazônia: Química, Quimiossistemática e Atividade Biológica”. Nesse contexto, os estudos fitoquímicos de resíduos madeireiros contribuem para a busca e descoberta de substâncias bioativas, permitindo o conhecimento do perfil químico dessas

espécies e agregando valor a esses materiais, além de possibilitar novas aplicações para rejeitos da atividade madeireira (MARTHA et al., 2021). Assim, foram conduzidas investigações fitoquímicas com resíduos de *Allantoma decandra* (Lecythidaceae) e *Peltogyne catingae* (Fabaceae), com foco na avaliação de seus potenciais biológicos. A espécie *A. decandra*, anteriormente identificada como *Cariniana decandra* Ducke e posteriormente realocada com base em características morfológicas, é relatada na literatura pela predominância de triterpenos, flavonoides e esteroides. Já *P. catingae* apresenta madeira de tonalidade violeta marcante e é descrita pela ocorrência de flavonoides modificados denominados peltoginoides, cujas propriedades biológicas permanecem pouco exploradas.

2.3 Aspectos botânicos e químicos da família Lecythidaceae

A família Lecythidaceae possui cerca de 25 gêneros e 400 espécies catalogadas, sendo considerada a terceira família de árvores mais abundantes na Amazônia (MORTON *et al*., 1997; FERREIRA *et al*., 2021). As espécies da família ocorrem em regiões tropicais da América Central e do Sul, África e Ásia (Figura 7) (APG IV, 2024; VARGAS & DICK, 2020). No Brasil, a família possui cerca de 10 gêneros e 121 espécies, com predominância na Amazônia, Mata Atlântica e Cerrado (FLORA DO BRASIL, 2024a).

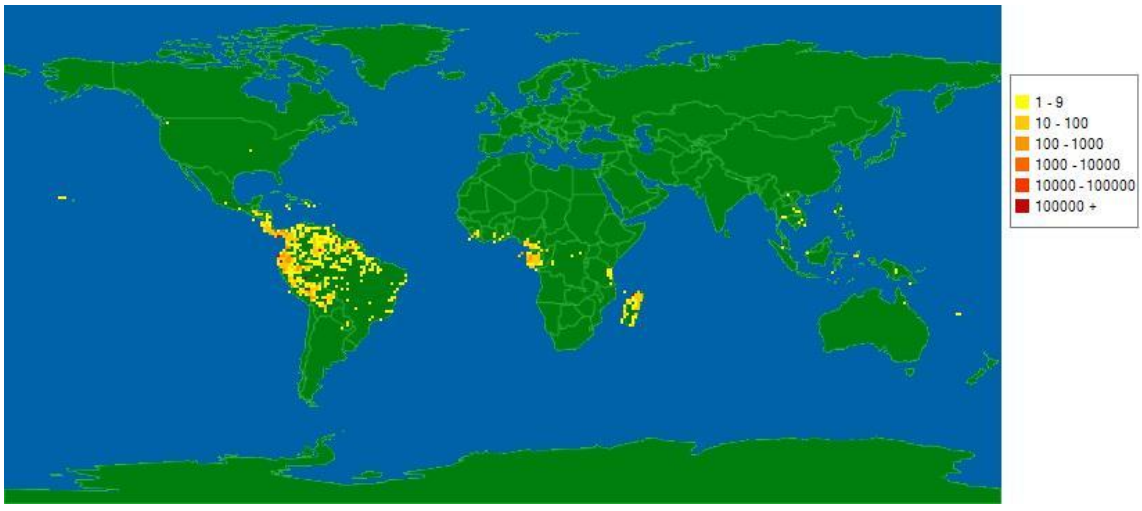


Figura 7. Distribuição geográfica mundial da família Lecythidaceae (TROPICS, 2024a).

Atualmente, conforme os avanços dos estudos filogenéticos, taxonômicos, moleculares, a família Lecythidaceae está subdividida em cinco subfamílias (Napoleonaeodeae, Astranthoideae, Lecythidoideae, Barringtonioideae,

Foetidioideae) segundo a APG, de acordo com o sistema de classificação do APG IV (2024) em concordância com o levantamento de dados filogenéticos e distribuição biogeográfica de angiospermas da ordem Ericales, conforme discutido por Rose e colaboradores (2018).

A família Lecythidaceae apresenta uma química variável (Figura 8) com relatos de triterpenoides com variados esqueletos químicos e seus derivados glicosilados, flavonoides, derivados de ácidos fenólicos, esteroides e outras classes metabólitos (FERREIRA *et al*., 2021). Os principais gêneros estudados fitoquimicamente foram *Barringtonia*, *Bertholletia*, *Careya*, *Cariniana*, *Couroupita*, *Eschweilera*, *Foetidia*, *Grias*, *Gustavia*, *Lecythis*, *Napoleonaceae*, *Planchonia* e *Petersianthus,* e as saponinas triterpenoides representam cerca de 37,8% dos compostos relatados entre os gêneros (FERREIRA *et al*., 2021). Os compostos bioativos de espécies de Lecythidaceae mostraram diferentes atividades biológicas, como antiartrítica, anti-inflamatória, antileishmania, antibacteriana e antifúngica (RAHMAN *et al*., 2005; BEHBAHANI *et al*., 2007).

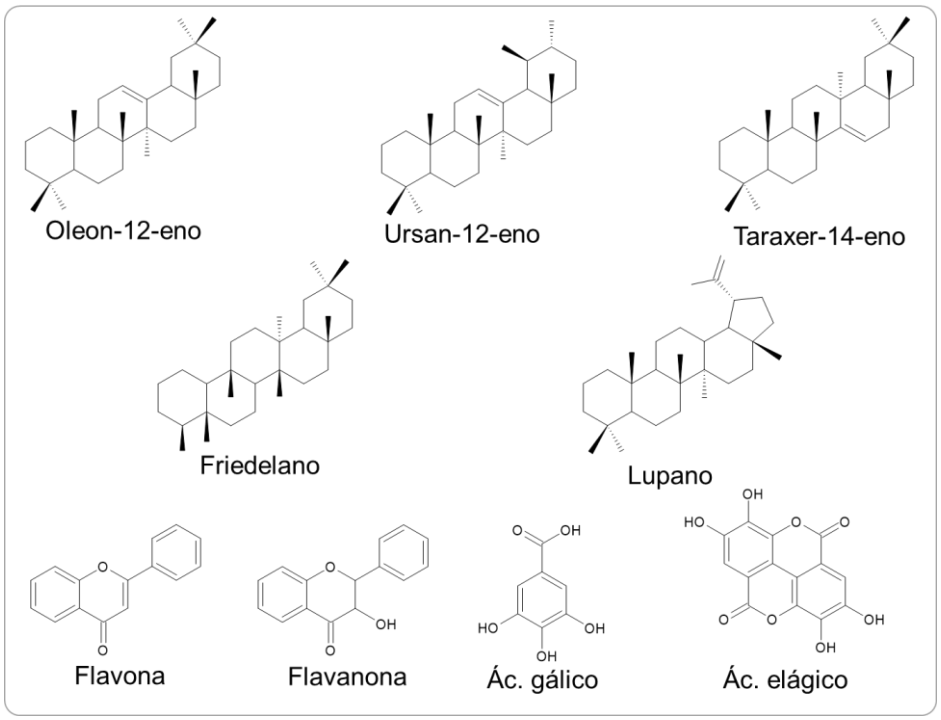


Figura 8. Esqueletos de triterpenos, flavonoides e derivados de ácidos fenólicos presentes na família Lecythidaceae.

A subfamília Lecythidoideae compreende cerca de 210 espécies em 10 gêneros, distribuídas pelas zonas tropicais da América Latina (HAMMEL *et*

al., 2004; HUANG *et al*., 2008). Espécies de Lecythidoidae ocupam habitats diversos, mas são mais abundantes em florestas primárias de terra firme (MORI *et al*., 1990). As relações morfológicas e filogenéticas em Lecythidoideae não são totalmente compreendidas, o que pode gerar problemas de identificação botânica e distinção de espécies (HUANG *et al*., 2011).

2.3.1 Gênero *Allantoma* Miers

O gênero *Allantoma* possui 8 espécies descritas segundo os dados da FLORA DO BRASIL (2024b) e são conhecidas como “jequitibá”, “cerú”, “tauari” e “tauari vermelho” (PROCÓPIO *et al*., 2010). As espécies do gênero são árvores de grande porte, podendo atingir até 40 m de altura, e estão distribuídas em grande parte na Amazônia Ocidental (Figura 9), sendo majoritariamente encontradas em florestas de terra firme, compreendendo Venezuela, Bolívia, Colômbia, Peru e Norte do Brasil (PROCÓPIO & SECCO, 2008; WFO, 2024a). No Brasil, as espécies ocorrem predominantemente na região Norte (FLORA DO BRASIL, 2024b; PROCÓPIO *et al*., 2010; MORI *et al*., 2010).



Figura 9. Distribuição geográfica do gênero *Allantoma* na América do Sul (WFO, 2024a).

A madeira das espécies de *Allantoma* (Figura 10) é muito explorada e possui densidade básica mediana, sendo comumente aproveitada para fins de baixo valor comercial, como a fabricação de cabos de ferramentas, vassouras e caixotarias (COSTA, 2017). As espécies de *Allantoma* são conhecidas como “tauari”, assim como espécies de *Cariniana* e *Couratari*, gerando problemas de

identificação devido à similaridade entre as espécies conforme os conhecimentos empíricos e vulgaridade de nomes, assim desconsiderando critérios científicos, morfológicos ou ecológicos (PROCÓPIO *et al*., 2008).



Figura 10. Fotos de um espécime (A), do fruto (B) e um corte no tronco (C) de *Allantoma* sp. Fontes: Frankiebeautico, 2025ª (A); CUTEK® (B), 2025; Frankiebeautico, 2025b (C).

Anteriormente, o gênero *Allantoma* era monotípico, com somente a espécie *Allantoma lineata* Miers, no entanto, Huang e colaboradores (2008) demonstraram por meio de análises morfológicas e anatômicas que as espécies com flores actinomorfas de algumas espécies do gênero *Cariniana* (*C. decandra*, *C. integrifolia*, *C. kuhmannii*, *C. multiflora*, *C. pachyntha*, *C. pauciracemosa* e *C. uaupensis*) e a única espécie *A. lineata* se agrupavam e formavam um grupo monofilético; logo, essas espécies de *Cariniana* foram realocadas para o gênero *Allantoma*.

No levantamento etnobotânico conduzido por Oliveira e colaboradores (2024), moradores da comunidade de Marinaú, na Floresta Nacional do Caxiuanã - Pará, Brasil, relataram o uso das cascas de *Allantoma lineata* no tratamento de diarreia, condição comum devido ao consumo de água de rios pelas comunidades. O estudo enfatiza a necessidade de ampliar as investigações etnobotânicas, fitoquímicas e biológicas relacionadas à espécie. Entretanto, não há estudos fitoquímicos com espécies do gênero *Allantoma* relatados na literatura.

2.3.2 Espécie *Allantoma decandra* Ducke

A espécie *A. decandra* é nativa da Amazônia Ocidental (Figura 11), estende-se da Venezuela, Norte do Brasil, Bolívia, Colômbia e Peru, conforme WFO (2024b). A madeira da espécie é utilizada na construção civil leve, sendo recomendada para a produção de rodapés, cordões, venezianas, forros, compensados, cabos de vassouras e instrumentos musicais (COSTA, 2017).



Figura 11. Distribuição geográfica da espécie *Allantoma decandra* na América do sul (WFO, 2024b).

Conforme os estudos de Huang e colaboradores (2008) com análises morfológicas e anatômicas, a espécie *Cariniana decandra* Ducke passou a ser identificada como *Allantoma decandra* (Ducke) S. A. Mori, Y. Y. Huang & Prance. Não estudos fitoquímicos relacionados a espécie.

2.4 Aspectos botânicos e químicos de Fabaceae

A família Fabaceae (Leguminoseae) possui cerca de 766 gêneros e 19.580 espécies, sendo considerada a terceira maior família de Angiospermas do mundo, com uma grande diversidade de árvores, arbustos, plantas perenes e herbáceas do pequeno ao grande porte, e está distribuída entre diversos ecossistemas ao redor do mundo, principalmente entre as zonas tropicais e subtropicais (Figura 12) (APG IV, 2024; VASCONCELOS *et al*., 2020). No Brasil, a família apresenta uma predominância de cerca de 258 gêneros e 3.073 espécies em todos os biomas brasileiros, sendo a família botânica mais abundante (FLORA DO BRASIL, 2024c).

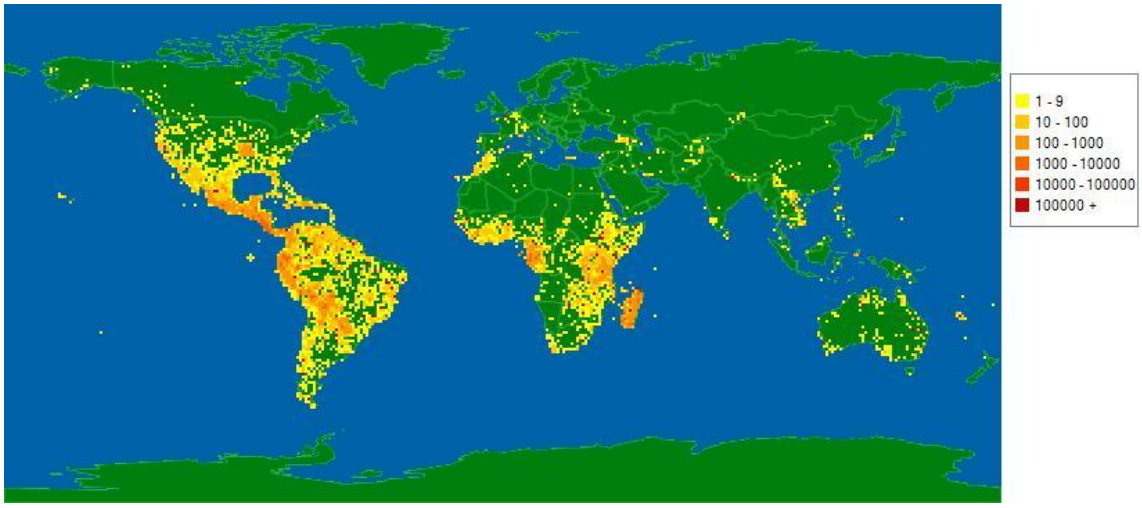


Figura 12. Distribuição geográfica mundial da família Fabaceae (TROPICOS, 2024c).

Atualmente, conforme os avanços dos estudos filogenéticos, taxonômicos, moleculares e o fortalecimento da cladística, a família Fabaceae está subdividida em seis subfamílias (Detarioideae, Duparquetioideae, Cercidoideae, Dialioideae, Faboideae, Caesalpinioideae) segundo o *Angiosperm Phylogeny Group,* conforme o sistema de classificação do APG IV (2024) em concordância com os dados filogenéticos fundamentados em sequenciamento de genes dos gêneros e espécies conhecidas levantados pelo *Legume Phylogeny Working Group* - LPWG (AZANI *et al*., 2017).

A subfamília Detarioideae é considerada a terceira maior subfamília de Fabaceae e os gêneros e espécies foram agrupados conforme as características de filogenia molecular (AZANI *et al*., 2017; ESTRELLA *et al*., 2018). Atualmente,

Detarioideae possui cerca de 84 gêneros com aproximadamente 771 espécies, a maioria delas nativas das regiões tropicais da América Central e Sul, África e Ásia (AZANI *et al*., 2017; HUGHES & LPWG, 2017). Algumas espécies apresentam elevada importância econômica como produtoras de madeira (TEIXEIRA *et al*., 2022).

A família Fabaceae possui uma riqueza quimicamente diversificada com alto potencial biológico, os quais apresentam uma composição rica em fenóis, taninos, antraquinonas, cumarinas, terpenoides, peptídeos, esteroides e açúcares redutores, e principalmente a predominância de flavonoides, os quais podem apresentar uma extensa gama de esqueletos químicos, conforme disposto na Figura 13 (BENJAMIM *et al*., 2020; OBISTIOIU *et al*., 2021). Muitas destas classes metabólicas estão associadas às atividades antioxidante, antimicrobiana, antitumoral, anti-inflamatória, antileishmania, cicatrizante, cardioprotetora, antiulcerogênica (BENJAMIM *et al*., 2020; OBISTIOIU *et al*., 2021).

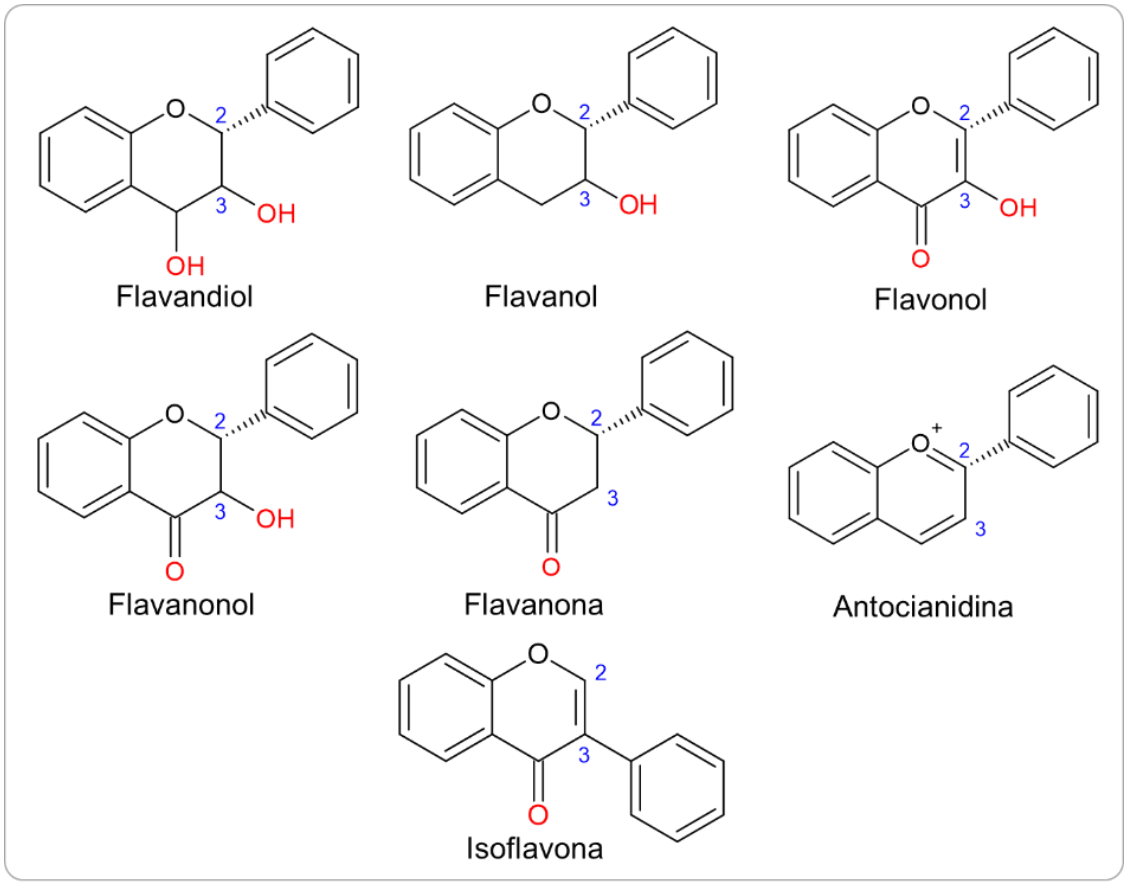


Figura 13. Esqueletos de flavonoides relatados na família Fabaceae.

2.4.1 Gênero *Peltogyne* Vogel

O gênero *Peltogyne* possui cerca de 24 espécies descritas e são conhecidas como “coração-roxo”, “pau-roxo” ou “roxinho” devido à coloração do cerne, que pode variar do roxo ao vermelho (KOCHANOVSKI *et al*., 2020, SILVA *et al*., 1976; FLORA DO BRASIL, 2024d). As espécies do gênero são árvores de grande porte (30-50 m de altura e até 1,5 m de largura) e estão distribuídas, principalmente, em regiões tropicais desde o sudoeste do México ao sudeste do Brasil e costa da África, com predominância na Amazônia Ocidental (Figura 14) (SILVA *et al*., 1976; WFO, 2024c). No Brasil, existem aproximadamente 24 espécies com ocorrência entre as regiões do Norte ao Sudeste, compreendendo desde a Amazônia à Mata Atlântica (FLORA DO BRASIL, 2024d).



Figura 14. Distribuição geográfica do gênero *Peltogyne* na América Central e Sul (WFO, 2024c).

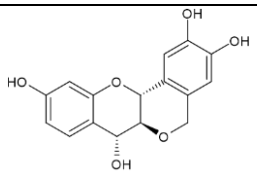
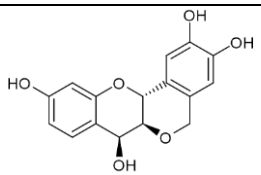
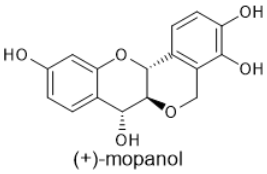
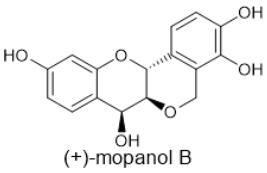
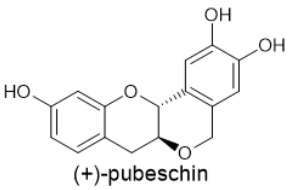
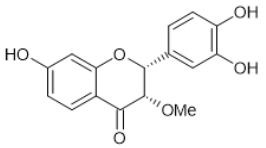
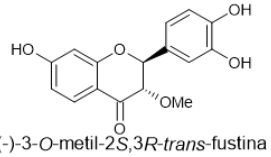
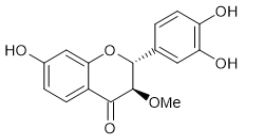
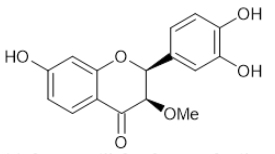
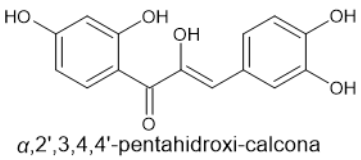
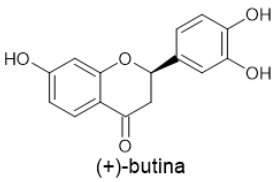
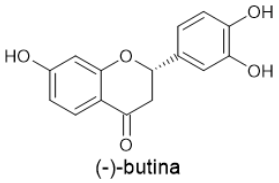
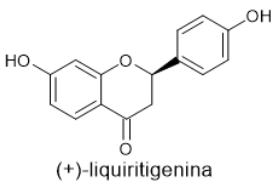
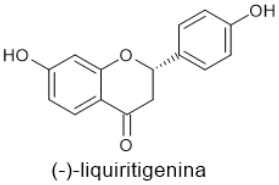
A madeira (Figura 15) apresenta um alto valor comercial no mercado nacional e internacional por sua beleza e coloração roxeada, além da resistência mecânica, durabilidade, maleabilidade e resistência ao ataque de fungos e insetos (ALVES *et al*., 2006; GRANATO *et al*., 2005; ALVES *et al*., 2010). A madeira é muito utilizada na construção civil e decoração com assoalhos, mobiliário, instrumentos, entre outros trabalhos de marcenaria (SILVA, 1976). Atualmente, as espécies do gênero são utilizadas exclusivamente na extração da madeira, com poucos relatos de estudos fitoquímicos e biológicos com extratos vegetais.

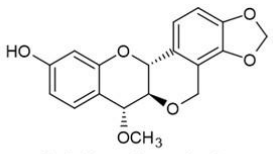
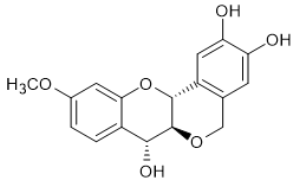
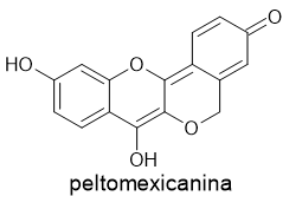
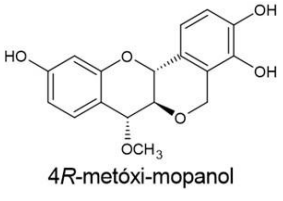
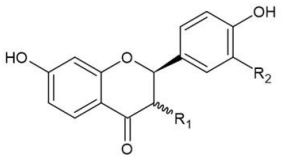
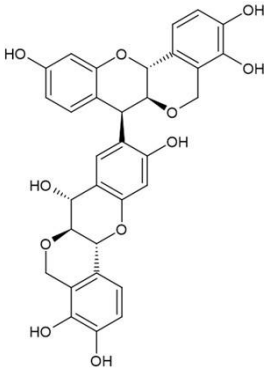
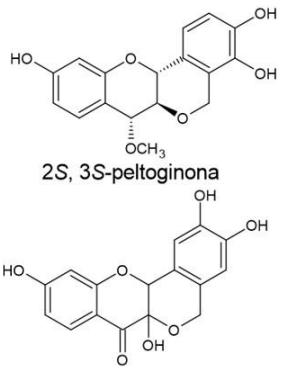
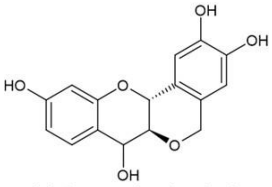
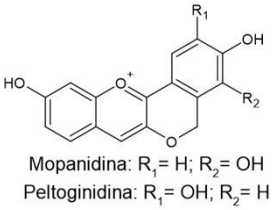
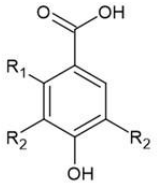


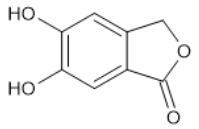
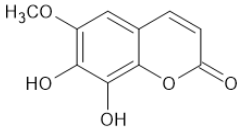
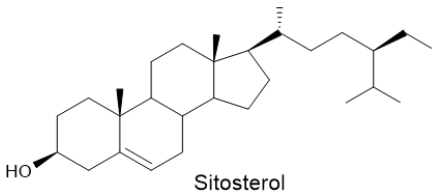
Figura 15. Fotos de um espécime e corte vertical no tronco (A), anéis e pedações do tronco (B) de um espécime de *Peltogyne*. Fonte: Frankiebeautico, 2025 (A); CUTEK®, 2025 (B).

A química do gênero *Peltogyne* conta com poucos estudos e se restringe às partes externas (cascas) e internas (cerne e alburno) do tronco das árvores e a composição química é apresentada na Tabela 1. Em relação aos metabólitos primários, ALMEIDA e colaboradores (2015) estudaram a composição da madeira de *Peltogyne lecointei* e obtiveram, aproximadamente, 23,98% de lignina, 73,33% de celulose com hemicelulose e 2,69% de extrativos (ALMEIDA *et al*., 2015). A coloração roxa do cerne se deve à presença dos flavonoides modificados chamados de peltoginoides (estruturas na Tabela 1) e são predominantes nas espécies estudadas no gênero (GIUTIÉRREZ-MACÍAS *et al*., 2019). Os peltoginoides possuem um anel D adicional por meio da ponte de conexão de -OCH_2- entre C-3 do anel C e C-6’ do anel B. Tais substâncias possuem distribuição restrita no reino vegetal e podem ser encontradas em frutos, cascas, raízes, madeira e partes aéreas de espécies dos gêneros *Acacia*, *Caesalpinia*, *Tephrosia*, *Iris*, *Cassine,* entre outras, os quais compreendem as famílias Fabaceae, Iridaceae, Euphorbiaceae, Nyctaginaceae, Myrtaceae, entre outras (JIU-ZHEN *et al*., 2011; DZOYEM *et al*., 2017; HASHIDA *et al*., 2014; JAIGER *et al*., 2019; MATHEW *et al*., 2023; MONTES *et al*., 2016).

Tabela 1. Compostos relatados no gênero *Peltogyne*.

Classe	Substâncias	Ocorrência
Flavonoides	 (+)-peltoginol  (+)-peltoginol B	*P. porphyrocardia* [Ce][1,4]; *P. pubescens* [Ce][2,4]; *P. venosa* [Ce][2,4]; *P. confertiflora* [Ce][3]; *P. catingae* [Ce][3]; *P. mexicana* [Ce][6]
	 (+)-mopanol  (+)-mopanol B	*P. porphyrocardia* [Ce][4]; *P. pubescens* [Ce][4]; *P. venosa* [Ce][4], *P. catingae* [Ce][3]; *P. mexicana* [Ce][6]
	 (+)-pubeschin	
	 (+)-3-*O*-metil-2*R*,3*R*-*cis*-fustina  (-)-3-*O*-metil-2*S*,3*R*-*trans*-fustina	
	 (+)-3-*O*-metil-2*R*,3*S*-*trans*-fustina  (-)-3-*O*-metil-2*S*,3*S*-*cis*-fustina	*P. pubescem* [Ce][2]; *P. venosa* [Ce][2]
	 *α*,2',3,4,4'-pentahidroxi-calcona	
	 (+)-butina  (-)-butina	
	 (+)-liquiritigenina  (-)-liquiritigenina	

Continuação Tabela	 4-*O*-metil-4',5'-metilenodioxi-mopanol	*P. pubescem* [Ce][2]; *P. venosa* [Ce][2]
	 (+)-7-*O*-metil-peltogynol	*P. paniculata* [Ce][3]
Flavonoides	 peltomexicanina  4*R*-metóxi-mopanol  *3R*-metóxi-(+)-butina: R_1= ⁻OCH$_3$; R_2= OH 3*S*-metóxi-2*S*-liquiritigenina: R_1=⋯OCH$_3$; R_2= H  (+)-mopanol B-(4β→6''')-(+)-mopanol  2*S*, 3*S*-peltoginona (±)-3-hidróxi-peltoginona  (±)-4-metóxi-peltoginol  Mopanidina: R_1= H; R_2= OH Peltoginidina: R_1= OH; R_2= H	*P. mexicana* [Ce][5,6,7]
Ácidos Fenólicos	 2,4-dihidroxibenzaldeído: R_1= OH; R_2= H Singaldeído: R_1= H; R_2= OCH$_3$	*P. mexicana* [Ce][6]

Ftalida	 5,6-dihidroxiftalida	*P. pubescens* [Ce][2]; *P. venosa* [Ce][2]
Cumarina	 Fraxetina	*P. confertiflora* [Ca][3]
Esteroide	 Sitosterol	

1-CHAN *et al*., 1958; 2-MALAN & ROUX, 1974; 3-ALMEIDA *et al*., 1973; 4-DREWES & ROUX, 1967; 5-GUTIÉRREZ-MACÍAS *et al*., 2016; 6-TAGA *et al*., 2025; 7-TAGA & YAMAUCHI., 2025. [Ce]- cerne; [Ca]- cascas.

O primeiro peltoginoide isolado foi o (+)-peltoginol da madeira de *Peltogyne porphyrocardia* Griseb ex Benth por Robinson & Robinson (1935) e sua estrutura foi acetilada e elucidada por Hassal & Weatherson (1965). Logo, variações estruturais foram observadas: o (+)-peltoginol possuía um isômero (+)-mopanol e ambos apresentavam epímeros (+)-peltoginol B e (+)-mopanol B, respectivamente, os quais estão presentes na maioria dos estudos com a madeira de espécies do gênero e podem ser considerados marcadores químicos (DREWES & ROUX, 1966). Segundo Jiu-Zhen e colaboradores (2011), os peltoginoides descritos na literatura podem ser classificados em quatro tipos: flavanol (I), flavonol (II), dihidroflavonol (III) e antocianina (IV), conforme as estruturas químicas descritas na Figura 16.

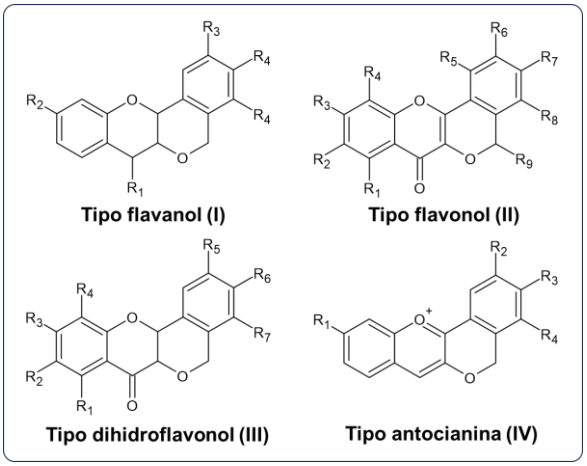


Figura 16. Tipos de esqueletos dos peltoginoides.

Conforme os estudos observados com espécies do gênero *Peltogyne*, os peltoginoides são, principalmente, do tipo flavanol. Os estudos realizados por Malan & Roux (1974) com a madeira das espécies *P. pubescens* e *P. venosa* (estruturas descritas na Tabela 1, pág. 32) também identificaram os isômeros (+)-3-*O*-metil-2,3-*cis*-fustina e (+)-3-*O*-metil-2,3-*trans*-fustina e seus epímeros (-)-3-*O*-metil-2,3-*trans*-fustina e (-)-3-*O*-metil-2,3-*cis*-fustina, bem como a (+)-3',4',7-trihidroxiflavona e a (+)-4',7-dihidroxiflavona e seus respectivos epímeros (-)-3',4',7-trihidroxiflavona e (-)-4',7-dihidroxiflavona. Almeida e colaboradores (1974) encontram uma cumarina (fraxetina) e um derivado 4-*O*-metil-4',5'-metilenodioximopanol nas cascas de *Peltogyne confertiflora* e um derivado o (+)-7-*O*-metilpeltoginol na madeira de *Peltogyne paniculata*. Em estudos realizados com o cerne de *Peltogyne mexicana* foram identificados peltoginoides do tipo antocianidinas; a peltomexicanina (novo peltoginoide) com alto potencial antioxidante (GUTIÉRREZ-MACÍAS *et al*., 2016), a mopanidina e a peltoginidina como artefatos da oxidação do (+)-mopanol e (+)-peltoginol (TAGA & YAMAUCHI, 2025) e os peltoginoides (4*R*)-metóximopanol, (2*S*,3*S*)-peltoginona, (±)-3-hidróxipeltoginona, (±)-4-metóxipeltoginol e um dímero peltoginoide (+)-mopanol B-(4*β*→6''')-(+)-mopanol, (TAGA *et al*., 2025).

Os extratos do cerne de *Peltogyne* spp. já apresentaram relatos de propriedades antimicrobianas. Granato e colaboradores (2005) investigaram a atividade antibacteriana do extrato obtido em acetato de etila da madeira de *Peltogyne* sp., o qual apresentou inibição do crescimento microbiano de *Proteus mirabilis* ATCC15290, *Staphylococcus aureus* ATCC25923, *Escherichia coli* ATCC25922, *Enterobacter aerogenes* ATCC13048, *Micrococcus luteus* ATCC9341, *Klebsiella pneumoniae* ATCC13883, *Pseudomonas aeroginosa* ATCC27853, além de *Staphylococcus aureus*, *Streptococcus mutans* e *Bacillus cereus* (isolados clínicos). Outro trabalho interessante foi realizado por Basset e colaboradores (2015), onde foi avaliado o potencial antifúngico *in vitro* dos extratos de quinze espécies madeireiras da Amazônia, entre os quais o extrato em acetato de etila de *Peltogyne* sp. apresentou elevado potencial antifúngico e a investigação fitoquímica do extrato levou ao isolamento bioguiado do (+)-mopanol, que apresentou alta seletividade antifúngica contra *Candida albicans* LMGO 102 (0,5 μg/mL) e outras *Candida* spp., principalmente para *Candida*

krusei LMGO 174 (1 μg/mL) que é uma das espécies resistentes a antifúngicos comerciais (CIM fluconazol > 64 μg/mL e itraconazol = 16 μg/mL).

Tais estudos com o gênero *Peltogyne* sugerem que a boa durabilidade natural e resistência ao ataque de fungos e insetos da madeira estejam diretamente relacionadas com a presença de metabólitos secundários bioativos, os quais ainda podem ser desconhecidos e apresentar propriedades biológicas inexploradas.

2.4.2 Espécie *Peltogyne catingae* Ducke

A espécie *P. catingae* é conhecida popularmente como “violeta”, “coata-quiçaua”, “pau-roxo” e “roxinho”, sendo uma árvore de grande porte, podendo atingir entre 30 e 50 metros de altura, muito apreciada pela indústria madeireira pela qualidade e beleza da madeira (SILVA, 1976). É uma espécie nativa da Amazônia (Figura 17), com ocorrência na região norte e sudoeste da Colômbia, principalmente no estado do Amazonas (FLORA DO BRASIL, 2024e; WFO, 2024d).



Figura 17. Distribuição geográfica da espécie *P. catingae* (WFO, 2024d).

Segundo Silva (1976) e a Flora do Brasil (2024), a espécie não apresenta sinonímias botânicas, entretanto possui duas subespécies relatadas, a *Peltogyne catingae* subsp. *catingae* e a *Peltogyne catingae* subsp. *glabra* (W. A. Rodrigues) M. F. Silva. Pinto e colaboradores (2018) revisaram e diferenciaram as características morfoanatômicas de *P. catingae* e fortaleceram sua

diferenciação entre espécies/gêneros dentro do clado *Hymenaea* para estudos filogenéticos futuros.

A espécie de *Peltogyne catingae* Ducke possui pouquíssimos relatos de estudos fitoquímicos, com apenas um trabalho realizado por Almeida e colaboradores (1974) que isolou e identificou os peltoginoides (+)-peltoginol e (+)-mopanol no cerne da espécie coletada no estado Amazonas.

2.5 Fungos de interesse médico e veterinário

Os fungos são seres eucariontes pertencentes ao reino Fungi e apresentam-se como microrganismos uni ou multicelulares, tais como leveduras, bolores e os mais familiares cogumelos (GARCIA-RUBIO *et al*., 2020). O reino Fungi apresenta uma enorme diversidade de espécies que são encontradas em diversos ambientes e biomas com diferentes capacidades adaptativas, vivendo a maioria da forma saprofítica, mas também simbiótica ou parasitária (GARCIA-RUBIO *et al*., 2020).

As infecções fúngicas originam-se, predominantemente, pela inalação de esporos, pelo crescimento oportunista de fungos já presentes na microbiota humano ou ainda pelo contato direto e inoculação traumática na pele. Esses mecanismos podem culminar no estabelecimento e proliferação de fungos patogênicos em diversos tecidos de animais e humanos, abrangendo desde pele e mucosas até órgãos internos e, em casos mais graves, a corrente sanguínea. (GNAT *et al*., 2021). *Candida* spp. e *Cryptococcus* spp. (Figura 18) figuram entre as principais causadoras de micoses humanas, enquanto espécies de *Sporothrix* (Figura 18) vêm alterando significativamente o padrão epidemiológico da esporotricose na interface animal–humano (BROWN *et al*., 2024; WALLER *et al*., 2021).

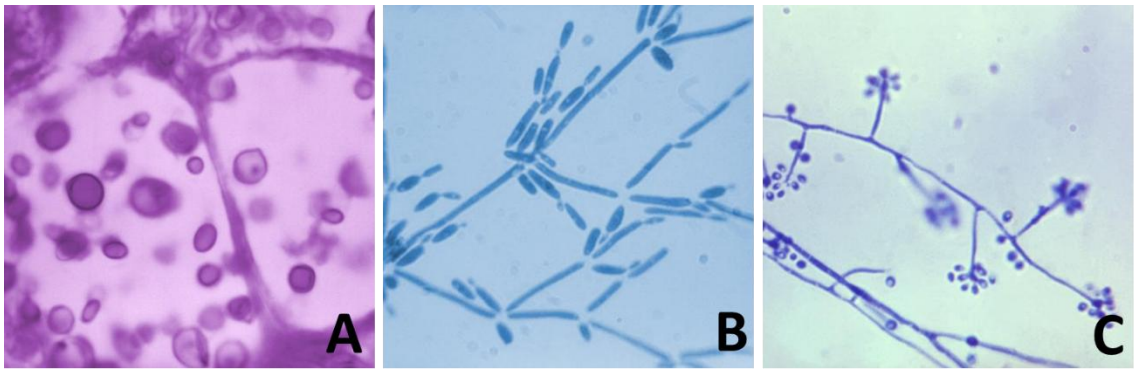


Figura 18. Formas de microscópicas dos fungos *Cryptococcus* sp. (A), *Candida* sp. (B) e *Sporothrix* sp. (C). Fonte: CDC – *Public Health Image Library* (PHIL), ID imagens: 28107, 28250, 21831, respectivamente.

A criptococose é uma micose oportunista causada por *Cryptococcus* spp., capaz de infectar humanos e animais. As espécies *C. neoformans* e *C. gattii* são as principais responsáveis pela doença, frequentemente associadas a ambientes com fezes de aves, especialmente pombos (IYER *et al*., 2021). A infecção ocorre predominantemente em indivíduos imunossuprimidos, como portadores de HIV, transplantados, pacientes com neoplasias hematológicas, doença hepática crônica ou diabetes, podendo evoluir para pneumonia ou atingir o sistema nervoso central, além de apresentar formas cutâneas, ósseas e viscerais (RATHORE *et al*., 2022). Cerca de 70% dos casos afetam homens entre 30 e 60 anos, sendo rara em crianças (VERONESI & FOCACCIA, 2015). Globalmente, estima-se que a criptococose cause cerca de 1 milhão de novos casos e aproximadamente 625 mil mortes anuais, especialmente entre pessoas vivendo com HIV (RÊGO *et al*., 2019).

As espécies de *Candida* respondem por até 90% das infecções fúngicas, sendo *C. albicans* a mais frequente, com cerca de 40% dos isolados clínicos (BARBOSA *et al*., 2020). Essas infecções podem ser superficiais ou oportunistas e geralmente surgem quando há desequilíbrio da microbiota ou comprometimento dos mecanismos de defesa, afetando tanto indivíduos saudáveis quanto imunocomprometidos (SILVA *et al*., 2016; CORTES *et al*., 2020). Clinicamente, variam de formas mucocutâneas e cutâneas até infecções sistêmicas, como candidemia (LAZO *et al*., 2018; CAMPINHO *et al*., 2019). A candidíase mucocutânea é comum, acometendo 75% das mulheres ao menos uma vez na vida, com recorrência em até 8% dos casos (CAMPINHO *et al*., 2019;

WILLEMS *et al*., 2020). A *Candida auris*, classificada pela Organização Mundial da Saúde (OMS) e pelo Centro de Controle e Prevenção de Doenças (CCPD) como um fungo de alta prioridade, apresenta elevada resistência aos principais antifúngicos (como fluconazol, itraconazol e anfotericina B). Sua infecção pode evoluir para disseminação hematogênica e sepse, resultando em taxas de mortalidade que podem alcançar 70% (MARTÍNEZ-MARTÍNEZ *et al*., 2025). De modo geral, as infecções por *Candida* tendem a ser persistentes e recorrentes, exigindo tratamentos prolongados, e algumas espécies já apresentam resistência aos azóis, como *Candida krusei* ao fluconazol (CZECHOWICZ *et al*., 2022).

A esporotricose é uma micose zoonótica subaguda ou crônica causada por fungos dimórficos do gênero *Sporothrix*, principalmente *S. schenckii* e *S. brasiliensis* (GARCIA-CARNERO *et al*., 2022). Esses fungos habitam o solo e podem infectar humanos e animais (MORGADO *et al*., 2022). Embora historicamente associada a trabalhadores rurais, a doença tornou-se um importante problema urbano devido à transmissão zoonótica, especialmente por gatos. No Brasil, *S. brasiliensis* é a principal espécie responsável por casos em felinos e pela expansão da epidemia nas regiões metropolitanas (BRIZENO *et al*., 2020; SANTOS *et al*., 2022; SANTOS *et al*., 2024).

No Amazonas, entre janeiro e julho de 2024, foram registrados 650 casos humanos, superando todo o ano de 2023 (575 casos) e representando aumento de 192% em relação a 2022, refletindo a elevada taxa de transmissão por gatos infectados, que representam 97,3% dos casos animais (FVS-AM, 2024). A doença pode afetar indivíduos de qualquer idade ou condição imunológica, predominando lesões cutâneas nodulares ou ulceradas (CORDEIRO *et al*., 2011). O tratamento geralmente envolve itraconazol por períodos prolongados, variando de 2 a 12 meses, podendo ser mais demorado em imunossuprimidos ou em casos recorrentes (WALLER *et al*., 2021).

O aumento da resistência antimicrobiana, intensificada pelo uso excessivo de antibióticos, tornou-se um desafio de grande relevância (HENDRICKSON *et al*., 2019). Nesse contexto, os metabólitos secundários de plantas surgem como alternativas promissoras para o desenvolvimento de novos agentes antimicrobianos (ARMADI *et al*., 2022). A ampla diversidade estrutural desses

compostos reflete adaptações evolutivas que conferem às plantas um rico potencial bioativo, útil para a descoberta de novos fármacos (REDONDO-BLANCO *et al*., 2020). Assim, investigar o potencial antimicrobiano desses metabólitos secundários é fundamental para avançar na busca por novos antifúngicos capazes de combater enfermidades que afetam humanos e animais.

2.6 Doença do cancro cítrico: uma ameaça a citricultura brasileira

O cancro cítrico é uma doença bacteriana de elevada relevância para a citricultura, causada por *Xanthomonas citri* subsp. *citri* (sin. *Xanthomonas campestris* pv. *citri* e *Xanthomonas axonopodis* pv. *citri*) (ZAMUNÉR *et al*., 2025; WU *et al*., 2023; FERENCE *et al*., 2018). A infecção resulta em sintomas característicos, como desfolha, queda prematura dos frutos e redução significativa da produtividade agrícola, entre outros impactos agronômicos negativos (Figura 19). Trata-se de uma enfermidade de origem asiática, atualmente distribuída em diversas regiões tropicais e subtropicais do mundo, incluindo o Brasil. Nesse contexto, destaca-se que o Brasil é o maior produtor mundial de laranja, sendo responsável por aproximadamente 70% da produção global de suco de laranja (LANZA *et al*., 2019; USDA, 2024).

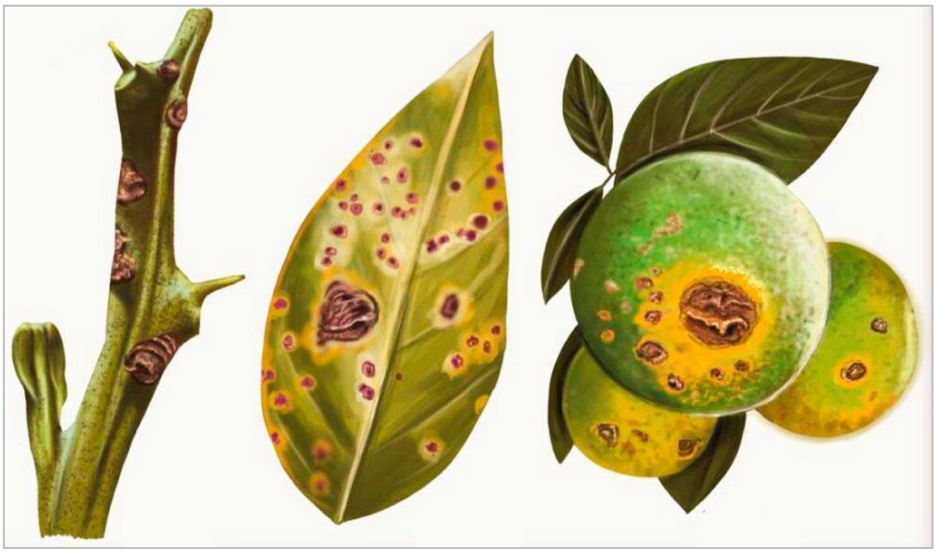


Figura 19. Sintomas nos frutos e folhas da doença *Xanthomonas citri* subsp. *citri.*
Fonte: RURALTEC TV, 2025.

O controle do cancro cítrico baseia-se em estratégias de erradicação e manejo, sendo o uso de bactericidas cúpricos uma das práticas mais

empregadas, com comprovada eficácia na redução da incidência da doença (BEHLAU, 2019; GOTTWALD *et al.*, 2002). Entretanto, a aplicação contínua de compostos à base de cobre pode ocasionar impactos negativos ao solo agrícola (SHNEIDER *et al*., 2025) e favorecer o surgimento de cepas bacterianas resistentes (OSIRO *et al*., 2011; BEHLAU *et al.*, 2011; RICHARD *et al*., 2017). Considerando que *Xanthomonas citri* subsp. *citri* forma biofilmes associados a uma matriz extracelular, conferindo maior tolerância a estresses ambientais, logo a pesquisa e o desenvolvimento de moléculas capazes de interferir nessa estrutura surgem como uma estratégia promissora para o controle do cancro cítrico.

Diversos estudos demonstram o potencial de pequenas moléculas de origem natural no controle de *Xanthomonas citri*, destacando-se monoterpenos e sesquiterpenos presentes em óleos essenciais de *Citrus aurantium*, *Citrus aurantifolia* e *Schinus molle*, bem como constituintes voláteis do extrato hexânico de sementes de *Pterodon pubescens* (MIRZAEI-NAJAFGHOLI *et al*., 2017; SANTOS *et al*., 2023; SILVA *et al*., 2024). Ensaios com compostos isolados, como o sesquiterpeno espatulenol e fenólicos derivados da casca de laranja, além de flavonoides comercialmente disponíveis, também evidenciaram atividade antibacteriana contra o patógeno (LI *et al*., 2022b; LIANG *et al*., 2023). Nesse contexto, o presente estudo avalia os constituintes não voláteis da madeira de *Peltogyne catingae*, fundamentado na diversidade química e no potencial antimicrobiano previamente descritos para espécies do gênero *Peltogyne*, sendo este o primeiro relato de sua aplicação contra *X. citri* (BASSET *et al*., 2015; GRANATO *et al*., 2005).

3. OBJETIVOS

3.1 Geral

- Realizar a investigação fitoquímica e a avaliação da atividade antimicrobiana das substâncias isoladas e caracterizadas a partir dos extratos dos resíduos madeireiros de *Allantoma decandra* e *Peltogyne catingae*.

3.2 Específicos

- Obter o perfil metabólico dos extratos apolares e polares de *A. decandra* e *P. catingae* por CG-EM e CLAE-EMAR, respectivamente;
- Fracionar, isolar e identificar as substâncias presentes nos extratos polares de *A. decandra* e *P. catingae*;
- Avaliar a atividade antimicrobiana das frações/substâncias isoladas frente aos fungos *Candida* spp., *Cryptococcus* spp., *Sporothrix* spp. e a bactéria *Xanthomonas citri* ssp. *citri*.;
- Avaliar a eficiência do efeito das frações/substâncias isoladas ativas testadas frente a *Sporothrix* spp. e *Xanthomonas citri* ssp. *citri*.

4. METODOLOGIA

Os estudos fitoquímicos foram desenvolvidos no Laboratório de Química de Produtos Naturais (LQPN) da Coordenação de Tecnologia e Inovação do Instituto Nacional de Pesquisas da Amazônia (INPA) sob a coordenação da Profa. Dra. Maria da Paz Lima.

Os estudos espectroscópicos (RMN) e cromatográficos/espectrométricos (CLAE-EMAR) foram realizados no Laboratório Temático de Química de Produtos Naturais (LTQPN) do INPA, coordenado pelo Prof. Dr. Sergio Massayoshi Nunomura e no Laboratório de Ressonância Magnética Nuclear da Universidade Federal de Goiás (UFG) coordenado pelo Prof. Dr. Luiz Henrique Keng Queiroz Junior. As análises de Cromatografia Gasosa acoplada a Espectrometria de Massas (CG-EM) foram realizadas na Central Analítica do Instituto Federal do Amazonas (CA-IFAM) coordenado pelo Prof. Dr. Adriano Teixeira de Oliveira e pela Profa. Dra. Jaqueline de Araújo Bezerra.

Os ensaios antimicrobianos com *Candida* spp. e *Cryptococcus* spp. foram realizados no Laboratório de Micologia Médica do INPA sobre a supervisão do Prof. Dr. João Vicente Braga de Souza e com *Sporothrix* spp. no Laboratório de Bacteriologia/Micologia da Fundação Ezequiel Dias (Funed) sobre a supervisão da Dra. Denise de Oliveira Scoaris. O ensaio antibacteriano com *Xanthomonas citri* ssp. *citri* foi realizado no Laboratório de Produtos Naturais, na área de bioensaios do Departamento de Química, na Universidade Federal de São Carlos (UFSCar), sob a coordenação da Profa. Dra. Maria Fátima das Graças Fernandes da Silva.

4.1 Materiais

Solventes: nas análises cromatográficas, utilizaram-se solventes comerciais grau P.A. (Synth, Brasil) (hexano, diclorometano, acetato de etila e metanol) destilados no LQPN-INPA. Nos experimentos de RMN foram empregados solventes deuterados como clorofórmio-*d* e metanol-*d*4 (*Sigma-Aldrich*). Para as análises de Cromatografia Líquida de Alta Eficiência acoplada à Espectrometria de Massas (CLAE-EMAR), foram utilizados solventes com grau

HPLC (Sigma-Aldrich, Estados Unidos) (acetonitrila e metanol) e água purificada em Purificador de água Milliq - modelo Smartpak (Merck KGaA, Alemanha).

Cromatografia em Camada Delgada (CCD): utilizaram-se cromatofolhas de alumínio com sílica gel 60 (*Merck*). Os reveladores empregados foram luz UV (254 e 365 nm), vanilina sulfúrica (0,01 g/mL) e cloreto férrico (0,01 g/mL).

Cromatografia em Coluna (CC): foram utilizadas colunas de vidro com extensões que variam entre Ø = 0,5-3,5 cm e altura 30-45 cm. A escolha e o tamanho da coluna dependeram da quantidade de amostra a ser fracionada. As fases estacionárias utilizadas nos fracionamentos foram determinadas previamente por análises em CCD, pigmentação da amostra, entre outros fatores.

Fases estacionárias para CC: Sílica gel 60 (70-230 e 230-400 mesh) da *Merck*; Sephadex LH-20 da *Sigma-Aldrich*.

4.2 Equipamentos e acessórios

Chapa de aquecimento – *Fisatom*, modelo 753A.

Moinho – Marconi, macromoinho de facas - tipo *Wiley,* modelo MA-340.

Evaporador rotativo – *Buchi*, modelo Rotavapor R-3, acoplado a um banho ultratermostatizado Marconi, modelo MA-184.

Destilador de água – *Pilsen*, modelo 03141-25.

Estufa – *Ethik technology* com temperatura regulável de ambiente de +15 a 100 °C.

Balança Analítica – *Shimadzu* – AUY220. Capacidade máxima de 220 g e mínima de 10 mg, e= 1 mg e d= 0,1 mg.

Câmara de Ultravioleta (UV) - Comprimentos de ondas de 254 e 365 nm.

Cromatógrafo Gasoso acoplado a um Espectrômetro de Massas (CG-EM) – *Shimadzu* (*Nexis* GC2030, GCMS-QP2020 NX) equipado com injetor *split-splitless* com amostrador automático e acoplado a um Espectrômetro de Massas com fonte EI (*Eletron ionization*).

Cromatógrafo Líquido de Alta Eficiência com Detector DAD acoplado a um Espectrômetro de Massas (CLAE-EMAR) – Os perfis cromatográficos e espectrométricos foram obtidos por meio de um cromatógrafo líquido (*Shimadzu*) equipado com uma coluna *Phenomenex* RP-C18 (2,0 X 50 mm, 2,6 µm) e um detector DAD (*Diode Array Dector*), acoplado a um Espectrômetro de Massas de Alta Resolução MicroTOF-QII (*Bruker Daltonics*) equipado com fonte ESI (*Eletron Spray Ionization*). O equipamento encontra-se no LTQPN.

Espectrômetros de Ressonância Magnética Nuclear – Os espectros de RMN foram obtidos em três espectrômetros da *Bruker*, um *Fourier*-300 (300 MHz - ^{1}H e 75 MHz – ^{13}C), um *Ascend Neo* 600 (600 MHz - ^{1}H e 150 MHz - ^{13}C) do LTQPN do INPA e um *Avance* III (400 MHz – ^{1}H e 100 MHz – ^{13}C) do Laboratório de Ressonância Magnética Nuclear da Universidade Federal de Goiás como alternativa a inoperância do Fourier 330 do LTQPN do INPA.

Programas e processamento – *Software* ACD/ChemSketch 2024 (Freware) – desenhar moléculas em linha; *Software* TopSpin 3.7.0 2023 (Freware) – processamento de espectros de RMN.

4.3 Material botânico

4.3.1 Coleta e identificação

Os resíduos madeireiros foram fornecidos pelo Laboratório de Tecnologia da Madeira (LTM) do INPA. As madeiras das espécies *A. decandra* e *P. catingae* foram previamente identificadas com base na Xiloteca do LTM-INPA, tendo como responsável o Dr. Jorge Alves de Freitas, pesquisador e anatomista de madeira. A madeira de *P. catingae* foi introduzida no Sistema Nacional de Gestão do Patrimônio Genético (SisGen) com o n.º de registro A937AC8.

4.4 Procedimentos para obtenção dos extratos

Os resíduos madeireiros secos de ambas as espécies (*A. decandra* e *P. catingae*) foram serrados em pedaços menores em uma serra de fita, conforme a Figura 20 (pág. 47), e posteriormente moídos em moinho de 4 facas para obtenção da madeira em pó. As extrações seguiram o protocolo padrão do nosso grupo de pesquisa e foram padronizadas utilizando 300 g de material moído para

1,5 L de solvente. Primeiramente, foi utilizado hexano e posteriormente metanol, ambos por sete dias cada. Em seguida, os extratos foram filtrados com papel filtro com o auxílio de vácuo, e posteriormente, concentrados por evaporação com pressão reduzida, dando origem aos extratos hexânico e metanólico, respectivamente, conforme o Esquema 1. Os extratos foram codificados conforme a Tabela 2.

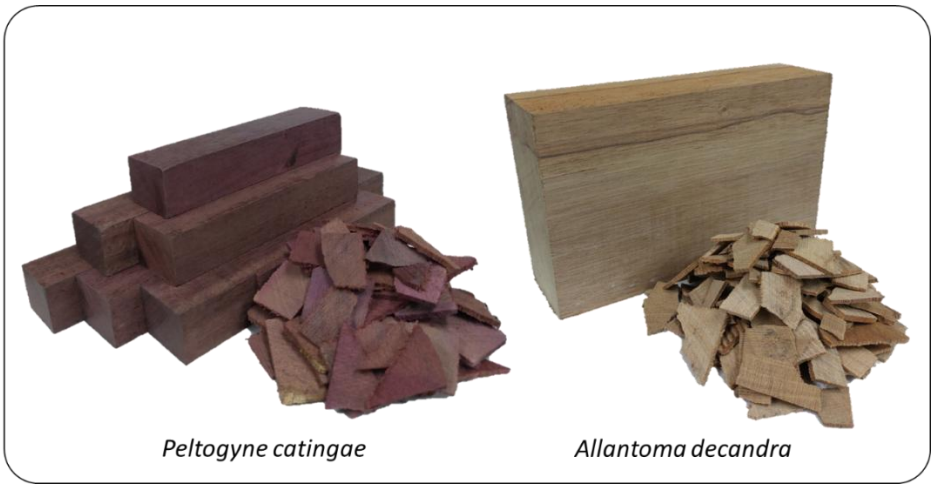
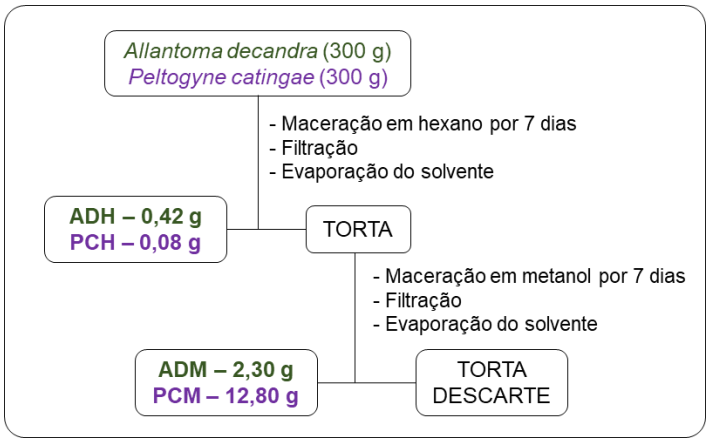


Figura 20. Amostras das madeiras estudas e suas respectivas espécies.

Tabela 2. Codificação dos extratos.

Espécies	Extrato	Código
Allantoma decandra	Hexânico	ADH
	Metanólico	ADM
Peltogyne catingae	Hexânico	PCH
	Metanólico	PCM



Esquema 1. Procedimentos de obtenção dos extratos hexânico e metanólico de *A. decandra* e *P. catingae*.

4.5 Análise do perfil de ácidos graxos por CG-EM

O perfil dos ésteres metílicos de ácidos graxos (EMAGs) dos extratos apolares ADH e PCH foi analisado após a transesterificação dos glicerídeos presentes nos extratos conforme o método de Vasquez e colaboradores (2021).

4.5.1 Transesterificação alcalina de glicerídeos

Foram utilizados 20 mg de ambos os extratos ADH e PCH e foram misturados com 0,5 mL de clorofórmio/metanol (2:1; v/v) e 1 mL de NaOH 0,1 M em metanol. Essa mistura foi aquecida a 60 °C por 30 minutos e então a reação foi interrompida com a adição de 0,2 mL de água destilada, e os EMAGs formados foram extraídos com a adição de 1 mL de hexano. Após agitação, a mistura foi decantada e a fase superior isolada foi coletada. O procedimento foi repetido com a fase inferior para recuperar os EMAGs restantes, e foi agitado e deixado em repouso por 30 minutos.

4.5.2 Método de análise CG-EM

Os EMAGs foram analisados conforme o método adaptado de Vasquez *et al.*, (2021); utilizando um cromatógrafo gasoso equipado com uma coluna capilar polar de sílica fundida SHRtx-5Sil-MS (30 m de comprimento, 0,25 mm de diâmetro interno e 0,25 µm de espessura do filme). O hélio foi usado como gás de arraste a 2 mL/min. A temperatura de injeção foi de 260 °C, modo *split*, 1 µL,

e a fonte de íons do espectrômetro de massas e as temperaturas da interface foram de 230 e 280 °C, respectivamente. A análise cromatográfica iniciou a 50 °C com taxa de 20 °C/min até 210 °C, permanecendo por 18 min, e então aumentou para 230 °C a 20 °C/min por 13 min. O tempo total de execução da programação foi de 40 min. Os espectros de massa foram obtidos por impacto eletrônico a 70 eV. A faixa de varredura de massa foi de 30 a 700 Da. A identificação dos ácidos graxos foi feita através dos bancos de dados *WILEY* 275 e do *National Institute of Standards and Technology* (NIST 3.0) conforme o Índice de Similaridade (IS ≥ 85 %) e a similaridade entre os Índices de Retenção Experimental e o Teórico (Índice de Kovats – KI).

4.6 Método das análises do perfil cromatográfico e espectrométrico por CLAE-EMAR

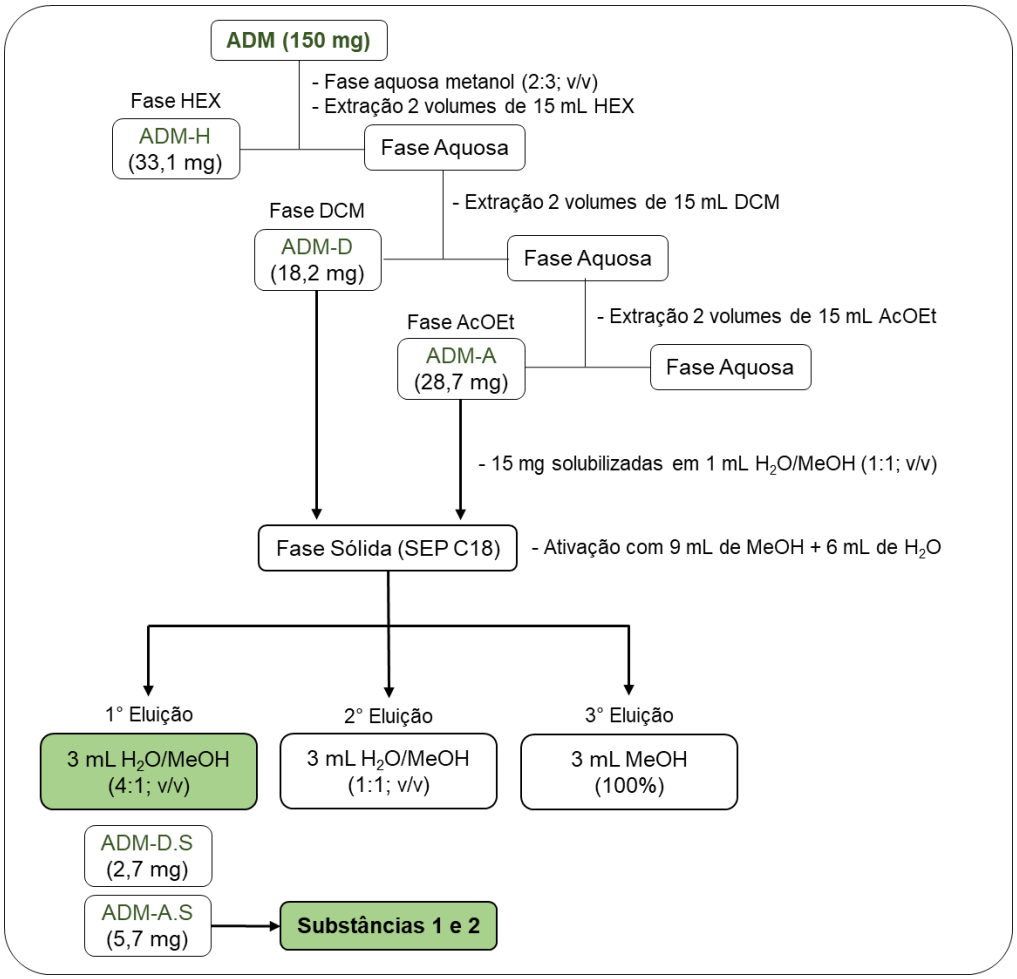
A fase móvel foi composta por água com 0,1% de ácido fórmico (A) e metanol (B), e o gradiente exploratório foi o seguinte: 0,0 min, 5% de B; 10,0 min, 100% B; 10,0 min, 100% A e isocrático até 12,0 min (para limpeza). A taxa de fluxo foi de 200 µL/min. O detector DAD (*Diode Array Detector*) operou na faixa de varredura de 190 – 400 nm. Os espectros de massas de alta resolução foram obtidos em um espectrômetro MicroTOF-QII (*Bruker Daltonics*) equipado com uma fonte de ionização por ESI (*Eletron Spray Ionization*) e operou com voltagem da agulha de 5 000 V, tensão capilar de 70 V, pressão do gás de secagem de 15 psi, temperatura do gás de secagem de 350 °C e em modo negativo com uma faixa de varredura de 50 – 1000 Da.

4.7 Análises espectroscópicas de RMN

As amostras foram solubilizadas nos solventes clorofórmio-d e metanol-d4 conforme a solubilidade. A combinação dos experimentos 1D (RMN de ^{1}H) com experimentos 2D (HSQC, HMBC e *J*-Res) permitiu a atribuição dos principais sinais e constantes de acoplamento ^{1}H-^{1}H. Os espectros e mapas de correlações de RMN foram posteriormente analisados usando o software TopSpin™ 3.2.

4.8 Partição líquido-líquido e fracionamento do extrato metanólico de *Allantoma decandra* (ADM)

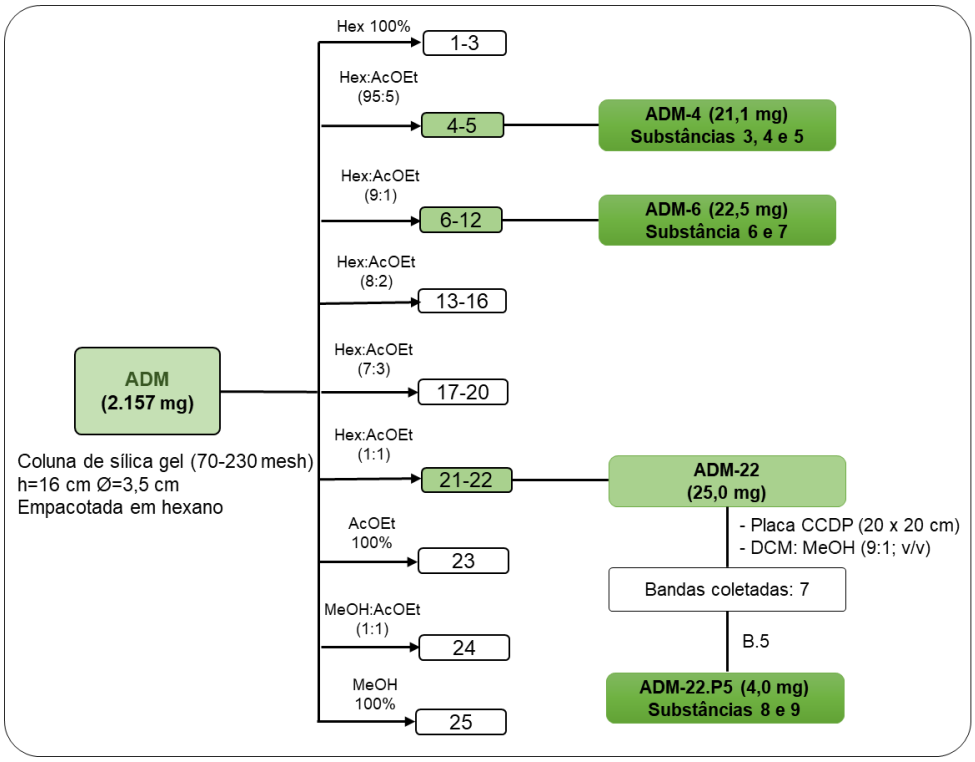
Foram utilizados 150 mg do extrato ADM e solubilizados em 20 mL da mistura metanol/água (2:3; v/v). Em seguida, foram realizadas extrações orgânicas sucessivas com ¾ do volume da fase aquosa com os solventes hexano, diclorometano e acetato de etila, respectivamente, conforme os Esquemas 2. Após avaliação dos perfis cromatográficos por CCD, 15 mg das fases orgânicas obtidas em diclorometano e acetato de etila foram submetidas a extrações em Fase Sólida C18 e eluídas com misturas de água/metanol, onde o eluente água/metanol (4:1; v/v) apresentou o melhor perfil cromatográfico para ambas as fases extraídas. Na fase extraída **ADM-A.S** (5,7 mg) foram identificadas as substâncias **1** e **2**.



Esquema 2. Partição líquido-líquido do extrato ADM e extrações em Fase Sólida C18.

O extrato ADM (2.157 mg) foi fracionado em uma coluna filtrante de sílica gel (70-230 *mesh*), eluída em gradientes crescentes de polaridade (hexano, acetato de etila e metanol), gerando 25 frações (Esquema 3) com volumes variados. Após análise em CCD, as frações com similaridades foram reunidas (ver Tabela 3). A fração ADM-4 (21,2 mg) resultou na identificação das substâncias **3**, **4** e **5**, e a fração ADM-6 (22,5 mg) na identificação das substâncias **6 e 7**. A fração subsequente **ADM-22** foi submetida a um novo procedimento.

Da fração **ADM-22** (52,5 mg), retiraram-se 25 mg para purificação por cromatografia em camada delgada preparativa (CCDP) (Esquema 3). A amostra foi solubilizada em diclorometano (DCM) com uma eluição em DCM:MeOH (9:1, v/v). Ao visualizar na luz UV (254 nm) verificaram-se 7 bandas, as quais foram raspadas e extraídas com DCM e acetona (Tabela 3). A banda 5 (ADM-22.P5, 4,0 mg) resultou nas substâncias **8** e **9.**



Esquema 3. Procedimentos cromatográficos de ADM e ADM-22.

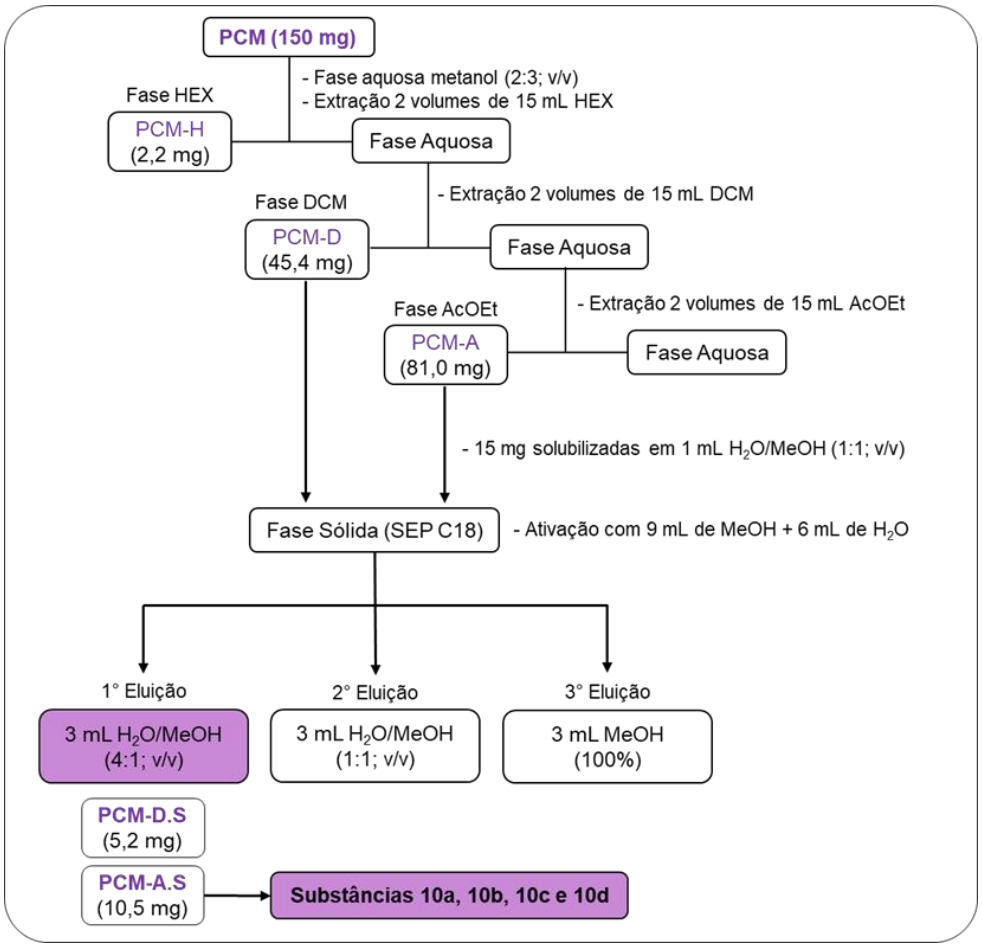
Tabela 3. Massas das frações geradas durante os fracionamentos cromatográficos do extrato ADM e da fração ADM-22.

	Código	Massa (mg)
ADM	ADM-1	24,7
	ADM-2	13,2
	ADM-3	20,3
	ADM-4	21,1
	ADM-5	22,2
	ADM-6	22,5
	ADM-7	18,7
	ADM-8	42,0
	ADM-9	48,8
	ADM-10	43,7
	ADM-11	114,2
	ADM-12	27,9
	ADM-13	29,8
	ADM-14	125,0
	ADM-15	68,5
	ADM-16	119,6
	ADM-17	41,1
	ADM-18	149,4
	ADM-19	22,4
	ADM-20	221,6
	ADM-21	46,8
	ADM-22	52,5
	ADM-23	221,6
	ADM-24	168,3
	ADM-25	311,5
ADM-22	ADM-22.P1	1,5
	ADM-22.P2	3,3
	ADM-22.P3	3,7
	ADM-22.P4	6,5
	ADM-22.P5	4,0
	ADM-22.P6	2,7
	ADM-22.P7	2,3

4.9 Partição líquido-líquido e fracionamento do extrato metanólico de *Peltogyne catingae* (PCM)

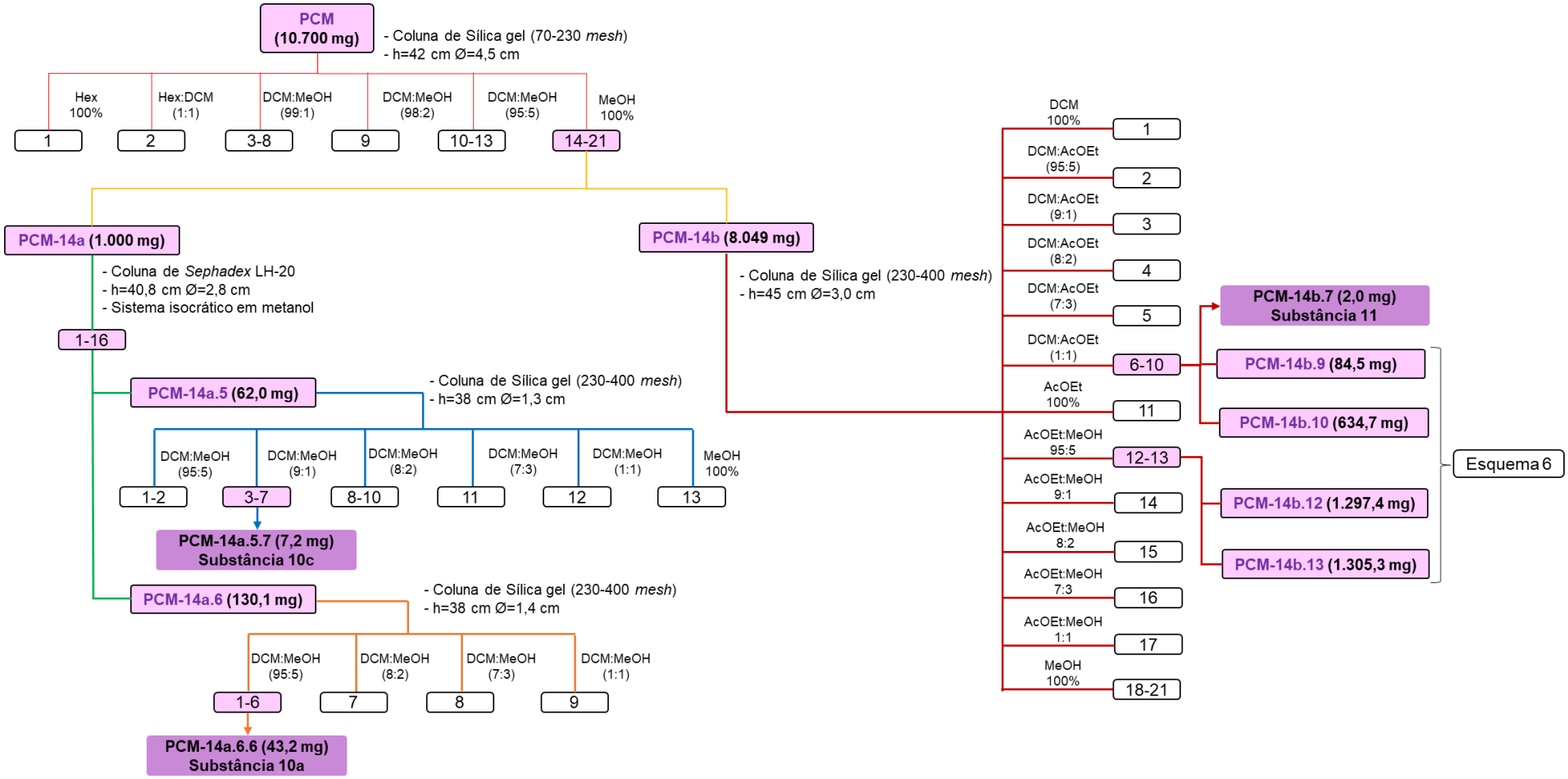
Foram utilizados 150 mg do extrato PCM e solubilizados em 20 mL da mistura metanol/água (2:3; v/v). Em seguida, foram realizadas extrações orgânicas sucessivas com ¾ do volume da fase aquosa com os solventes hexano, diclorometano e acetato de etila, respectivamente, conforme o Esquema 4. Após avaliação dos perfis cromatográficos por CCD, 15 mg das fases orgânicas obtidas em diclorometano e acetato de etila foram submetidas a

extrações em Fase Sólida C18 e eluídas com misturas de água/metanol, onde o eluente água/metanol (4:1; v/v) apresentou o melhor perfil cromatográfico para ambas as fases extraídas. Na fase extraída **PCM-A.S** (10,5 mg), foi possível identificar as substâncias **10a**, **10b**, **10c** e **10d**.



Esquema 4. Partição líquido-líquido do extrato PCM e extrações em Fase Sólida C18.

O extrato PCM (10.700 mg) foi fracionado em uma coluna filtrante de sílica gel (70-230 mesh), eluída em gradientes crescentes de polaridade (diclorometano e metanol), gerando 21 frações (Esquema 5, Tabela 4) com volumes variados. Após análise em CCD as frações com similaridades foram reunidas (ver Tabela 4). A fração **PCM-14** (3.828 mg) foi submetida a dois procedimentos distintos. No primeiro, cerca de 1.000 mg (1,0 g) dessa fração (denominada **PCM-14a**) foram fracionados em coluna de Sephadex LH-20 (Esquema 5), empregando sistema isocrático com metanol 100%, originando 16 frações (Tabela 4) com volumes variados. As frações subsequentes **PCM-14a.5**, **PCM-14a.6** foram submetidas a novos procedimentos (Esquema 5).



Esquema 5. Procedimentos cromatográficos com PCM, **PCM-14a**, **PCM-14a.5**, **PCM-14a.6**, **PCM-14b**.

Tabela 4. Massas das frações geradas durante os fracionamentos cromatográficos do extrato PCM e da fração **PCM-14a**.

	Código	Massa (mg)
PCM	PCM-1	1,8
	PCM-2	4,5
	PCM-3	13,2
	PCM-4	22,2
	PCM-5	31,5
	PCM-6	31,1
	PCM-7	11,3
	PCM-8	48,6
	PCM-9	35,9
	PCM-10	3,1
	PCM-11	8,0
	PCM-12	14,9
	PCM-13	24,9
	PCM-14	3.828,3
	PCM-15	4.265,1
	PCM-16	956,9
	PCM-17	1.029,5
	PCM-18	64,4
	PCM-19	31,5
	PCM-20	97,6
	PCM-21	25,7
PCM-14a	PCM-14a.1	13,6
	PCM-14a.2	44,6
	PCM-14a.3	69,1
	PCM-14a.4	97,0
	PCM-14a.5	62,0
	PCM-14a.6	130,1
	PCM-14a.7	54,6
	PCM-14a.8	40,1
	PCM-14a.9	19,7
	PCM-14a.10	26,5
	PCM-14a.11	42,8
	PCM-14a.12	30,5
	PCM-14a.13	120,8
	PCM-14a.14	28,1
	PCM-14a.15	27,9
	PCM-14a.16	158,1

A fração **PCM-14a.5** (62,0 mg) foi fracionada em uma coluna de sílica *flash* (230-400 *mesh*), eluída em gradientes crescentes de polaridade (diclorometano

e metanol), gerando 12 frações (Tabela 5) com volumes variados. A fração **PCM-14a.5.7** (7,2 mg) forneceu a Substância **10c**. A fração **PCM-14a.6** (130,1 mg) foi fracionada em uma coluna de sílica *flash* (230-400 *mesh*), eluída em gradientes crescentes de polaridade (diclorometano e metanol), gerando 9 frações (Tabela 5) com volumes variados. A fração **PCM-14a.6.6** (43,2 mg) forneceu a Substância **10a**.

Tabela 5. Massas das frações geradas durante os fracionamentos cromatográficos das frações **PCM-14a.5** e **PCM-14a.6**.

	Código	Massa (mg)
PCM-14a.5	PCM-14a.5.1	1,4
	PCM-14a.5.2	2,4
	PCM-14a.5.3	2,9
	PCM-14a.5.4	6,5
	PCM-14a.5.5	2,4
	PCM-14a.5.6	6,3
	PCM-14a.5.7	7,2
	PCM-14a.5.8	4,7
	PCM-14a.5.9	5,5
	PCM-14a.5.10	4,1
	PCM-14a.5.11	3,1
	PCM-14a.5.12	8,9
PCM-14a.6	PCM-14a.6.1	0,3
	PCM-14a.6.2	7,1
	PCM-14a.6.3	4,6
	PCM-14a.6.4	0,3
	PCM-14a.6.5	8,5
	PCM-14a.6.6	43,2
	PCM-14a.6.7	13,6
	PCM-14a.6.8	12,7
	PCM-14a.6.9	20,8

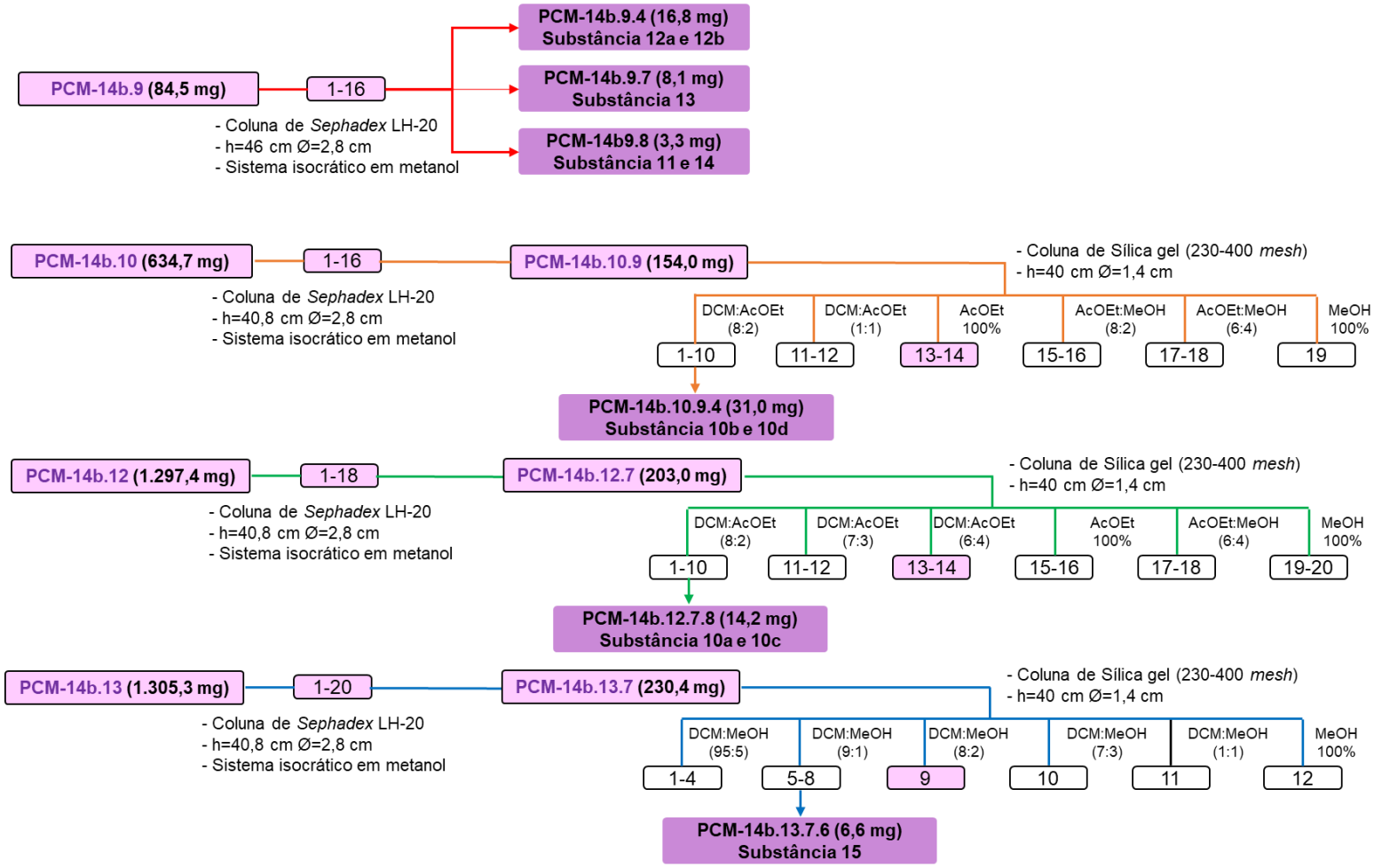
No segundo procedimento, as frações PCM-15 (4.265 mg) e PCM-16 (956,9 mg) foram reunidas ao remanescente da PCM-14 (2.828 mg), totalizando 8.049,9 mg. Esse material combinado (denominado **PCM-14b**) foi submetido a refracionamento em coluna de sílica *flash* (230–400 *mesh*) (Esquema 6), eluído em gradientes crescentes de polaridade (diclorometano, acetato de etila e metanol), gerando 21 frações (Tabela 6) com volumes variados. A fração **PCM-14b.7** (2,0 mg) forneceu a Substância **11**, e as frações **PCM-14b.9**, **PCM-14b.10**,

PCM-14b.11, **PCM-14b.12** e **PCM-14b.13** foram submetidas a novos procedimentos ilustrados no Esquema 6.

Tabela 6. Massas das frações geradas durante os fracionamentos cromatográficos da fração **PCM-14b**.

	Código	Massa (mg)
PCM-14b	PCM-14b.1	1,1
	PCM-14b.2	1,4
	PCM-14b.3	2,1
	PCM-14b.4	1,1
	PCM-14b.5	1,0
	PCM-14b.6	1,3
	PCM-14b.7	2,0
	PCM-14b.8	4,2
	PCM-14b.9	84,5
	PCM-14b.10	138,1
	PCM-14b.11	496,6
	PCM-14b.12	1.297,4
	PCM-14b.13	1.305,3
	PCM-14b.14	672,2
	PCM-14b.15	937,3
	PCM-14b.16	557,8
	PCM-14b.17	817,6
	PCM-14b.18	423,8
	PCM-14b.19	250,3
	PCM-14b.20	361,4
	PCM-14b.21	255,4

A fração **PCM-14b.9** (84,5 mg) foi fracionado em coluna de Sephadex LH-20 (Esquema 6), empregando sistema isocrático com metanol 100%, originando 9 frações (Tabela 7) com volumes variados. A fração PCM-14b.9.4 (16,8 mg) forneceu as substâncias **12a e 12b**, PCM-14b.9.7 (8,1 mg) a substância **13** e PCM-14b.9.8 (3,3 mg) as substâncias **11** e **14**.



Esquema 6. Procedimentos cromatográficos com **PCM-14b.9**, **PCM-14b.10**, **PCM-14b.12**, **PCM-14b.13**.

Tabela 7. Massas das frações geradas durante o fracionamento cromatográfico da fração **PCM-14b.9**.

	Código	Massa (mg)
PCM-14b.9	PCM-14b.9.1	0,8
	PCM-14b.9.2	1,0
	PCM-14b.9.3	10,1
	PCM-14b.9.4	16,8
	PCM-14b.9.5	9,9
	PCM-14b.9.6	26,0
	PCM-14b.9.7	8,1
	PCM-14b.9.8	3,3
	PCM-14b.9.9	1,6

As frações **PCM-14b.10** (138,1 mg) e PCM-14b.11 (496,6 mg) foram reunidas e submetidas a fracionamento em coluna de Sephadex LH-20 (Esquema 6, pág. 57), empregando sistema isocrático com metanol 100%, originando 16 frações (Tabela 8) com volumes variados. A fração PCM-14b.10.9 (154,0 mg) foi fracionada em uma coluna de sílica *flash* (230-400 *mesh*), eluída em gradientes crescentes de polaridade (diclorometano, acetato de etila e metanol), gerando 19 frações (Tabela 8) com volumes variados. A fração **PCM-14b.10.9.4** (31,0 mg) forneceu as substâncias **10b** e **10d**.

Tabela 8. Massas das frações geradas durante os fracionamentos cromatográficos das frações **PCM-14b.10** e **PCM-14b.10.9**.

	Código	Massa (mg)
PCM-14b.10	PCM-14b.10.1	7,1
	PCM-14b.10.2	23,4
	PCM-14b.10.3	14,6
	PCM-14b.10.4	23,8
	PCM-14b.10.5	21,2
	PCM-14b.10.6	14,2
	PCM-14b.10.7	22,6
	PCM-14b.10.8	163,3
	PCM-14b.10.9	154,0
	PCM-14b.10.10	44,0
	PCM-14b.10.11	39,9
	PCM-14b.10.12	26,2
	PCM-14b.10.13	13,9
	PCM-14b.10.14	14,2

	PCM-14b.10.15	10,4
	PCM-14b.10.16	20,7
PCM-14b.10.9	PCM-14b.10.9.1	1,9
	PCM-14b.10.9.2	1,7
	PCM-14b.10.9.3	2,1
	PCM-14b.10.9.4	31,0
	PCM-14b.10.9.5	18,1
	PCM-14b.10.9.6	7,4
	PCM-14b.10.9.7	6,0
	PCM-14b.10.9.8	2,0
	PCM-14b.10.9.9	1,0
	PCM-14b.10.9.10	0,7
	PCM-14b.10.9.11	6,2
	PCM-14b.10.9.12	6,3
	PCM-14b.10.9.13	1,1
	PCM-14b.10.9.14	0,8
	PCM-14b.10.9.15	16,5
	PCM-14b.10.9.16	2,9
	PCM-14b.10.9.17	18,6
	PCM-14b.10.9.18	7,8
	PCM-14b.10.9.19	10,2

A fração **PCM-14b.12** (1.297,4 mg) foi fracionada em coluna de Sephadex LH-20 (Esquema 6, pág. 57), empregando sistema isocrático com metanol 100%, originando 18 frações (Tabela 9) com volumes variados. A fração PCM-14b.12.7 (203,0 mg) foi fracionada em uma coluna de sílica *flash* (230-400 *mesh*), eluídas em gradientes crescentes de polaridade (diclorometano, acetato de etila e metanol), gerando 20 frações (Tabela 9) com volumes variados. A fração **PCM-14b.12.7.8** (14,2 mg) forneceu as substâncias **10a** e **10c**.

Tabela 9. Massas das frações geradas durante os fracionamentos cromatográficos das frações **PCM-14b.12** e **PCM-14b.12.7**.

	Código	Massa (mg)
PCM-14b.12	PCM-14b.12.1	7,6
	PCM-14b.12.2	5,2
	PCM-14b.12.3	17,1
	PCM-14b.12.4	14,5
	PCM-14b.12.5	15,1
	PCM-14b.12.6	172,5
	PCM-14b.12.7	203,0
	PCM-14b.12.8	69,4

	PCM-14b.12.9	58,7
	PCM-14b.12.10	40,5
	PCM-14b.12.11	118,8
	PCM-14b.12.12	17,1
	PCM-14b.12.13	141,8
	PCM-14b.12.14	82,5
	PCM-14b.12.15	16,5
	PCM-14b.12.16	45,4
	PCM-14b.12.17	65,4
	PCM-14b.12.18	72,0
PCM-14b.12.7	PCM-14b.12.7.1	2,7
	PCM-14b.12.7.2	0,5
	PCM-14b.12.7.3	1,0
	PCM-14b.12.7.4	6,1
	PCM-14b.12.7.5	7,6
	PCM-14b.12.7.6	1,1
	PCM-14b.12.7.7	0,5
	PCM-14b.12.7.8	14,2
	PCM-14b.12.7.9	30,1
	PCM-14b.12.7.10	11,6
	PCM-14b.12.7.11	5,0
	PCM-14b.12.7.12	4,6
	PCM-14b.12.7.13	5,8
	PCM-14b.12.7.14	7,0
	PCM-14b.12.7.15	15,5
	PCM-14b.12.7.16	25,4
	PCM-14b.12.7.17	15,4
	PCM-14b.12.7.18	22,0
	PCM-14b.12.7.19	7,2
	PCM-14b.12.7.20	13,2

A fração **PCM-14b.13** (1.305,3 mg) foi fracionada em coluna de Sephadex LH-20 (Esquema 6, pág. 57), empregando sistema isocrático com metanol 100%, originando 20 frações (Tabela 10) com volumes variados. As frações PCM-14b.13.7 (125,1 mg) e PCM-14b.13.8 (105,3 mg) foram reunidas e submetidas a fracionamento em uma coluna de sílica *flash* (230-400 *mesh*), eluída em gradientes crescentes de polaridade (diclorometano, acetato de etila e metanol), gerando 15 frações (Tabela 10) com volumes variados. A **fração PCM-14b.13.7.6** (6,6 mg) forneceu a substância **15**.

Tabela 10. Massas das frações geradas durante os fracionamentos cromatográficos das frações **PCM-14b.13** e **PCM-14b.13.7**.

	Código	Massa (mg)
PCM-14b.13	PCM-14b.13.1	3,6
	PCM-14b.13.2	41,3
	PCM-14b.13.3	10,1
	PCM-14b.13.4	8,0
	PCM-14b.13.5	13,1
	PCM-14b.13.6	34,1
	PCM-14b.13.7	125,1
	PCM-14b.13.8	105,3
	PCM-14b.13.9	25,9
	PCM-14b.13.10	48,3
	PCM-14b.13.11	55,6
	PCM-14b.13.12	133,0
	PCM-14b.13.13	58,9
	PCM-14b.13.14	89,1
	PCM-14b.13.15	45,2
	PCM-14b.13.16	137,0
	PCM-14b.13.17	42,0
	PCM-14b.13.18	39,7
	PCM-14b.13.19	67,1
	PCM-14b.13.20	175,6
PCM-14b.13.7	PCM-14b.13.7.1	1,5
	PCM-14b. 13.7.2	3,9
	PCM-14b. 13.7.3	3,4
	PCM-14b. 13.7.4	3,0
	PCM-14b. 13.7.5	16,1
	PCM-14b. 13.7.6	6,6
	PCM-14b. 13.7.7	26,3
	PCM-14b. 13.7.8	21,7
	PCM-14b. 13.7.9	45,6
	PCM-14b. 13.7.10	42,4
	PCM-14b. 13.7.11	19,5
	PCM-14b. 13.7.12	26,2

4.13 Ensaios antimicrobianos

4.13.1 Ensaio antifúngico contra *Candida* spp. e *Cryptococcus* spp.

Os ensaios foram realizados em parceria com o Laboratório de Micologia Médica do INPA, em Manaus/AM. As cepas fúngicas utilizadas nos ensaios

(Tabela 11) foram provenientes de criação pertencente à Coleção de Microrganismos de Interesse Médico do INPA.

Tabela 11. Espécies de fungos utilizadas nos ensaios antifúngicos no INPA.

Espécies	Cepas
Candida albicans	ATCC 60193
Candida glabrata	ATCC 2001
Candida krusei	34135
Candida parapsilosis	22019
Candida tropicalis	13803
Cryptococcus neoformans	H99
Cryptococcus neoformans	VNI
Cryptococcus gatti	VGII

4.13.1.1 Preparação dos inóculos fúngicos

A preparação dos inóculos fúngicos seguiu as recomendações do protocolo M27-A3 da *Clinical and Laboratory Standards Institute* (CLSI, 2017). As leveduras foram ressuspendidas em 5 mL de solução salina esterilizada a 0,85% e agitadas em vórtex por 15 segundos. E 10 µL dessa solução foram utilizados para a contagem das células, usando uma câmara de Neubauer e leitura microscópica (3 campos foram considerados nas contagens). Em seguida, foram realizadas diluições da levedura com meio líquido *Roswell Park Memorial Institute* (RPMI 1640), para obter uma concentração final de 2,5 x 10^3 células/mL.

4.13.1.2 Determinação da Concentração Inibitória Mínima (CIM)

A amostra contendo a mistura **10a-d** (proporções 1,0:0,68:0,48:0,33) foi enviada para avaliação da atividade antimicrobiana *in vitro*, visto que se tratavam de peltoginoides com propriedades antimicrobianas desconhecidas. O ensaio foi realizado utilizando o método de microdiluição em microplaca de 96 poços, metodologia segundo o "*National Committee for Clinical Laboratory Standards*" (NCCLS, 2003), como ilustrado na Figura 21.

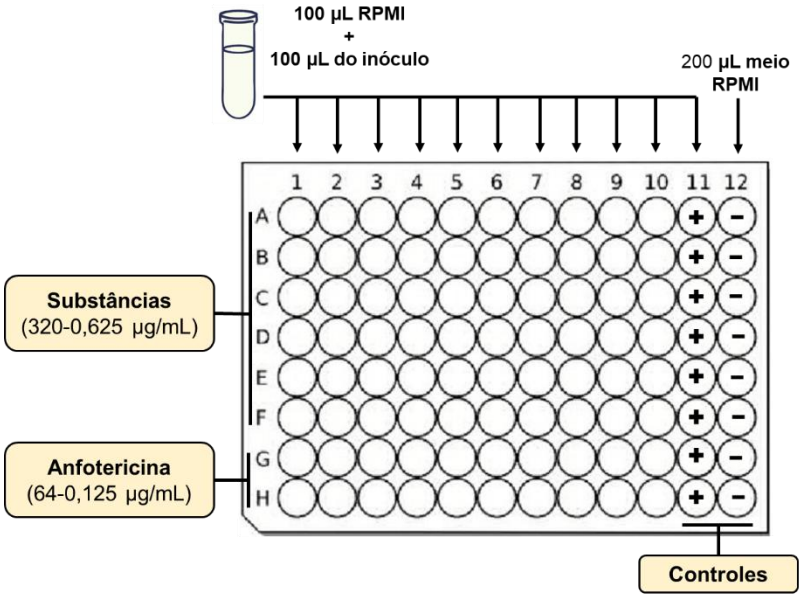


Figura 21. Técnica de microdiluição em caldo.

A mistura **10a-d** (proporções 1,0:0,68:0,48:0,33) foi dissolvida em 1% de dimetilsulfóxido (DMSO) a 1,28 mg/mL (solução estoque). Desta, 100 µL foram diluídos em séries em caldo RPMI 1640 antes da inoculação e, posteriormente, foram adicionados na microplaca de 96 poços, resultando em concentrações finais que variam de 320 a 0,625 µg/mL e de 64 a 0,125 µg/mL para a droga controle (Anfotericina B). Posteriormente, 100 µL de inóculo contendo 2,5 x 10^3 células/mL do microrganismo testado foram adicionadas às colunas de 1 a 10 da microplaca. Na coluna 11 (100 µL do inóculo + 100 µL do meio RPMI) e 12 (200 µL do meio RPMI) foram usados como controle positivo e negativo, respectivamente. As placas foram tampadas e incubadas a 35 °C por 24 horas (*Candida* spp.) e 48 horas (*Cryptococcus* spp.). Os ensaios foram realizados em duplicatas e os valores do CIM foram definidos através de leitura macroscópica da placa, considerando o score de 100% de inibição, em que foi analisada a menor concentração da mistura **10a-d** que foi capaz de inibir o crescimento fúngico.

4.13.2 Ensaio antifúngico contra *Sporothrix* spp.

Os ensaios foram realizados em parceria com Laboratório de Bacteriologia/ Micologia da Fundação Ezequiel Dias (Funed) em Belo Horizonte/MG. As cepas fúngicas de interesse médico e veterinário utilizadas são provenientes da micoteca pertencente à coleção da Funed e estão dispostas na Tabela 12.

Tabela 12. Espécies de fungos utilizadas nos ensaios antifúngicos na Funed.

Espécies	Cepas
Sporothrix schenckii	ATCC 32286
Sporothrix brasiliensis	(isolado clínico)

4.13.2.1 Preparação da fase de levedura

As leveduras isoladas foram cultivadas em placas de ágar *Brain Heart Infusion* (BHI) (*Merck*) a 37°C por 7 dias, seguidos por duas subculturas sucessivas nas mesmas condições de Sanchonete e colaboradores (2017). A morfologia leveduriforme foi confirmada por microscopia óptica.

4.13.2.2 Preparação dos inóculos fúngicos

A preparação das leveduras seguiu as recomendações do protocolo M27-A3 da *Clinical and Laboratory Standards Institute* (CLSI, 2002). Os inóculos fúngicos em solução salina foram ajustados em espectrofotômetro, a 530 nm, para uma concentração de 1–5 × 10^6 células/mL, e então diluídos em RPMI-1640 (*Gibco*) tamponado com ácido 3-(*N*-morfolino)-propanossulfônico (MOPS, *Qhemis*), na concentração de 0,5 - 2,5 × 10^3 células/mL.

4.13.2.3 Determinação da Concentração Inibitória Mínima (CIM)

A avaliação da atividade antimicrobiana *in vitro* foi realizada com o extrato **PCM**, as misturas **10a-d** (proporções 1,0:0,68:0,48:0,33)**, 10a**/**10c** (proporção 1,0: 0,7), **10b/10d** (proporção 1,0:0,3), **11/14** (proporção 1,0: 0,5) e **12a/12b** (proporção 1,0:0,5), além das substâncias **10a**, **10c**, **11** e **13**. As substâncias foram selecionadas para os ensaios visto que se tratavam de fenólicos, como peltoginoides, flavanon-3-óis e uma mistura com uma chalcona, muitas com propriedades antimicrobianas desconhecidas. O ensaio foi realizado utilizando o método de microdiluição em microplaca de 96 poços, metodologia segundo "*National Committee for Clinical Laboratory Standards*" (NCCLS, 2003). Para a determinação do CIM, as amostras foram solubilizadas em DMSO a 5 mg/mL e diluídas em RPMI-1640 tamponada com MOPS, com um protocolo de diluição

seriada de 250 a 3,90 µg/mL, feitos em triplicata, contendo os seguintes controles: itraconazol (sigma) a 2,0 µg/mL e DMSO 1,0% (*Êxodo Cientifica*).

A avaliação do crescimento microbiano foi realizada adicionando o inóculo a poços contendo apenas RPMI-1640 tamponado com MOPS. A esterilidade do meio de cultura foi confirmada pela incubação na placa de ensaio. As microplacas foram incubadas a 37 °C por 5 dias. Os ensaios foram realizados em triplicata. A CIM foi definida como a menor concentração da amostra capaz de inibir completamente o crescimento fúngico (100% ou um poço opticamente claro), expressa em µg/mL.

4.13.2.4 Determinação de Concentração Fungicida Mínima (CFM)

Após a determinação da CIM das amostras testadas, 10 µL do poço correspondente à CIM, do último poço positivo (crescimento semelhante ao do poço de controle de crescimento) e do controle de crescimento foram subcultivados em placas de ágar BHI. As placas foram incubadas a 25 °C por 5 dias. A concentração fungicida mínima (CFM) foi definida como a menor concentração que não apresentou crescimento ou menos de três colônias, correspondendo a 99 a 99,5% de atividade de eliminação, e então o extrato foi considerado fungicida (ESPINEL-INGROFF *et al*., 2002).

4.13.3 Ensaio antibacteriano contra *Xanthomonas citri* subs. *citri*

Os experimentos foram realizados no Laboratório de Produtos Naturais, na área de bioensaios do Departamento de Química, na Universidade Federal de São Carlos (UFSCar). A cepa bacteriana utilizada nos ensaios foi o isolado 12 da bactéria *Xanthomonas citri* ssp. *citri* de origem Paranavaí-Paraná (1997), sensível a solução de sulfato de cobre ($CuSO_4$).

4.13.3.1 Determinação da Concentração Inibitória Mínima (CIM)

A avaliação da atividade antimicrobiana *in vitro* foi realizada com a mistura **10a-d** (proporções 1,0:0,68:0,48:0,33). O ensaio foi realizado utilizando o método de microdiluição em microplaca de 96 poços, metodologia segundo "*National Committee for Clinical Laboratory Standards*" (NCCLS, 2003). Com um

protocolo de diluição seriada de 400 à 3,12 µg/mL, feitos em triplicata, contendo os seguintes controles: positivo (solução de sulfato de cobre, $CuSO_4$), solvente (DMSO), assepsia da solução mãe e viabilidade do inóculo e do caldo.

Inicialmente preparou-se uma Solução-Mãe (SM) com 2 mg da mistura **10a-d** a ser testada em 125 µL de DMSO e 500 µL do caldo de crescimento, obtendo uma SM com concentração de 3.200 µg/mL. Posteriormente, em uma placa Eliza® com 96 orifícios, foram colocados os seguintes volumes de meio de cultura líquido:

- 100 µL em oito poços para cada SM a ser testada, controles (positivo, DMSO) e viabilidade do inóculo (2 poços);
- 180 µL para o controle da assepsia da solução mãe (2 poços);
- 200 µL para o controle do meio de cultura (2 poços)

Após preenchimento da placa com o caldo, o volume de 100 µL da SM foi adicionado no primeiro poço, onde as amostras seriam testadas, com posterior diluição seriada partindo do poço 1 ao 8. O mesmo procedimento de diluição seriada foi feito para o controle positivo e negativo. Nos poços com caldo nutriente para o controle de assepsia da solução mãe, pipetou-se 20 µL dela para confirmar se não havia o crescimento de outros microrganismos.

O preparo do inóculo ocorreu a partir da suspensão de células de crescimento de 72 horas em solução salina 0,9%, com padronização por meio do Densimat® no comprimento de onda de 550 nm e a densidade óptica correspondente a 0,5 da escala McFarland é 1,2, que equivale a 10^8 UFC/mL. Em seguida foram realizadas diluições com o caldo nutriente para obter a concentração final de 5 x 10^5 UFC. Um volume de 100 µL deste inoculo foi adicionado em cada poço contendo a SM e no controle do teste de atividade do inoculo.

Depois de realizada a metodologia do CIM, as placas de 96 poços foram acondicionadas em câmara incubadora BOD à temperatura de 28 ºC, onde permaneceram por 72 horas.

Após o período de incubação, a análise do CIM foi realizada por adição de 30 µL em cada poço da solução aquosa de resazurina (*Sigma*) 0,02% (m/v)

(SARKER, *et al.,* 2007), como revelador do crescimento microbiano. A resazurina, na presença de células bacterianas viáveis, sofre uma reação de redução, transformando-se em resofurina e mudando sua coloração de azul para rosa intenso.

Depois da adição da resazurina, as placas foram levadas à BOD novamente por 5 horas, após esse período, realizou-se a leitura da CIM dos compostos frente à bactéria *Xanthomonas citri* ssp. *citri*. Os poços que apresentaram coloração rosa foram os que tiveram crescimento bacteriano e os que permaneceram em azul indicam que houve inibição. As aplicações na placa de 96 orifícios foram realizadas conforme a esquematização do ensaio bactericida na Figura 22.

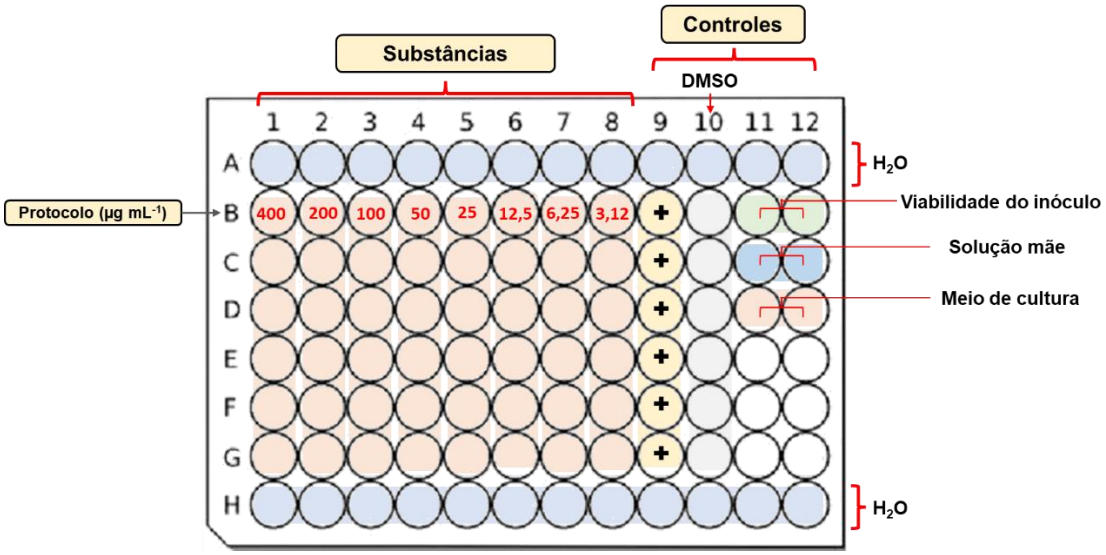


Figura 22. Esquematização do ensaio para determinação da CIM.

Depois de realizada a metodologia do CIM, as placas Elisa® foram acondicionadas em câmara incubadora BOD (*Biochemical Oxygen Demand*) a temperatura de 28 ºC onde permaneceram por 72 horas.

4.13.3.2 Determinação da Concentração Bactericida Mínima (CBM)

Os ensaios de (CBM) foram realizados em triplicata com o mesmo isolado de *Xanthomonas citri* ssp. *citri* utilizado nos testes de CIM. As mesmas concentrações testadas para a mistura **10a-d**, o controle positivo à base de cobre (Cu) e DMSO foram avaliadas. A determinação da CBM foi conduzida a partir

dos resultados da CIM, utilizando alíquotas dos poços correspondentes às concentrações inibitórias.

Antes de adicionar resazurina na placa Elisa® para determinar a CIM, retirou-se uma alíquota dos poços 1-5 (400 a 25 µg/mL), semeando-as em placa de Petri com meio de crescimento microbiano Agar Nutriente e marcadas com a concentração correspondente a cada poço (Figura 23).

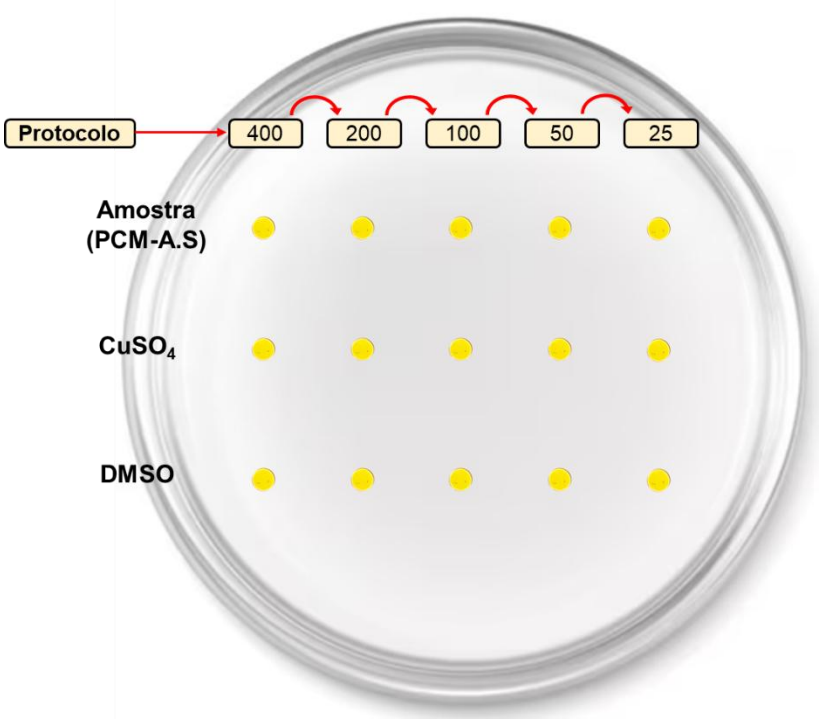


Figura 23. Esquematização do ensaio bactericida para a determinação da CBM.

As placas de petri foram levadas à incubadora BOD em temperatura de 28 °C e, após um período de 72 horas avaliaram-se os resultados, identificando em quais concentrações houve crescimento bacteriano.

5. RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.1 Perfil dos ácidos graxos presentes nos extratos apolares de *A. decandra* (ADH) e *P. catingae* (PCH) obtidos por CG-EM

Os extratos hexânicos dos resíduos madeireiros de *Allantoma decandra* (ADH) e *Peltogyne catingae* (PCH) apresentaram aspecto ceroso e com rendimentos de 0,14% (0,420 g) e 0,02% (0,080 g), respectivamente. O perfil dos ácidos graxos presentes nos extratos foi analisado por cromatografia gasosa acoplada a espectrometria de massas (CG-EM), após reações de transesterificação, para a conversão em ésteres metílicos presentes nos extratos. Os cromatogramas de TIC (*Total Ion Cromatogram*) (Figuras 24 e 25) apresentam graficamente a razão entre a abundância de íons pelo tempo de retenção (TR).

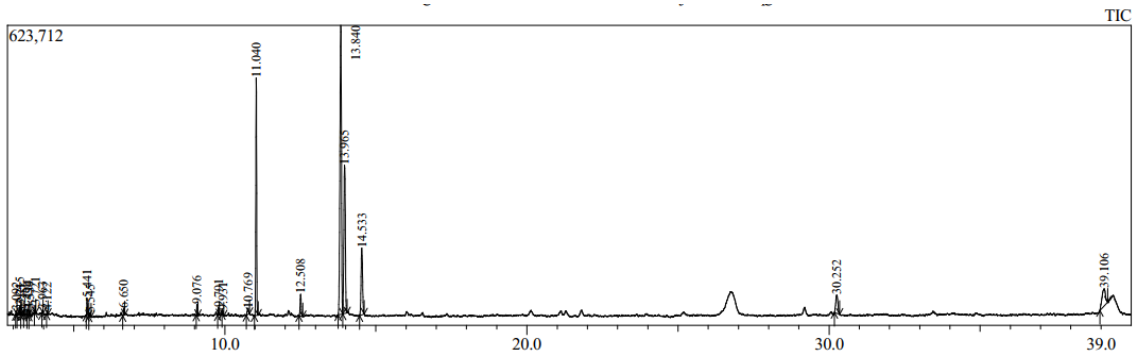


Figura 24. Cromatograma TIC obtidos por CG-EM de ADH.

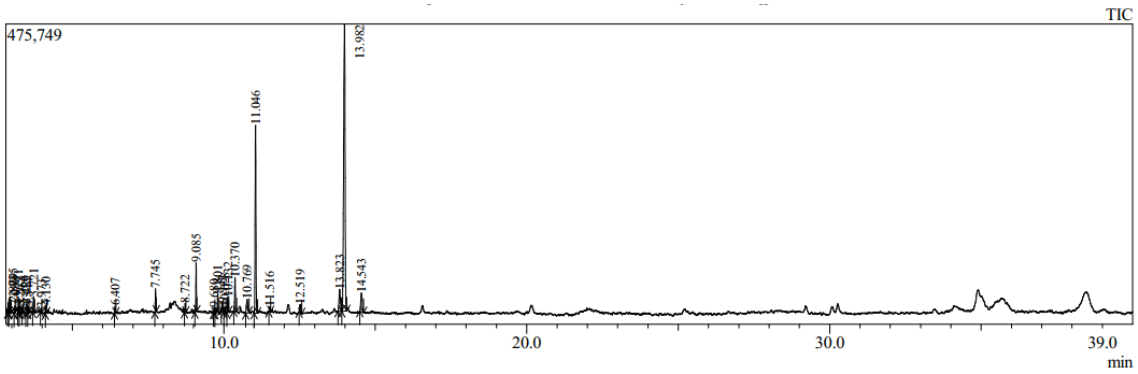


Figura 25. Cromatograma TIC obtidos por CG-EM de PCH.

Na Tabela 13, consta a identificação de 7 ésteres metílicos de ácidos graxos no extrato hexânico de *A. decandra*. Os ácidos graxos correspondentes predominantes foram o ácido palmítico (18,00%), linoleico (37,91%) e 6-

octadecenoico (18,70%). No extrato hexânico de *P. catingae* (Tabela 14) foi observada a presença de nove ésteres metílicos de ácidos graxos, com maior abundância de ácido palmítico (19,44%) e oleico (48,79%).

Tabela 13. Ésteres metílicos de ácidos graxos identificados por CG-EM no extrato hexânico de *A. decandra* (ADH).

TR (min)	Ácidos graxos correspondentes	NSP	IS (%)	Area (%)
11,04	Ác. hexadecanóico (ác. palmítico)	C16:0	95	18,00
13,84	Ác. 9,12-octadecadienoico (ác. linoleico)	C18:2 (Δ9,12)	94	37,91
13,96	Ác. 6-octadecenoico	C18:1 (Δ6)	88	18,70
14,53	Ác. octadecanoico (ác. esteárico)	C18:0	95	8,51
30,25	Ác. docosanoico (ác. behênico)	C22:0	92	3,49
39,11	Ác. 15-tetracosenoico	C24:1 (Δ15)	90	5,27

NSP – Notação Simplificada Padrão; IS – Índice de Similaridade (%)

Tabela 14. Ésteres metílicos de ácidos graxos identificados por CG-EM no extrato hexânico de *P. catingae* (PCH).

TR (min)	Ácidos graxos correspondentes	NSP	IS (%)	Area (%)
7,74	Ác. dodecanoico (ác. láurico)	C12:0	96	1,26
9,08	Ác. tetradecanoico (ác. mirístico)	C14:0	96	3,51
9,80	Ác. 5-octadecenoico	C18:1 Δ5	90	2,36
10,77	Ác. 6-octadecenoico	C18:1 Δ6	89	2,14
11,05	Ác. hexadecanoico (ác. palmítico)	C16:0	95	19,44
13,82	Ác. 9,12-octadecadienoico (ác. linoleico)	C18:2 Δ9,12	95	3,44
13,98	Ác. 9-octadecenoico (ác. oleico)	C18:1 Δ9	96	48,79
14,54	Ác. octadecanoico (ác. esteárico)	C18:0	95	3,02

NSP – Notação Simplificada Padrão; IS – Índice de Similaridade (%)

Nos espectros de massas dos EMAGs dos extratos das duas espécies foram observados íons fragmentos alquilas típicos desses ésteres de ácidos característicos com *m/z* 74, 87, 143, 157 e 199. Os íons fragmentos *m/z* 74 ($H_3COCOCH_2^+$) é típico do rearranjo de McLafferty, mecanismo que envolve a clivagem na ligação β em relação ao grupo C=O (SILVERSTEIN *et al*., 2005). Na Figura 26, constam os espectros dos ésteres de ácidos graxos saturados

detectados entre ambas as espécies de *A. decandra* e *P. catingae*. Além disso, foram identificados íons fragmentos característicos de ésteres de ácidos graxos insaturados, como os íons de *m/z* 69, 67, 55 e 41, os quais resultam de clivagens alílicas (SILVERSTEIN *et al*., 2005). Na Figura 27, consta os espectros dos ésteres de ácidos graxos insaturados similares para as espécies de *A. decandra* e *P. catingae*. Os demais espectros dos outros ésteres encontram-se em Anexos (Fig. A1 a A9, pág. 178-179).

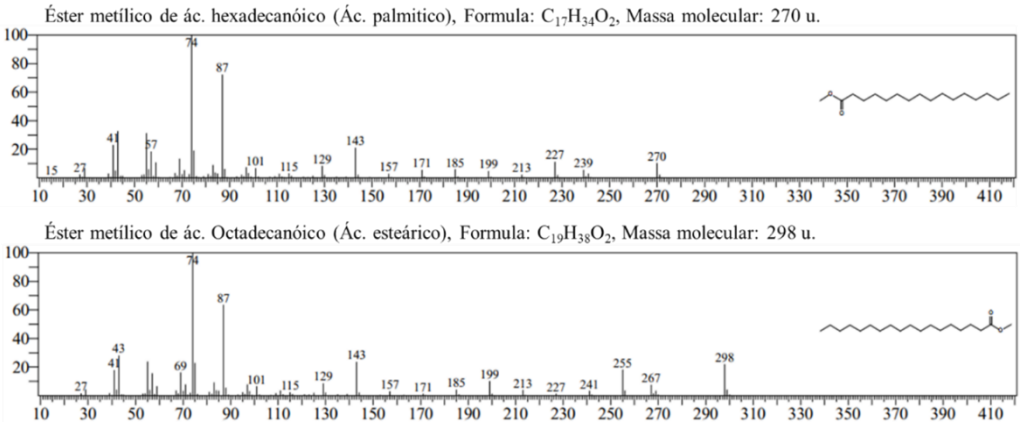


Figura 26. Espectros de massas dos ácidos graxos saturados.

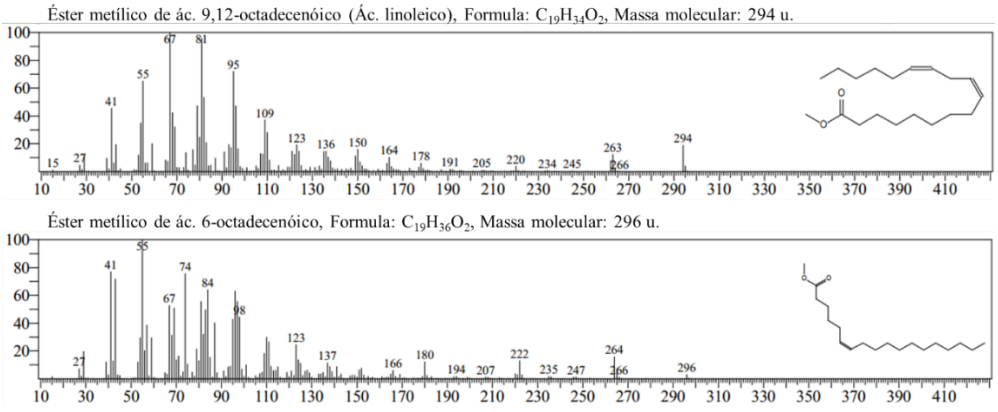


Figura 27. Espectros de massas dos ácidos graxos insaturados.

A análise revelou a composição de ácidos graxos saturados e insaturados, justificando o aspecto de cera das amostras, bem como o bom resultado da transesterificação na obtenção dos ésteres metílicos. A predominância de ácidos graxos nos extratos hexânicos estão relacionados a natureza da amostra, pois conferem hidrofobicidade às fibras, reduzem a absorção de água, aumentam a resistência a microrganismos, além de participarem da síntese de resinas e

outros compostos bioativos que reforçam a proteção estrutural da planta (BACH & FAURE, 2010; Kumar *et al*., 2022).

5.2 Perfil metabólico das fases DCM e AcOEt particionadas dos extratos polares de *A. decandra* (ADM) e *P. catingae* (PCM) por CLAE-EMAR

Os extratos metanólicos apresentaram os seguintes rendimentos: 0,70% (2,30 g) e 4,26% (12,80 g) para os resíduos madeireiros de *A. decandra* (ADM) e *P. catinga* (PCM), respectivamente. O extrato PCM apresentou o maior rendimento, sendo fortemente pigmentado em tom vermelho escuro, logo, o alto rendimento pode estar diretamente relacionado aos taninos e pigmentos presentes na amostra.

Primeiramente, os extratos foram particionados em pequena escala com os solventes (hexano, diclorometano e metanol) em ordem crescente de polaridade, conforme descrito no Procedimento 4.8, Esquema 2, pág. 51 para ADH e Esquema 4, pág. 54 para PCM. Os rendimentos das extrações são apresentados na Tabela 15.

Tabela 15. Rendimentos das extrações obtidas por partição líquido-líquido.

Extratos	Massa utilizada (mg)	Extrações		Rendimento (%)
		Código	Massa (mg)	
ADM	150	ADM-H	33,1	22,1
		ADM-D	18,2	12,1
		ADM-A	28,7	19,1
		Fase Aq.	70,0	46,7
PCM	150	PCM-H	2,2	1,5
		PCM-D	45,4	30,3
		PCM-A	81,0	54,0
		Fase Aq.	21,4	14,2

Por meio da partição líquido-líquido e avaliação do perfil em placa de CCD com diferentes reveladores, foi possível observar algumas tendências. O extrato ADM, conforme as extrações, apresentou baixos rendimentos nas fases orgânicas obtidas em hexano (ADM-H), diclorometano (ADM-D) e retenção na fase aquosa, enquanto o extrato PCM apresentou bons rendimentos nas fases

obtidas em diclorometano (PCM-D) e acetato de etila (PCM-A). Ambas as fases obtidas em diclorometano e acetato de etila apresentaram perfil em CDD indicando a presença de fenólicos com absorções no UV 254 e 366 nm. As amostras ADM-D, ADM-A e PCM-D, PCM-A foram concentradas em Fase Sólida C18 antes de serem analisadas por CLAE-EMAR e RMN.

As análises em CLAE-EMAR foram representadas por cromatogramas de BPC (*Base Peak Chromatogram*) que apresentam graficamente a razão entre a abundância de íons base pelo tempo de retenção (TR). A avaliação dos perfis metabólicos seguiu o modo não seletivo, visando observar simultaneamente o maior número de picos cromatográficos e metabólitos ionizados de acordo com a faixa de varredura de *m/z* 50-1000 e seus respectivos perfis de fragmentação MS^2. Os TRs dos principais picos cromatográficos e seus respectivos íons moleculares e fragmentos MS^2 são descritos nas Tabelas 16 e 17 para ambas as espécies. E os espectros MS^2 encontram-se em Anexos nas Figuras A10 a A20, pág. 180-182 para ADM-D.S e ADM-A.S e Figuras A21 a A35, pág. 183-186 para PCM-D.S e PCM-A.S.

Os perfis cromatográficos de ADM-D.S e ADM-A.S foram sobrepostos e são apresentados na Figura 28 e os dados cromatográficos e espectrométricos descritos na Tabela 16.

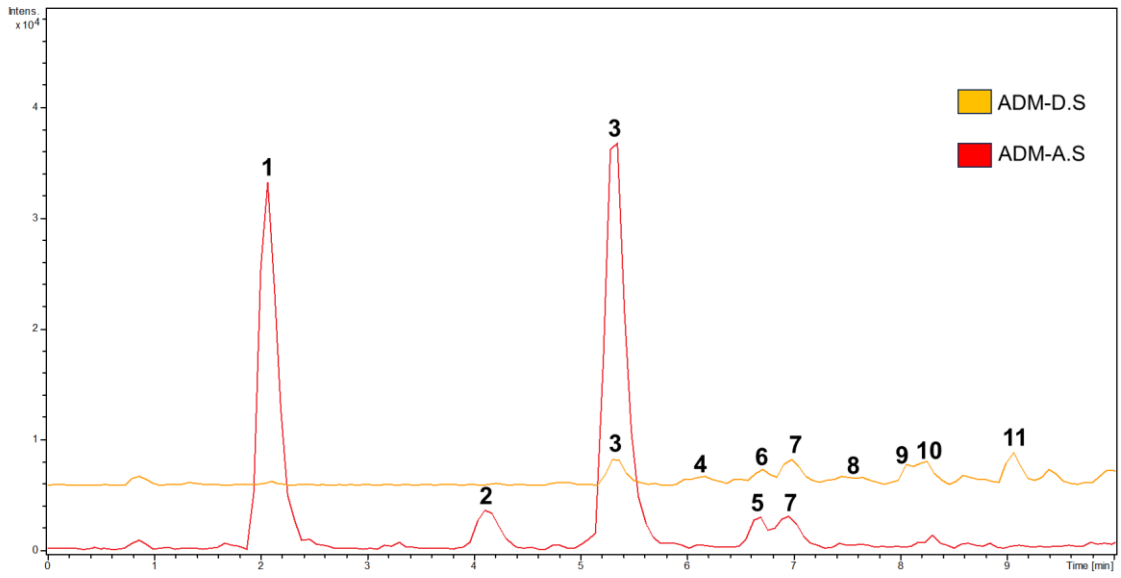


Figura 28. Cromatograma BPC das extrações ADM-D.S e ADM-A.S.

Tabela 16. Dados cromatográficos e espectrométricos de ADM-D.S e ADM-A.S.

Picos	TR (min)	FM	*m/z* [M-H]$^-$	MS^2	ADM-D.S	ADM-A.S
1	2,1	$C_7H_5O_5$	169,0123	125,0241; 97,0299	-	X
2	4,1	$C_7H_8O_4$	153,0192	109,0293	-	X
3	5,3	$C_8H_7O_5$	183,0302	168,0045	X	X
4	6,1	$C_{10}H_{11}O_4$	195,0662	180,0401; 150,0324	X	-
5	6,6	$C_{15}H_{19}O_6$	295,1171	251.1236; 189,1350, 113,0592	-	X
6	6,7	$C_{13}H_{17}O_6$	269,1034	195,0670; 134,0365	X	X
7	7,1	$C_9H_7O_3$	163,0401	119,0496	X	X
8	7,5	$C_{21}H_{25}O_8$	405,1554	359,1496	X	-
9	8,1	$C_{10}H_{11}O_5$	211,0607	196,0394; 166,9997	X	-
10	8,2	$C_{21}H_{27}O_8$	407,1725	361,1682, 341,1820, 329,1405	X	-
11	9,0	$C_{16}H_{13}O_8$	333,0609	318,0388; 303,0165	X	-

Legenda: FM= Fórmula molecular sugerida; X = presente; - = ausente.

Os perfis cromatográficos obtidos por CLAE-EMAR (Figura 28) apresentaram variações qualitativas (quantidade de sinais) e quantitativas (área dos picos) significativas em função das extrações por partição líquido-líquido em diclorometano (ADM-D.S) e acetato de etila (ADM-A.S). Essa distinção quantitativa entre os tipos de solventes pode ser atribuída à capacidade de interação molecular, polaridade e solubilidade de determinados metabólitos aos solventes extratores.

A extração ADM-D.S apresentou um perfil cromatográfico amplo, com uma maior quantidade de picos cromatográficos ionizáveis entre 5,3 a 9,1 min, entretanto com baixas intensidades relativas. Por outro lado, a extração ADM-A.S revelou um perfil seletivo com poucos picos cromatográficos ionizáveis (2,1 e 5,3 min) com altas intensidades relativas. Apesar da distinção entre os perfis de ADM-D.S e ADM-A.S, o pico em 5,3 min foi comum entre as fases e apresentou o mesmo perfil espectrométrico, conforme observado na Figura 28 e Tabela 16.

Foram detectados íons moleculares com perfis de fragmentação característicos de derivados de ácido benzoico que possuem um grupo carboxila como principal função da estrutura e apresentam padrões análogos de

fragmentação, como a descarboxilação, resultando em perdas de CO_2 (-44 u) (KANG *et al*., 2016). As principais absorções observadas pela varredura UV (190 – 400 nm) para os picos cromatográficos foram entre 250 e 280 nm.

Na fase ADM-A.S foram detectados dois picos cromatográficos majoritários, com tempos de retenção de 2,1 e 5,3 min, cujos íons moleculares foram observados em *m/z* 169,0123 ($C_7H_5O_5$) e 183,0302 ($C_8H_7O_5$), respectivamente. As fórmulas moleculares obtidas a partir do processamento dos dados sugerem que esses compostos sejam derivados de ácidos benzoicos. A análise dos espectros de fragmentação em MS^2 revelou comportamentos distintos, destacando-se a perda de 44 u, atribuída à descarboxilação ($–CO_2$), para o íon *m/z* 169,0123, e a perda de 15 u, correspondente à eliminação de um grupo metila ($–CH_3$), para o íon *m/z* 183,0302.

Os perfis cromatográficos de PCM-D.S e PCM-A.S foram sobrepostos e são apresentados na Figura 29 e os dados cromatográficos e espectrométricos descritos na Tabela 17.

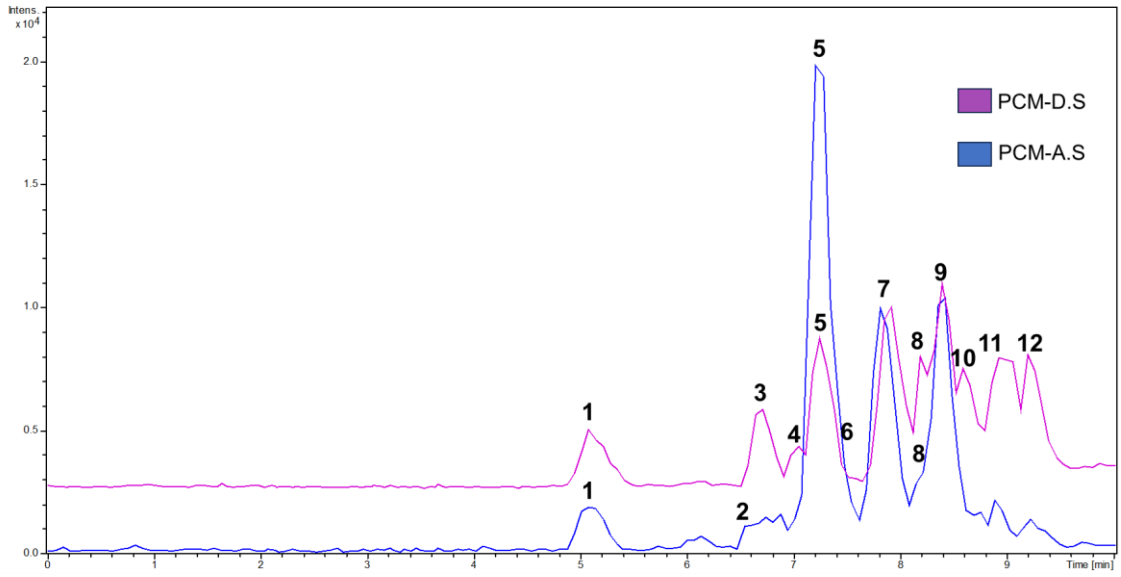


Figura 29. Cromatograma BPC das extrações PCM-D.S e PCM-A.S.

Tabela 17. Dados cromatográficos e espectrométricos de PCM-D.S e PCM-A.S.

Picos	TR (min)	FM	*m/z* $[M-H]^-$	MS^2	PCM-D.S	PCM-A.S
1	5,1	$C_8H_5O_4$	165,0191	139,0404; 121,0278; 93,0336	X	X
2	6,5	$C_{16}H_{11}O_7$	315,0493	163,0018; 153,0183; 135,0068	-	X

3	6,6	$C_7H_5O_3$	139,0243	109,0295, 91,0206	X	-
4	7,0	$C_{23}H_{29}O_{10}$	465,1779	419,1722	X	-
5	7,3	$C_{16}H_{13}O_6$	301,0711	283,0604, 163,0380, 137,0238	X	X
6	7,6	$C_{33}H_{27}O_{13}$	631,1438	585,1450, 421,0955	-	X
7	7,8	$C_{16}H_{13}O_6$	301,0705	283,0597, 163,0342, 137,0235	X	X
8	8,2	$C_{16}H_{11}O_6$	299,0561	281,0428; 153,0183; 109,0284	X	X
		$C_{39}H_{21}O_6$	585,1339	421,0921; 311,0549; 285,0374; 257,0431	X	X
9	8,3	$C_{17}H_{15}O_6$	315,0870	283,0604	X	X
10	8,6	$C_{15}H_9O_6$	285,0400	163,0034; 153,0177; 135,0110	X	-
11	8,9	$C_{16}H_{11}O_5$	283,0594	267,0665, 162,0308, 135,0418, 109,0281	X	-
		$C_{32}H_{27}O_{10}$	571,1598	285,0763	X	-
12	9,2	$C_{17}H_{15}O_6$	315,0873	283,0605, 265,0507, 239,0723	X	-
		$C_{15}H_{11}O_5$	271,0612	153,0179; 135,0405	X	-

Legenda: FM= Fórmula molecular sugerida; X = presente; - = ausente.

A extração PCM-D.S apresentou um perfil cromatográfico amplo com uma maior quantidade de picos cromatográficos ionizáveis entre 5,1 e 9,2 min, por outro lado, a extração PCM-A.S revelou um perfil restrito com poucos picos cromatográficos ionizáveis (5,1 e 9,0 min) com altas intensidades relativas. Os perfis cromatográficos de PCM-D.S e PCM-A.S apresentaram similaridades conforme os TR's em 5,1, 7,3, 7,8, 8,2, 8,3 min, os quais apresentaram o mesmo perfil espectrométrico, como observado na Figura 29 e na Tabela 17.

Foram detectados íons moleculares com perfis de fragmentação característicos de flavonoides com íons fragmentos característicos com perdas de H_2O (-18 u), CO (-28 u), CH_3OH (-32 u) (ABRANKÓ & SZILVÁSSY, 2015). Outros íons fragmentos relevantes para a inferência da origem química dos íons moleculares são aqueles derivados de reações retro-Diels-Alder (RDA), consideradas a principal via de fragmentação de flavonoides. Essas reações envolvem a clivagem do anel C, resultando em perdas características que variam de acordo com o grau de substituição dos anéis A e B. Nesse contexto, pode-se supor que os íons moleculares $[M-H]^-$ 315,0493 (6,5 min), 301,0711 (7,3 min), 301,0705 (7,8 min), 299,0561 (8,2 min), 285,0400 (8,6 min), 283,0594 (8,9 min)

e 271,0612 (9,2 min) podem ser associados a fragmentações do tipo RDA, gerando íons fragmentos compatíveis com aqueles descritos por Abrankó e Szilvássy (2015).

Outra constatação observada foi que dois íons moleculares similares com *m/z* 301,0711 (7,3 min) e 301,0705 (7,8 min) apresentaram tempos de retenção diferentes (7,3 e 7,8 min), embora exibissem perfis de fragmentação idênticos. Esse comportamento sugere que tais sinais correspondam a compostos isoméricos com absorções na faixa de 250 a 280 nm. Um padrão semelhante é descrito para catequina e epicatequina, diastereoisômeros que diferem na configuração do carbono C-3 e apresentam tempos de retenção distintos, apesar do perfil espectrométrico semelhante (TAO *et al*., 2016).

As extrações ADM-A.S e PCM-A.S foram analisadas pelas técnicas de RMN-^{1}H e ^{13}C (uni e bidimensionais) a fim de identificar os fenólicos presentes nas amostras.

5.3 Identificação das substâncias 1-9 presentes no extrato metanólico de *A. decandra* (ADM)

5.3.1 Substâncias 1 e 2 em ADM-A.S

A amostra ADM-A.S (5,7 mg) apresentou aspecto de sólido amorfo salmão. Em CDD, após a eluição e revelado com cloreto férrico apresentou característica de fenólico e ao visualizar a placa na luz UV 254 nm observou ausência de absorção, a amostra foi obtida conforme o Procedimento 4.8, Esquema 2, pág. 51.

Pela análise do espectro RMN de ^{1}H (Figura A36, pág. 187, Tabelas 18 e 19), foi possível observar dois sinais de hidrogênios aromáticos magneticamente equivalentes em δ_H 7,06 (*s*, 2H) e 7,04 (*s*, 2H) para as substâncias **1** e **2**, respectivamente. Esses sinais são atribuídos aos hidrogênios H-2 e H-6 do anel benzênico (Figura 30), os quais se encontram em ambientes químicos semelhantes, resultando em equivalência magnética e, consequentemente, na sobreposição dos sinais em um simpleto (BREITMAIER, 1993). Adicionalmente, foi observado um simpleto em δ_H 3,86 (*s*, 3H) típico de grupo metoxila.

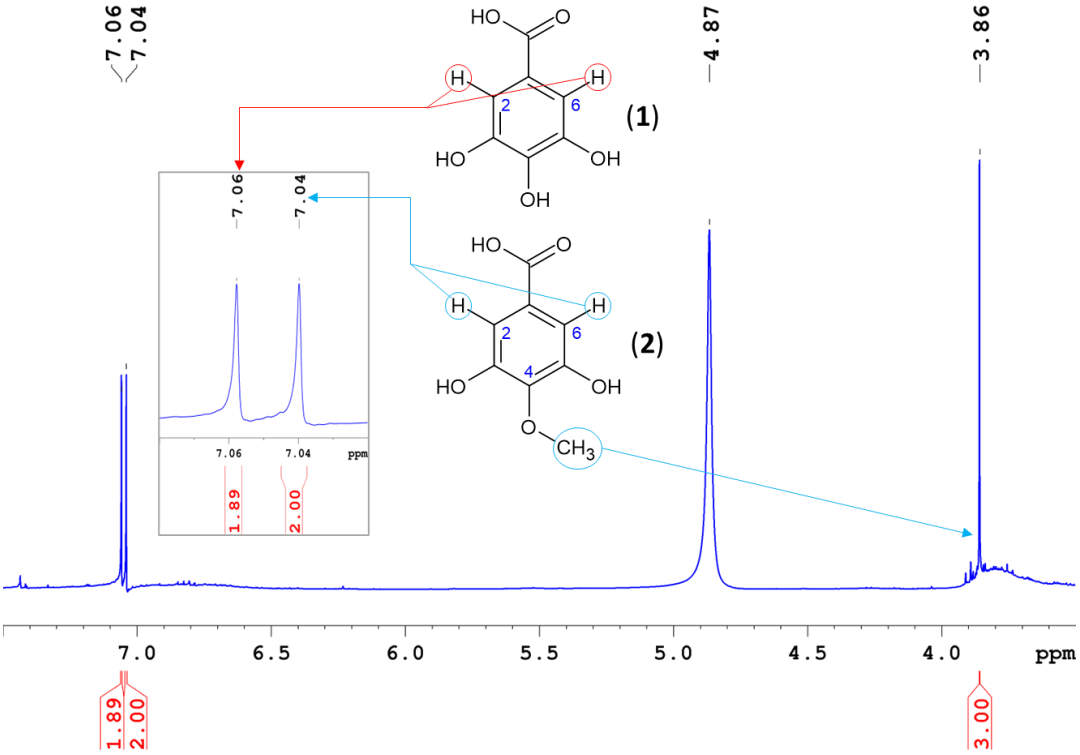


Figura 30. Ampliação da região entre δ_H 3,5-7,5 ppm do espectro de RMN de ^1H (400 MHz, CD_3OD) das substâncias **1** e **2**.

Tabela 18. Dados de RMN 1D e 2D da substância **1** (ácido gálico).

N°	RMN-^1H δ_H: multi$^{(1,2)}$	^{13}C	HMBC	RMN-^1H δ_H: multi$^{(1,3)}$	^{13}C
	Ácido gálico (**1**)			SANTANA *et al.*, (2012)	
1	-	122,12		-	120,9
2	7,05 *s*	110,51	C-1; C-2; C-3; C-4; C-5; C-6; C-7	6,92 *s*	109,5
3	-	146,53		-	145,8
4	-	139,72		-	138,4
5	-	146,53		-	145,8
6	7,05 *s*	110,51	C-1; C-2; C-3; C-4; C-5; C-6; C-7	6,92 *s*	109,5
7	-	169,99		-	167,9

$^{(1)}J$ (Hz), $^{(2)}CD_3OD$, H^1-400 MHz e C^{13}-100 MHz; $^{(3)}CD_3OD$, H^1-200 MHz, C^{13}-50 MHz.

Tabela 19. Dados de RMN 1D e 2D da substância **2** (ácido 4-*O*-metil-gálico).

N°	RMN-^{1}H δ_H: multi$^{(1,2)}$	^{13}C	HMBC	RMN-^{1}H δ_H: multi$^{(1,2)}$	^{13}C
	Ácido 4-*O*-metil-gálico (**2**)			SAXENA *et al*., (1993)	
1	-	127,31	-	-	121,45
2	7,04 *s*	110,45	C-1; C-2; C-3; C-4; C-5; C-6; C-7	7,03 *s*	110,04
3	-	151,74	-	-	146,51
4	-	141,15	-	-	139,76
5	-	151,74	-	-	146,51
6	7,04 *s*	110,45	C-1; C-2; C-3; C-4; C-5; C-6; C-7	7,03 *s*	110,04
7	-	170,52	-	-	169,03
OCH_3	3,86 *s*	60,86	C-4	3,81 *s*	52,31

$^{(1)}J$ (Hz), $^{(2)}CD_3OD$, H^1-400 MHz, C^{13}-100 MHz.

Na análise espectro de RMN de ^{13}C (Figura A37, pág. 187, Tabelas 18 e 19), os sistemas aromáticos foram caracterizados pelos sinais de carbonos metínicos em δ_c 110,51 (C-2 e C-6) e os carbonos desidrogenados em δ_c 122,12 (C-1), 139,72 (C-4), 146,53 (C-3 e C-5) e 169,99 (C-7) para a substância **1** e para a substância **2**, os carbonos metínicos apresentaram-se em δ_c 110,45 (C-2 e C-6) e os carbonos desidrogenados em δ_c 127,31 (C-1), 141,15 (C-4), 151,74 (C-3 e C-5) e 170,53 (C-7), conforme a Figura 31.

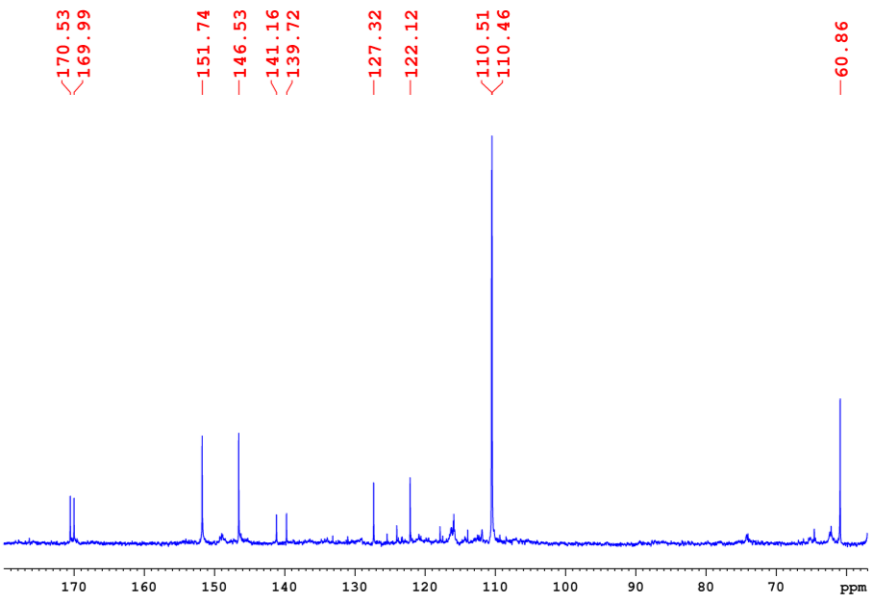


Figura 31. Ampliação da região entre δ_H 60-180 ppm do espectro de RMN de ^{13}C (100 MHz, CD_3OD) das substâncias **1** e **2**.

Conforme a análise do espectro de HSQC (Figura A38, pág. 188) confirmou as correlações entre os hidrogênios aromáticos H-2 e H-6 e os respectivos carbonos C-2 e C-6 das substâncias **1** e **2**. Adicionalmente, os hidrogênios metoxílicos, observados em δ_H 3,86, apresentaram correlação com o carbono metoxílico em δ_C 60,86, conforme evidenciado nas expansões (Figura 32).

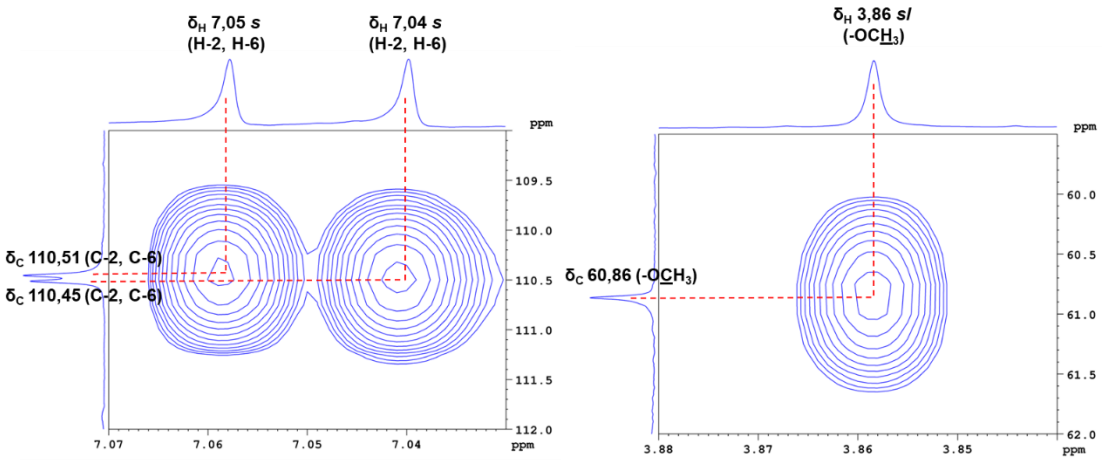


Figura 32. Ampliações do HSQC nas regiões dos sinais em δ_H 7,05, 7,04 e 3,86 e suas respectivas correlações.

As correlações de longa distância observadas no espectro HMBC (Figura A39, pág. 188) permitiram uma distinção mais clara entre as substâncias **1** e **2**. Embora ambas apresentem sinais com deslocamentos químicos e padrões de

correlação semelhantes (Figura 33), a diferenciação estrutural foi evidenciada pela presença de um grupo metoxila na substância **2**. Essa atribuição é sustentada pela correlação observada entre os hidrogênios metoxílicos (-OC<u>H</u>$_3$), em δ_H 3,86, e o carbono aromático em δ_C 141,15 (C-4), confirmando a metoxila nessa posição.

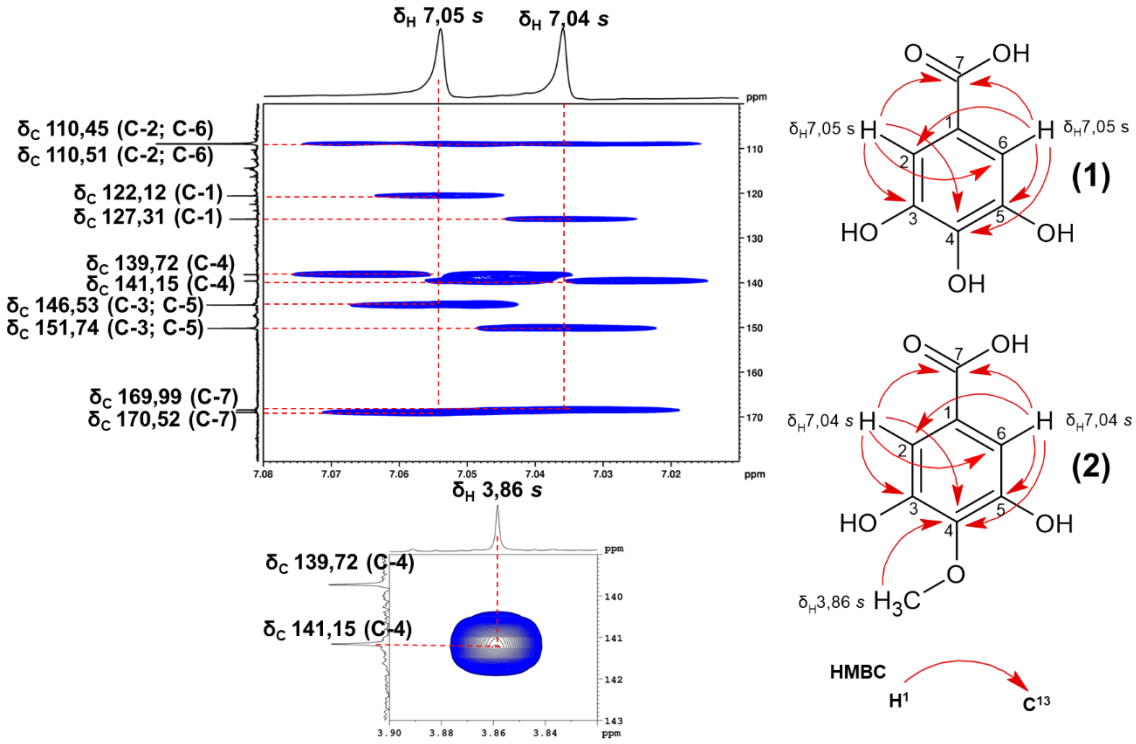
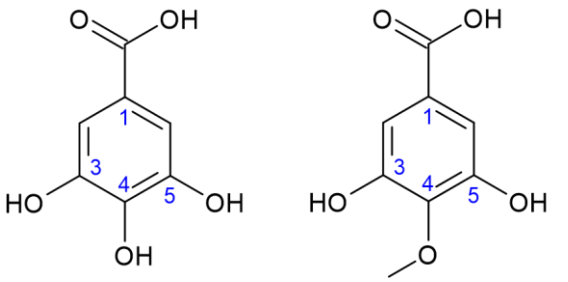


Figura 33. Ampliação do HMBC nas regiões dos sinais em de δ_H 7,05, 7,04 e 3,86 e suas respectivas correlações.

Com base nos dados espectrais analisados e em comparação com os dados na literatura (Tabelas 18 e 19, pág. 80), foi possível identificar as substâncias **1** e **2** como ácido gálico e ácido 4-*O*-metilgálico (Figura 34), respectivamente. Esses ácidos fenólicos **1** e **2** estão sendo relatados pela primeira vez nos resíduos madeireiros da espécie *A. decandra*. Os derivados do ácido benzoico já foram identificados em espécies dos gêneros *Barringtonia*, *Bertholletia* e *Lecythis*, pertencentes à família Lecythidaceae. Esses compostos apresentam diversas atividades biológicas, como propriedades antioxidantes, antifúngicas e antibacterianas, além de exercerem funções ecológicas, fisiológicas e bioquímicas essenciais nas plantas, destacando-se o seu papel na defesa contra patógenos. (FRANÇA FERREIRA *et al.*, 2021).



Ácido gálico **(1)** Ácido 4-*O*-metil-gálico **(2)**

Figura 34. Ácidos fenólicos (**1** e **2**) identificados em ADM-A.S.

A análise espectrométrica da fração ADM-A.S, em consonância com os dados espectroscópicos previamente discutidos, permitiu atribuir os íons moleculares *m/z* 169,0123 e 183,0302 às substâncias **1** e **2**, respectivamente. Os respectivos perfis de fragmentação, apresentados nas Figuras 35 e 36, evidenciam íons fragmentos característicos de descarboxilação ($–CO_2$) e perda de grupo metila ($–CH_3$).

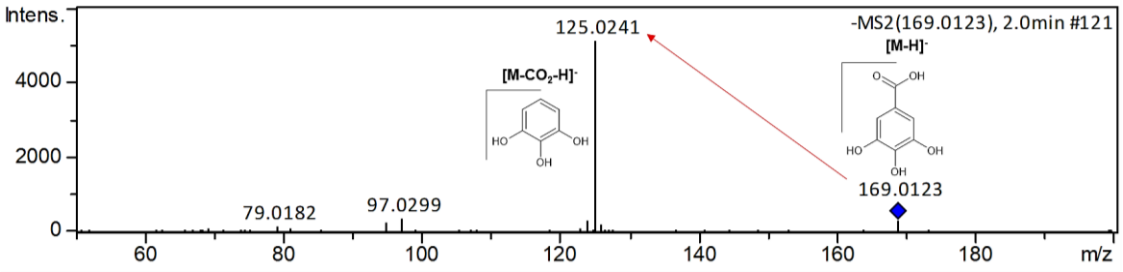


Figura 35. Perfil de fragmentação MS^2 do íon molecular *m/z* 169,0123 da ácido gálico (**1**).

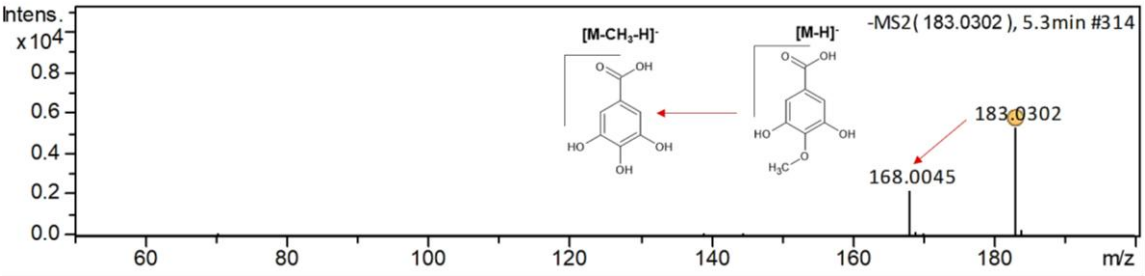


Figura 36. Perfil de fragmentação MS^2 do íon molecular *m/z* 183,0302 do ácido 4-*O*-metilgálico (**2**).

5.3.2 Substâncias 3, 4 e 5 em ADM-4

A fração ADM-4 (21,1 mg) apresentou aspecto de sólido amorfo esbranquiçado e análises em CCD revelaram manchas escuras com o revelador vanilina sulfúrica características de terpenos e apresentou fracas absorções em 254 e 366 nm, e foi obtida conforme o Procedimento 4.8, Esquema 3 (pág. 52).

A análise do espectro de RMN de ^{1}H (Figura A40, pág. 189) revelou sinais característicos de cadeias alifáticas de ácidos graxos insaturados. O sinal em δ_H 5,33 (*m*) foi atribuído aos hidrogênios olefínicos das ligações duplas (–C**H**=C**H**–). Os sinais em δ_H 2,75 (*m*) e 2,01 (*m*) corresponderam, respectivamente, aos hidrogênios metilênicos (-C$\mathbf{H}_2$-) localizados entre ligações duplas e àqueles adjacentes às insaturações (–C$\mathbf{H}_2$–CH=CH–C$\mathbf{H}_2$–), sinais similares foram atribuídos por Doudin (2021). Os sinais em δ_H 2,28 (*m*) e 1,58 (*m*) foram associados aos hidrogênios metilênicos *α* e *β* em relação ao grupo carbonila. O sinal em δ_H 1,23 (*m*) foi atribuído aos demais hidrogênios alifáticos da cadeia, enquanto os hidrogênios metílicos terminais (–C$\mathbf{H}_3$) foram associados ao sinal em δ_H 0,85 (*m*). Tais atribuições são evidenciadas na Figura 37.

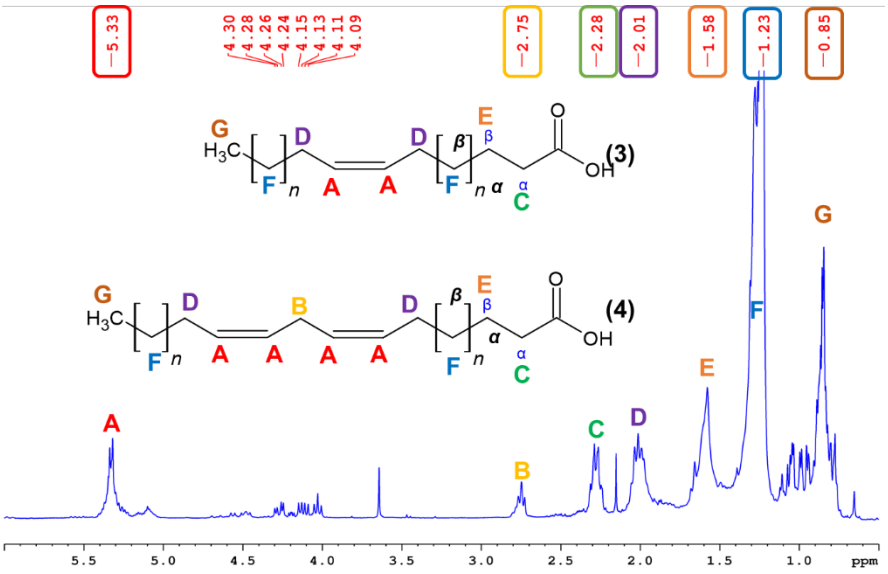


Figura 37. Ampliação da região entre δ_H 0,0-6,0 ppm do espectro de RMN de ^{1}H (300 MHz, $CDCl_3$) das substâncias **3** e **4**.

Ao analisar o espectro de RMN de ^{13}C (Figura A41, pág. 189) e HSQC (Figura A42, pág. 190), foi possível inferir a presença dos principais deslocamentos da cadeia alifática dos ácidos graxos insaturados. Os

deslocamentos dos sinais observados entre δ_C 172,8 e 174,0 foram atribuídos aos carbonos das carbonilas de ácido, entre δ_C 127,9 e 130,2 para carbonos olefínicos, entre δ_C 25,6 e 27,2 para carbonos metilenos adjacentes a carbonos olefínicos, entre δ_C 34,0 e 24,8 para carbonos *α* e *β* adjacentes ao grupo carbonila e δ_C 14,1 para o carbono metílico terminal, as atribuições também foram condizentes com Doudin (2021).

A sobreposição de sinais olefínicos no RMN de ^{1}H impediu a determinação das constantes de acoplamento (*J*). No entanto, a conformação *cis* foi atribuída por ser a mais predominante em plantas, embora seja menos estável, ela impede que a gordura se solidifique em temperaturas biológicas essenciais para os processos celulares (HIGUCHI *et al*., 2003). Assim, a partir da interpretação conjunta dos dados espectroscópicos, da comparação com a literatura Doudin (2021) e da consonância com os resultados de CG-EM do extrato ADH — que indicaram a presença de ácido linoleico (37,91%) como constituinte majoritário com ligações duplas alternadas nas posições Δ9 e Δ12 (Tabela 13, p. 71) —, a substância **3** foi sugerida como um ácido graxo monoinsaturado ou ácido (*Z*)-alquenoico, enquanto a substância **4** foi proposta como ácido graxo diinsaturado ou ácido (*Z*,*Z*)-alcadienoico, conforme ilustrado na Figura 38.

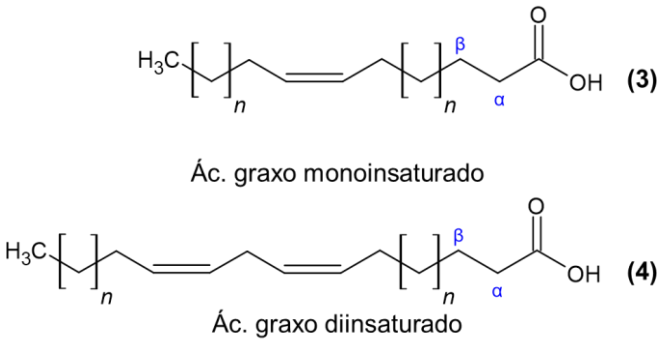


Figura 38. Ácidos graxos (**3** e **4**) identificados em ADM-4.

Também foi possível verificar na expansão do espectro de RMN de ^{1}H (Figura 39) sinais característicos de dois hidrogênios oximetilenos em δ_H 4,33 (*dd*, *J* = 4,4 e 12,0 Hz) e 4,18 (*dd*, *J* = 6,0 e 12,0 Hz) e um hidrogênio oximetínico em δ_H 5,31 (m). Pela análise do espectro de HSQC (Figura 40) foi possível associar os sinais em δ_H 4,33 e 4,18 a um sinal de carbono duplicado em δ_C 62,09 e δ_H 5,27 (m) com δ_C 68,9, correspondente ao carbono oximetínico. Comparando os dados espectroscópicos descritos por Saraf e colaboradores

(2021), foi possível sugerir a substância **5** como glicerol tri-substituído, supostamente associado a um derivado de glicerol, como os triglicerídeos, que são fonte de lipídios, o que justifica encontrar essas substâncias (**3**, **4** e **5**) na mesma fração.

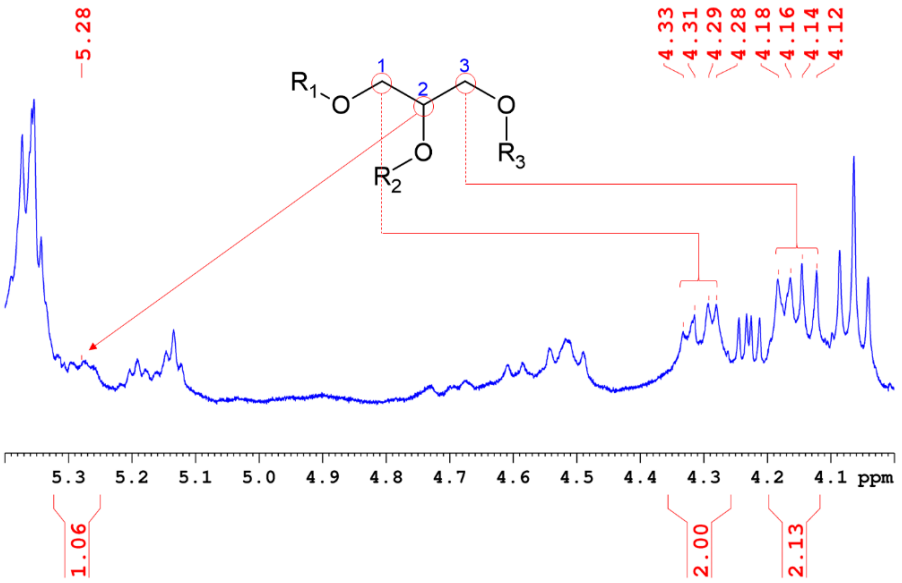


Figura 39. Ampliação da região entre δ_H 4,0-5,4 ppm do espectro de RMN de ^1H da substância **5**.

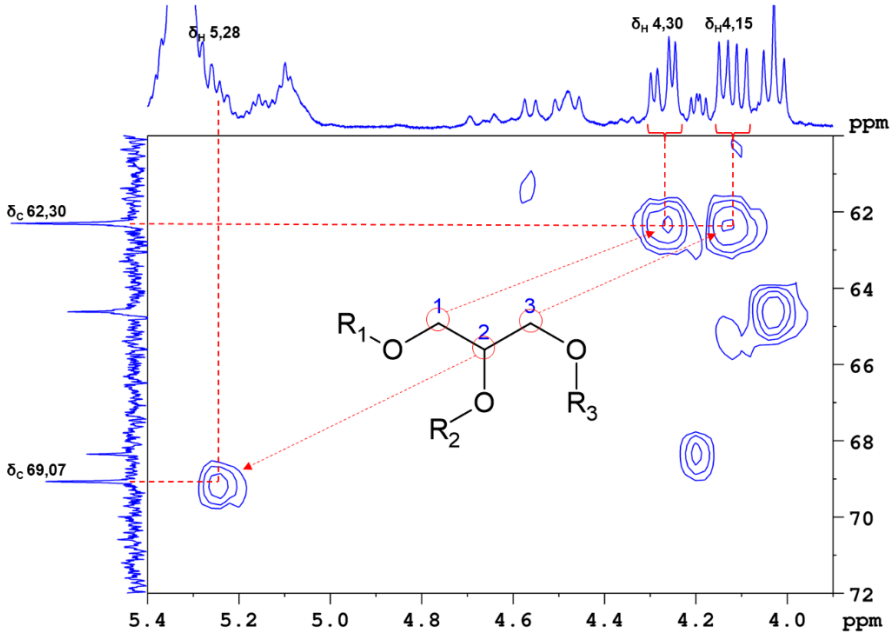


Figura 40. Ampliação do HSQC nas regiões dos sinais em δ_H 5,28, 4,30 e 4,15 ppm e suas respectivas correlações.

5.3.3 Substâncias 6 e 7 em ADM-6

A fração ADM-6 (22,5 mg) apresentou-se como um sólido branco que foi investigado em placa de CCD com o revelador vanilina sulfúrica, apresentando perfil característico de terpeno, e foi obtida conforme o Procedimento 4.8, Esquema 3 (pág. 52).

Pela análise do espectro de RMN de ^{1}H (Figura A43, pág. 190, Tabela 20) foi possível observar sinais característicos dos esqueletos triterpênicos do tipo ursano e oleanano. Foram observados sinais de hidrogênios metílicos na região entre δ_H 0,70 e 1,50, bem como hidrogênios olefínicos em δ_H 5,10 (*t*, *J*= 3,5 Hz) e 5,15 (*t*, *J*= 3,5 Hz), atribuídos ao H-12 da mistura de α- e β-amirina (substâncias **6** e **7**, Figura 41), respectivamente. O sinal observado em δ_H 3,19 (*dd*, *J*= 10,4 e 5,1 Hz) foi atribuído aos hidrogênios carbinólicos da posição H-3 de ambos os triterpenos (**6** e **7**). A maior constante (*J*= 10,4 Hz) indica que H-3 está em axial e acopla com H-2 com *J*-diaxial.

Tabela 20. Dados de deslocamentos dos hidrogênios olefínico e carbinólico dos triterpenos **6** e **7**.

N°	RMN-$^{1}H^{(1)}$ δ_H: multi; *J* (Hz)		RMN-$^{1}H^{(2,3)}$ δ_H: multi; *J* (Hz)	
	α-amirina (**6**)	*β*-amirina (**7**)	*α*-amirina	*β*-amirina
3	3,19 *dd* (10,4 e 5,1)	3,19 *dd* (10,4 e 5,1)	3,22 *dd* (10,7 e 5,1)	3,22 *dd* (10,7 e 5,1)
12	5,10 *t* (3,5)	5,15 t (3,5)	5,12 *t* (3,6)	5,18 *t* (3,2)

$^{(1)}CDCl_3$, ^{1}H-300 MHz; $^{(2)}CDCl_3$, ^{1}H-400 MHz; ^{3}LIMA *et al*., 2004.

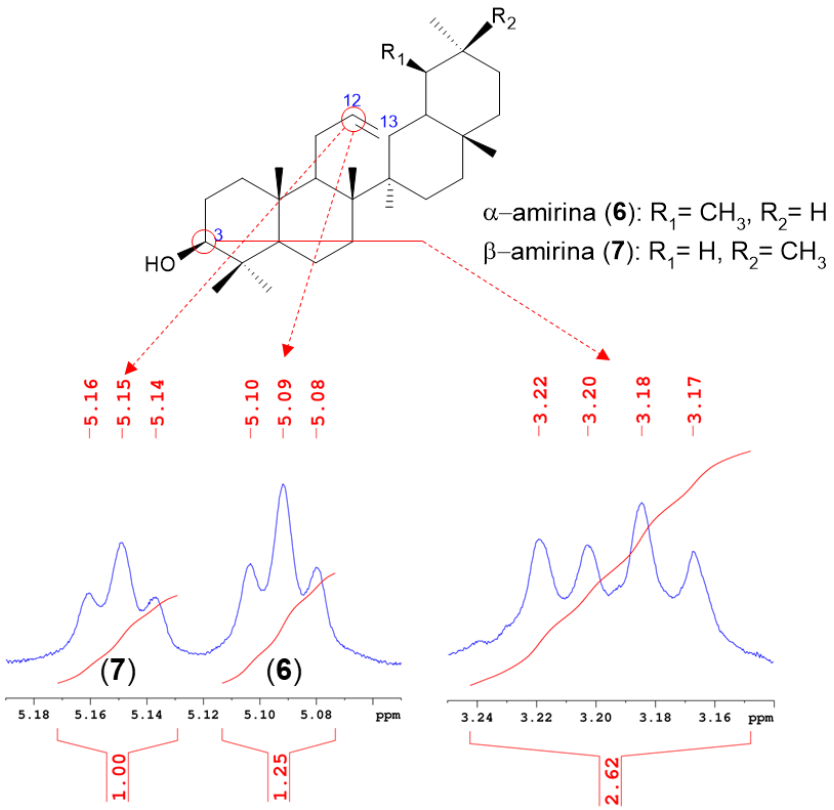


Figura 41. Ampliação das regiões entre δ_H 3,15-3,25 e 5,07-5,19 ppm do espectro de RMN de ^{1}H (300 MHz, $CDCl_3$) das substâncias **6** e **7**.

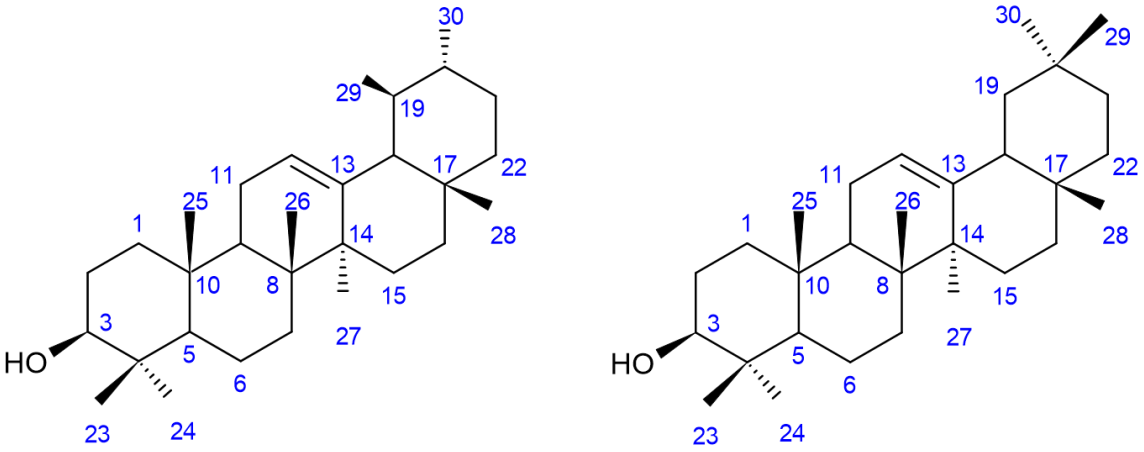
Por meio da análise do espectro de RMN de ^{13}C (Figura A44, pág. 191, Tabela 21) e DEPT-135° (Figura A45, pág. 191), verificou-se a presença de carbonos olefínicos em δ_C 124,61 (C-12) e 139,78 (C-13) para a α-amirina (**6**) e em δ_C 121,92 (C-12) e 145,40 (C-13) para a β-amirina (**7**). Os carbonos carbinólicos C-3 foram observados em δ_C 79,26 e 79,24 para **6** e **7**, respectivamente.

Tabela 21. Dados de deslocamentos dos carbonos olefínicos e carbinólicos dos triterpenos **6** e **7**.

N°	RMN de ^{13}C$^{(1)}$		RMN de ^{13}C$^{(2,3)}$	
	α-amirina (**6**)	*β*-amirina (**7**)	*α*-amirina	*β*-amirina
3	79,26	79,24	78,3	79,0
12	124,61	121,92	124,3	121,8
13	139,78	145,40	139,3	145,1

$^{(1)}CDCl_3$, ^{13}C-75 MHz; $^2CDCl_3$, ^{13}C-100 MHz; ^{3}LIMA *et al.*, 2004.

Os dados unidimensionais de RMN (^{1}H e ^{13}C) mostraram-se consistentes com aqueles descritos por Lima e colaboradores (2004), permitindo a atribuição das substâncias **6** e **7** como α-amirina e β-amirina (Figura 42), respectivamente. A *α*- e *β*-amirina são triterpenos frequentemente relatados na família Lecythidaceae, ocorrendo em gêneros *Bertholletia*, *Careya*, *Cariniana*, *Cauroupita*, *Eschweilera*, *Gustavia* e *Lecythis* (FERREIRA *et al*., 2021). Essas substâncias apresentam diversas atividades biológicas já descritas na literatura, incluindo efeito antinociceptivo (HOLANDA-PINTO *et al*., 2008), atividade anti-inflamatória (VITOR *et al*., 2009; MELO *et al*., 2011), ação antiagregante plaquetária (ARAGÃO *et al*., 2007), além de propriedades antihiperglicêmicas e hipolipemiantes (SANTOS *et al*., 2012). No presente estudo, este constitui o primeiro registro da ocorrência desses triterpenos nos resíduos madeireiros de *A. decandra*.



α-amirina (**6**) *β*-amirina (**7**)

Figura 42. Triterpenos (**6** e **7**) identificados em ADM-6.

5.3.4 Substâncias 8 e 9 em ADM-22.P5

A fração ADM-22.P5 (4,0 mg) apresentou-se como sólido amorfo salmão e interagiu com o revelador solução cloreto férrico em CCDC, indicando a presença de substâncias fenólicas, e apresentou uma forte absorção no UV 254 nm. Os constituintes foram concentrados seguindo os procedimentos cromatográficos descritos no Procedimento 4.8, Esquema 3 (pág. 52).

Pela análise do espectro de RMN de ^{1}H (Figura A46, pág. 192, Tabelas 22 e 23) foram observados sinais de hidrogênios aromáticos com acoplamentos *orto*

e *meta* característicos do sistema ABX com deslocamentos em δ_H 6,85 *d* (*J*= 8,65 Hz, H-5), 7,56 *d* (*J*= 1,66 Hz, H-2) e 7,57 *dd* (*J*= 8,65 e 1,66 Hz, H-6) atribuídos à substância **8** (Figura 43) e um sinal para hidrogênios metoxílicos em δ_H 3,89 *sl* (-OC<u>H</u>$_3$, C-3 e C-5) que integrou para aproximadamente 6H em relação ao sinal aos hidrogênios aromáticos com sistema AA em δ_H 7,33 *sl* (2H, H-2 e H-6) para a substância **9** (Figura 43).

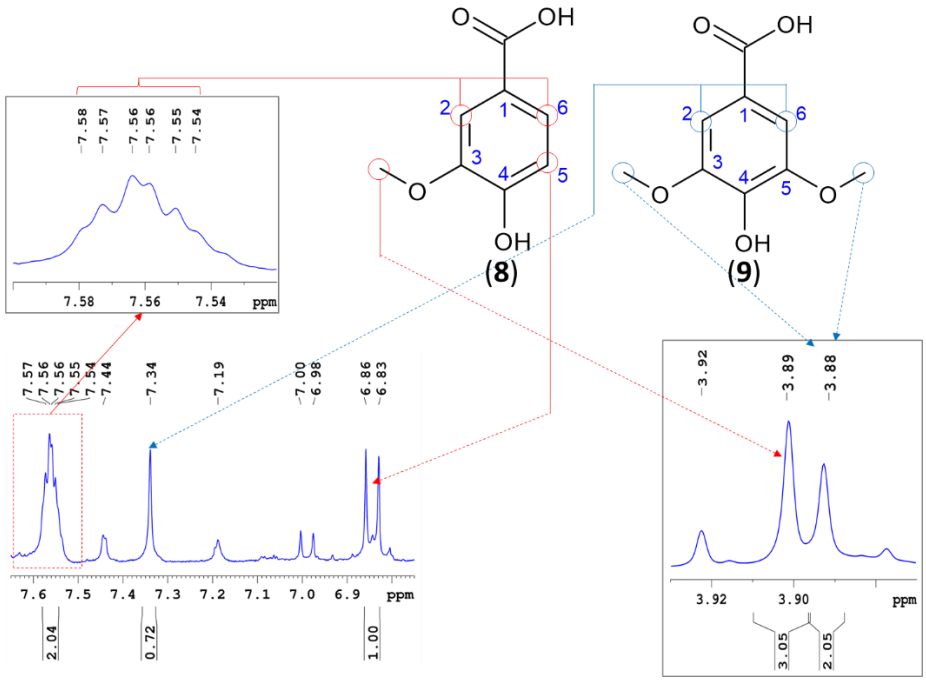


Figura 43. Ampliações das regiões entre δ_H 3,92-3,89 e 7,60-6,80 ppm do espectro de RMN de ^{1}H (300 MHz, CD_3OD) das substâncias **8** e **9**.

Tabela 22. Dados espectroscópicos de RMN 1D e 2D da substância **8**.

N°	RMN ^{1}H δ_H: multi $^{(1,2)}$	^{13}C $^{(2)}$	HMBC	RMN ^{1}H δ_H: multi $^{(1,2)}$
	Ácido vanílico (**8**)			OUTTARA *et al.*, 2004
1	-	121,8	-	-
2	7,56 *d*, 1,66	112,2	C-3; C-6; C-7	7,56 *d,* 1,53
3	-	147,1	-	-
4	-	151,6	-	-
5	6,85 *d*, 8,65	114,3	-	6,94 *d*, 8,24
6	7,57 *dd*, 8,65 e 1,66	123,6	C-2; C-4; C-7	7,55 *dd,* 8,24 e 1,53
7	-	168,4	-	-
OCH_3	3,90 *sl*	55,1	C-3	3,88 s

$^{(1)}$*J* (Hz); $^{(2)}$$CDCl_3$, ^{1}H-300 MHz, ^{13}C-75 MHz.

Tabela 23. Dados espectroscópicos de RMN 1D e 2D da substância **9**.

N°	RMN ^{1}H δ_H: multi $^{(1,2)}$	^{13}C $^{(2)}$	HMBC	RMN ^{1}H δ_H: multi$^{(1,3)}$	^{13}C $^{(3)}$
	Ácido siríngico (**9**)			JIAN-JUAN et al., 2012	
1	-	121,8	-	-	122,5
2	7,33 s	106,6	C-1; C-3; C-4; C-6; C-7	7,33 s	108,9
3	-	140,0	-	-	142,1
4	-	147,1	-	-	149,4
5	-	140,0	-	-	142,1
6	7,33 s	106,6	C-1; C-2; C-4; C-5; C-7	7,33 s	108,9
7	-	168,4	-	-	170,3
3-OCH_3	3,89 *sl*	55,1	C-3	3,88 s	57,2
5-OCH_3	3,89 *sl*	55,1	C-5	3,88 s	57,2

$^{(1)}J$ (Hz);$^{(2)}CDCl_3$, ^{1}H-300 MHz, ^{13}C-75 MHz; $^{(3)}CDCl_3$, ^{1}H-500 MHz, ^{13}C-150 MHz.

A aplicação do comando RVPP (*Reverse Phase with Pivot Point*) no programa de processamento TopSpin (Bruker) permitiu otimizar a visualização das correlações nos espectros de HSQC (Figura A47, pág. 192) e HMBC (Figura A48, pág. 193). A partir dessas análises, foi possível mensurar sinais de carbonos correlacionados a hidrogênios por acoplamentos ^{1}J, ^{2}J e ^{3}J, característicos dos sistemas aromáticos das substâncias. Ressalta-se que o espectro sobreposto (Figura 44) não reflete a intensidade dos sinais de carbono, mas sim o grau de correlação entre carbonos e hidrogênios.

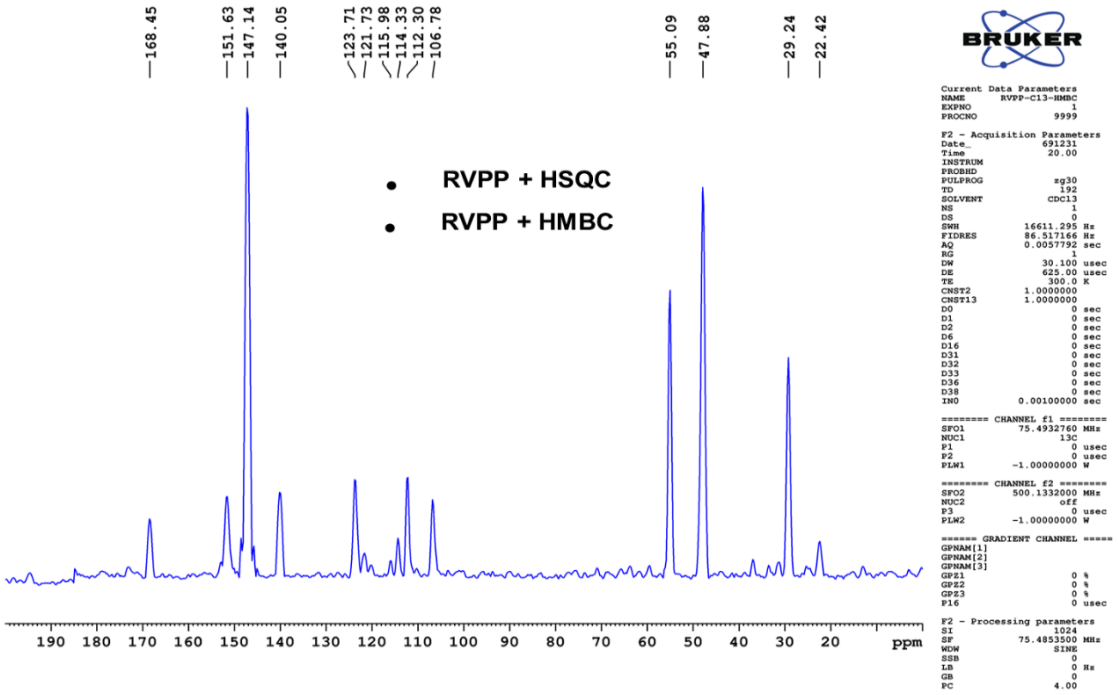


Figura 44. Projeção de RMN de ^{13}C a partir da sobreposição dos mapas HMBC e HSQC de ADM-22.P5.

Com base nos dados espectrais extraídos pelo comando RVPP (Figura 44), apoiados pelas correlações observadas nos espectros de HSQC e HMBC, foi possível atribuir, para a substância **8**, os sinais em δ_C 112,2 (C-2), 114,3 (C-5) e 123,6 (C-6) a carbonos aromáticos metínicos, enquanto os sinais em δ_C 121,8 (C-1), 147,1 (C-3) e 151,6 (C-4) foram atribuídos a carbonos aromáticos desidrogenados, além do sinal em δ_C 168,4 (C-7) correspondente ao carbono carbonílico.

De modo análogo, para a substância **9**, os sinais em δ_C 106,6 (C-2 e C-6) foram atribuídos a carbonos aromáticos metínicos, enquanto os sinais em δ_C 121,7 (C-1), 140,0 (C-3 e C-5) e 147,1 (C-4) corresponderam a carbonos aromáticos desidrogenados, além do sinal em δ_C 168,4 (C-7) atribuído ao carbono carbonílico.

As correlações de longa distância observadas no espectro HMBC permitiram propor o posicionamento dos substituintes no anel aromático das substâncias **8** e **9**. Para a substância **8** (Figura 45), o grupo carboxila ($-CO_2H$), hidroxila (-OH) e a metóxila ($-OCH_3$) foram posicionados em C-1, C-4 e C-3,

respectivamente, conforme as correlações a ^{2}J e ^{3}J com os hidrogênios H-2, H-5 e H-6.

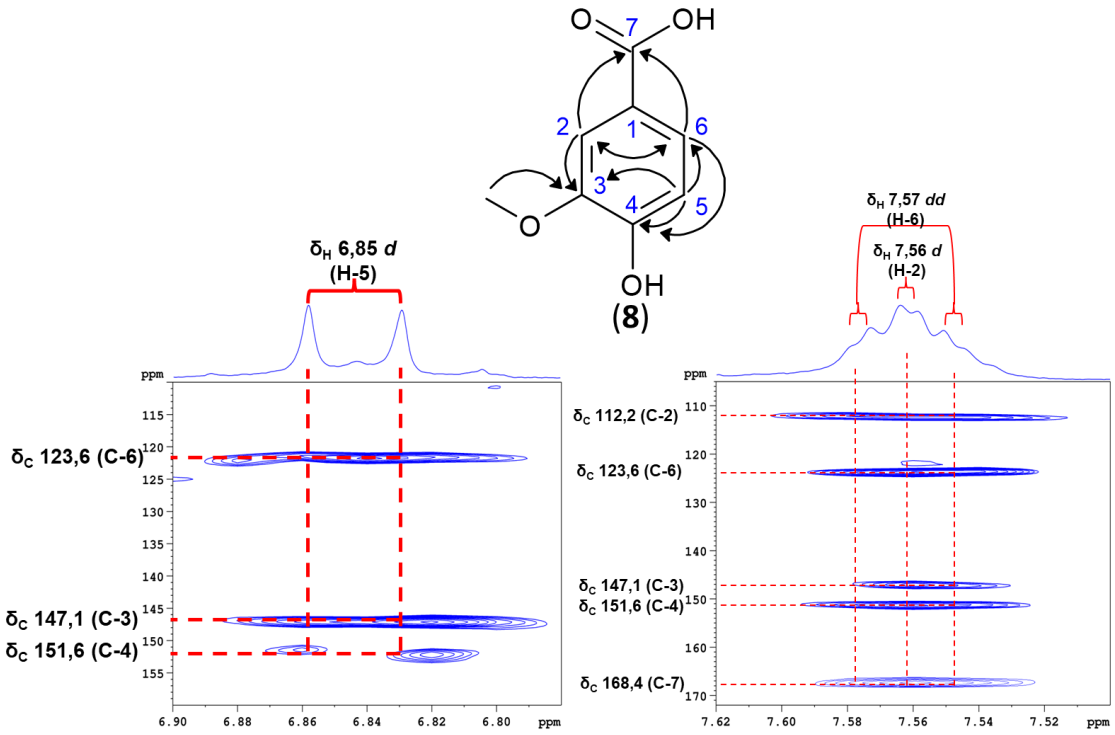


Figura 45. Ampliações do mapa de contorno HMBC nas regiões dos sinais em δ_H 6,85, 7,57 e 7,56 ppm e suas respectivas correlações para a substância **8**.

De modo similar, para a substância **9**, as correlações observadas no espectro de HMBC, em conjunto com a simetria molecular, permitiram atribuir o grupo carboxila (-CO_2H) em C-1, a hidroxila (-OH) em C-4 e as duas metóxilas (-OCH_3) em C-3 e C-5, com base nas interações com os hidrogênios H-2 e H-6 (Figura 46). Corroborando essas atribuições, os hidrogênios metoxílicos (-O$\underline{C}H_3$) das substâncias **8** e **9** apresentaram correlações ^{3}J com carbonos aromáticos em δ_C 140,0 (C-3) para a substância **8** e em δ_C 147,1 (C-3 e C-5) para a substância **9** (Figura 47).

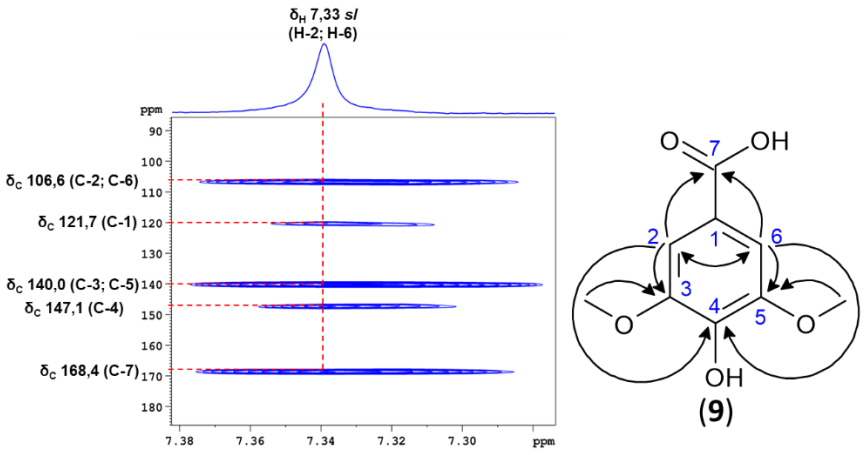


Figura 46. Ampliação do mapa de contorno HMBC na região do sinal em δ_H 7,33 ppm e suas respectivas correlações para a substância **9**.

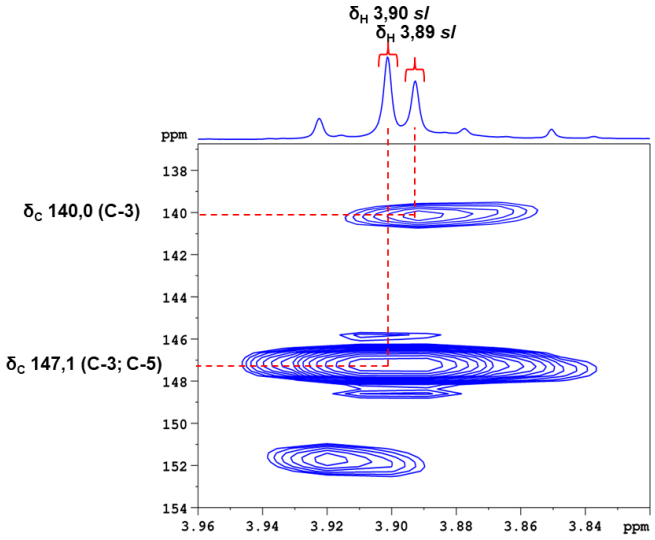


Figura 47. Ampliação do mapa de contorno HMBC na região dos sinais em δ_H 3,90 e 3,89 ppm e suas respectivas correlações para a substância **9**.

Logo, conforme as análises dos dados espectrais em comparação com os dados observados por Outtara (2004) e Jian-Juan e colaboradores (2012) dispostos nas Tabelas 22 (pág. 90) e 23 (pág. 91), foi possível sugerir a estrutura da substância **8** como ácido 3-metóxi-4-hidroxibenzóico, conhecido como ácido vanílico, e a substância **9** como ácido 3,5-dimetóxi-4-hidróxibenzóico, conhecido como ácido siríngico, ambos dispostos na Figura 48. Ambos são ácidos fenólicos do tipo hidroxibenzóico e desempenham papel relevante na proteção contra microorganismos, insetos e estresses abióticos, atuando como metabólitos secundários com propriedades antioxidantes, antimicrobianas e alelopáticas

(FERREIRA *et al*., 2021). Do ponto de vista biológico e farmacológico, esses compostos são amplamente descritos por suas atividades anti-inflamatória e antimicrobiana, reforçando o potencial biotecnológico de espécies de Lecythidaceae como fontes de metabólitos fenólicos bioativos (HELENO *et al*., 2015).

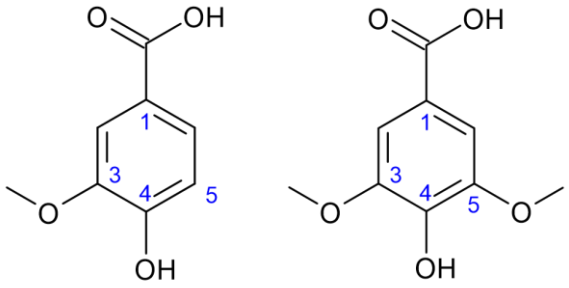


Figura 48. Ácidos fenólicos (**8** e **9**) identificados em ADM-22.P5.

5.4 Identificação das substâncias 10-15 presentes no extrato metanólico de *P. catingae* (PCM)

5.4.1 Mistura 10a, 10b, 10c e 10d em PCM-A.S

A amostra PCM-A.S (10,5 mg) apresentou aspecto sólido avermelhado e em CCD interagiu com o cloreto férrico e apresentou fortes absorções no UV 254 e 366 nm, e foi obtida conforme o Procedimento 4.9, Esquema 4 (pág. 54).

As análises de RMN 1D e 2D evidenciaram deslocamentos químicos semelhantes e sobreposição de sinais, indicando a presença de uma mistura de isômeros e epímeros. Os perfis espectrais foram compatíveis com derivados de flavan-3,4-diol, chamados peltoginoides, conforme descrito na literatura (TAGA *et al*., 2025; MALAN *et al*., 1990; GAO *et al*., 2004; HASHIDA *et al*., 2014). Assim, as substâncias foram identificadas como rel-(2,3-*trans*-3,4-*trans*)-peltoginol (**10a**), rel-(2,3-*trans*-3,4-*trans*)-mopanol (**10b**), rel-(2,3-*trans*-3,4-*cis*)-peltoginol B (**10c**) e rel-(2,3-*trans*-3,4-*cis*)-mopanol B (**10d**) (Figura 49).

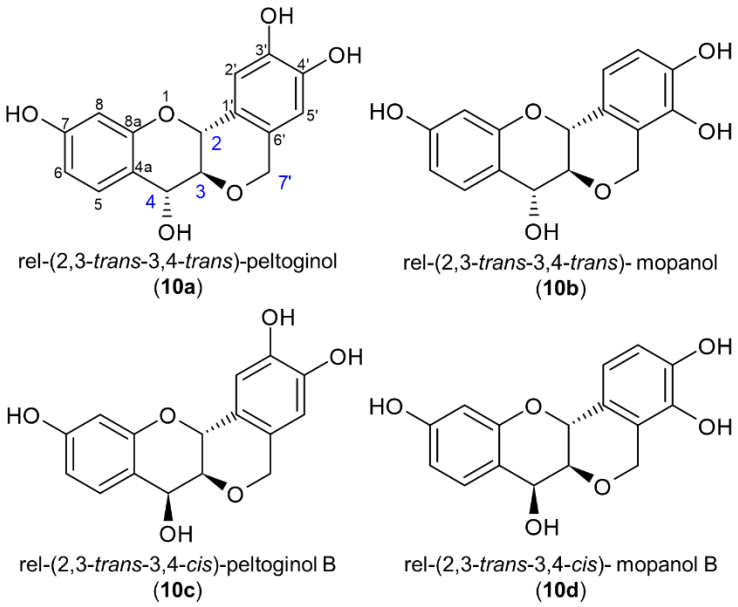


Figura 49. Peltoginoides (**10a-d**) identificados na amostra PCM-A.S.

Devido à complexidade e à sobreposição dos sinais espectrais, a discussão concentrou-se na comparação das similaridades e diferenças estruturais entre os isômeros (**10a** e **10b**) e os epímeros (**10c** e **10d**), com ênfase na similaridade estrutural dos anéis A e D, na variação do padrão de substituição -OH entre C-3 e C-5 do anel B e nas diferentes constantes de acoplamento axial e equatorial para os epímeros na posição C-4 do anel C.

A análise dos espectros de RMN de ^{1}H (Figura A49, pág. 194, Tabelas 24 e 25) e *J*-Res (Figura A50, pág. 195) indicou que os isômeros rel-(2,3-*trans*-3,4-*trans*)-peltoginol (**10a**) e rel-(2,3-*trans*-3,4-*trans*)-mopanol (**10b**), bem como seus respectivos epímeros rel-(2,3-*trans*-3,4-*cis*)-peltoginol B (**10c**) e rel-(2,3-*trans*-3,4-*cis*)-mopanol B (**10d**), apresentam um sistema de acoplamento ABX no anel A. Esse padrão foi caracterizado por constantes de acoplamento *orto* (*J* = 8,5 Hz) e *meta* (*J* = 2,5 Hz) entre os hidrogênios H-5, H-6 e H-8, conforme ilustrado na Figura 50, pág. 99.

Tabela 24. Dados espectroscópicos de RMN 1D e 2D das substâncias **10a** e **10c**.

N°	RMN ^{1}H [2] δ_H: multi [1]*	^{13}C[3]	^{13}C[8]		RMN ^{1}H δ_H: multi [1]		RMN ^{1}H [2] δ_H: multi [1]*	^{13}C[3]		RMN ^{1}H δH: multi [1]	
	rel-(2,3-*trans*-3,4-*trans*)-peltoginol (**10a**)		TAGA *et al*., 2025 (+)-peltoginol	HMBC[4]	GAO *et al*., 2004 [5] (+)-mopanol	MALAN *et al*., 1990[7] (+)-peltoginano (monômero)	rel-(2,3-*trans*-3,4-*cis*)-peltoginol B (**10c**)		HMBC[4]	HASHIDA *et al*., 2014 [6] (-)-fisetinidol-4β-ol	MALAN *et al*., 1990[7] (+)-peltoginano (monômero)
2	4,75 *d* (10,0)	71,83	72,7	C-4, C-2', C-6'	4,78 *d* (10,0)	5,07 *d* (9,8)	5,07 *d* (10,0)	66,66	C-4, C-1'	4,85 *d* (9,5)	5,07 *d* (9,8)
3	3,53 *dd* (10,0, 8,5)	78,17	79,2	C-2, C-4, C-7'	3,41 *dd* (10,0, 9,0)	4,05 *dd* (6,3, 9,8)	3,64 *dd* (10,0, 3,5)	75,74	C-2, C-4, C-7'	3,89 *dd* (9,5, 3,5)	4,05 *dd* (6,3, 9,8)
4	4,74 *d* (8.5)	69,13	69,9	C-3, C-4a	4,63 *d* (9,0)	4,96 *d* (6,3)	4,75 *d* (3,5)	64,96	C-3, C-4a	4,56 *d* (3,5)	4,96 *d* (6,3)
4a		116,25	118,0					114,66			
5	7,31 *d* (8,5)	128,69	130,1	C-4, C-7, C-8, C8a	7,23 *d* (8,5)	6,83 *d* (8,5)	7,15 *d* (8,5)	131,96	C-4, C-7, C-8, C-8a	7,11 *d* (8,0)	6,83 *d* (8,5)
6	6,47 *dd* (8,5, 2,5)	108,94	109,9	C-4a, C-7, C-8	6,42 *dd* (8,5, 2,5)	6,49 *dd* (8,5, 2,2)	6,44 *dd* (8,5, 2,5)	108,78	C-4a, C-7, C-8	6,40 *d* (8,0, 2,5)	6,49 *dd* (8,5, 2,2)
7		157,79	158,7					158,70			
8	6,32 *d* (2,5)	102,11	103,1	C-4, C-4a, C-6	6,23 *d* (2,5)	6,58 *d* (2,2)	6,35 *d* (2,5)	102,40	C-4, C-4a, C-6	6,24 *d* (2,5)	6,58 *d* (2,2)
8a		155,01	155,9					155,24			
1'		123,58	124,9					124,21			
2'	7,03 *sl*	112,28	113,4	C-2, C-1', C-3', C-4', C-5', C-6'	6,77 *d* (8,0)	7,23 *s*	7,07 *sl*	112,53	C-2, C-1', C-3', C-4', C-5', C-6'	6,91 *d* (2,0)	7,23 *s*
3'		144,21	145,9		6,88 *d* (8,0)			144,21			
4'		145,13	145,0					145,00			
5'	6,48 *sl*	109,73	111,0	C-1', C-3', C-4', C-7'		6,44 *s*	6,48 *sl*	109,73	C-1', C-3', C-4', C-7'	6,78 *d* (8,0)	6,44 *s*
6'		125,97	127,4					125,82		6,74 *dd* (8,0, 2,0)	
7'	4,81 *d* (14,5) 4,75 *d* (14,5)	67,56	68,3	C-3, C-5', C-6'	4,85 *d* (15,0) 4,62 *d* (15,0)	4,88 *d* (14,5) 4,68 *d* (14,5)	4,85 *d* (14,5) 4,78 *d* (14,5)	67,66	C-3, C-5', C-6'	-	4,88 *d* (14,5) 4,68 *d* (14,5)

[1]*J* (Hz), **J*-Res; [2]CD_3OD, 400 MHz; [3]100 MHz; [4]400/100 MHz; [5]CD_3COCD_3, 500 MHz; [6]CD_3COCD_3/D_2O (95/5), 500 MHz; [7]C_6D_6, 300 MHz; [8]CD_3OD, 125 MHz.

Tabela 25. Dados espectroscópicos de RMN 1D e 2D das substâncias **10b** e **10d**.

N°	RMN ^{1}H [2] δ_H: multi [1]*	^{13}C[3]	^{13}C[8]		RMN ^{1}H δ_H: multi [1]	RMN ^{1}H [2] δ_H: multi [1]*	^{13}C[3]		RMN ^{1}H δH: multi [1]	
	rel-(2,3-*trans*-3,4-*trans*)-mopanol (**10b**)		TAGA *et al*., 2025 (+)-mopanol	HMBC[4]	GAO *et al*., 2004 [5] (+)-mopanol	rel-(2,3-*trans*-3,4-*cis*)-mopanol B (**10d**)		HMBC[4]	HASHIDA *et al*., 2014 [6] (-)-fisetinidol-4α-ol	MALAN *et al*., 1990[7] (+)-mopanano (monômero)
2	4,78 *d* (10,0)	71,82	72,6	C-4, C-2', C-6'	4,78 *d* (10,0)	5,09 *d* (10,0)	66,61	C-4, C-1'	4,85 *d* (9,5)	5,51 *d* (9,9)
3	3,50 *dd* (10,0, 8,5)	77,65	78,6	C-2, C-4, C-7'	3,41 *dd* (10,0, 9,0)	3,62 *dd* (10,0, 3,5)	75,14	C-2, C-4, C-7'	3,89 *dd* (9,5, 3,5)	4,03 *dd* (6,5, 9,9)
4	4,76 *d* (8,5)	69,16	70,0	C-3, C-4a	4,63 *d* (9,0)	4,79 *d* (3,5)	64,93	C-3, C-4a	4,56 *d* (3,5)	5,35 *d* (6,5)
4a		116,17	117,8				114,57			
5	7,31 *d* (8,5)	128,66	130,0	C-4, C-7, C-8, C-8a	7,23 *d* (8,5)	7,15 *d* (8,5)	131,96	C-4, C-7, C-8, C-8a	7,11 *d* (8,0)	7,00 *d* (8,5)
6	6,47 *dd* (8,5, 2,5)	108,92	109,9	C4a, C-7, C-8	6,42 *dd* (8,5, 2,5)	6,44 *dd* (8,5, 2,5)	108,74	C4a, C-7, C-8	6,40 *d* (8,0, 2,5)	6,59 *dd* (8,5, 2,5)
7		157,79	158,7				158,70			
8	6,32 *d* (2,5)	102,11	103,1	C-4, C-4a, C-6	6,23 *d* (2,5)	6,35 *d* (2,5)	102,40	C-4a, C-6, C-7, C-8	6,24 *d* (2,5)	6,96 *d* (2,5)
8a		155,01	155,8				155,24			
1'		124,21	125,7				124,85			
2'	6,98 *d* (8,5)	116,65	117,6	C-2, C-3', C-4', C-6'	6,88 *d* (8,0)	7,02 *d* (8,5)	116,93	C-2, C-3', C-4', C-6'	6,91 *d* (2,0)	7,66 *dd* (8,5)
3'	6,78 *d* (8,5)	113,43	114,6	C-1', C-2', C-4', C-5'	6,77 *d* (8,0)	6,79 *d* (8,5)	113,49	C-1', C-2', C-4', C-5'		6,59 *d* (8,5)
4'		143,74	144,3				143,56			
5'		140,05	141,0				140,05		6,78 *d* (8,0)	
6'		122,12	123,2				121,97		6,74 *dd* (8,0, 2,0)	
7'	5,01 *d* (15,4) 4,78 *d* (15,4)	64,76	65,4	C-3, C-1', C-4', C-5', C-6'	4,85 d (15,0) 4,62 *d* (15,0)	5,04 *d* (15,4) 4,81 *d* (15,4)	64,85	C-3, C-1', C-4', C-5', C-6'	4,87 *d* (16,0) 4,73 *d* (16,0)	4,87 *d* (16,0) 4,73 *d* (16,0)

[1]*J* (Hz), **J*-Res; [2]CD_3OD, 400 MHz; [3]100 MHz; [4]400/100 MHz; [5]CD_3COCD_3, 500 MHz; [6]CD_3COCD_3/D_2O (95/5), 500 MHz; [7]C_6D_6, 300 MHz; [8]CD_3OD, 125 MHz.

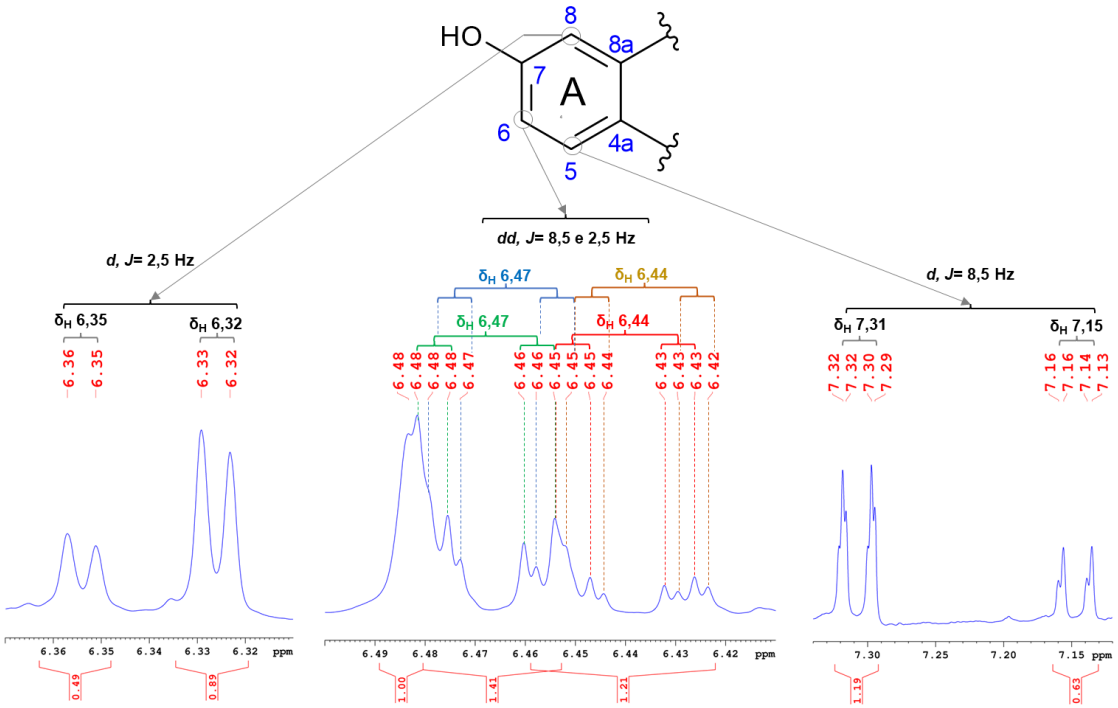


Figura 50. Ampliações das regiões entre δ_H 7,35-7,10, 6,49-6,42 e 6,37-6,32 ppm do espectro de RMN de ^{1}H (400 MHz, CD_3OD) das substâncias **10a-d**.

Outra característica estrutural semelhante aos isômeros (**10a**, **10b**) e aos seus respectivos epímeros (**10c** e **10d**) é a presença do anel D. No espectro de RMN de ^{1}H observou-se uma região de intensa sobreposição de sinais entre δ_H 5,10 e 4,75 ppm, típica de hidrogênios oximetilênicos. A análise do espectro de DEPT-135 (Figura A52, pág. 197) evidenciou a presença de quatro carbonos do tipo -CH_2- (Figura 51), enquanto o espectro de HSQC (Figura A53, pág. 198) permitiu atribuir os deslocamentos dos hidrogênios oximetilênicos H-7' sobrepostos. Esses hidrogênios H-7' apresentaram acoplamentos vicinais com constantes de acoplamento em torno de *J*= 14,5 Hz para as substâncias **10a** e **10c** e *J*= 15,4 Hz para **10b** e **10d**. A integridade do anel D foi confirmada pelas correlações observadas no espectro de HMBC (Figura A54, pág. 199), envolvendo interações ^2J dos hidrogênios H-7' com C-6' do anel B e ^3J com C-3 do anel C (Figura 52).

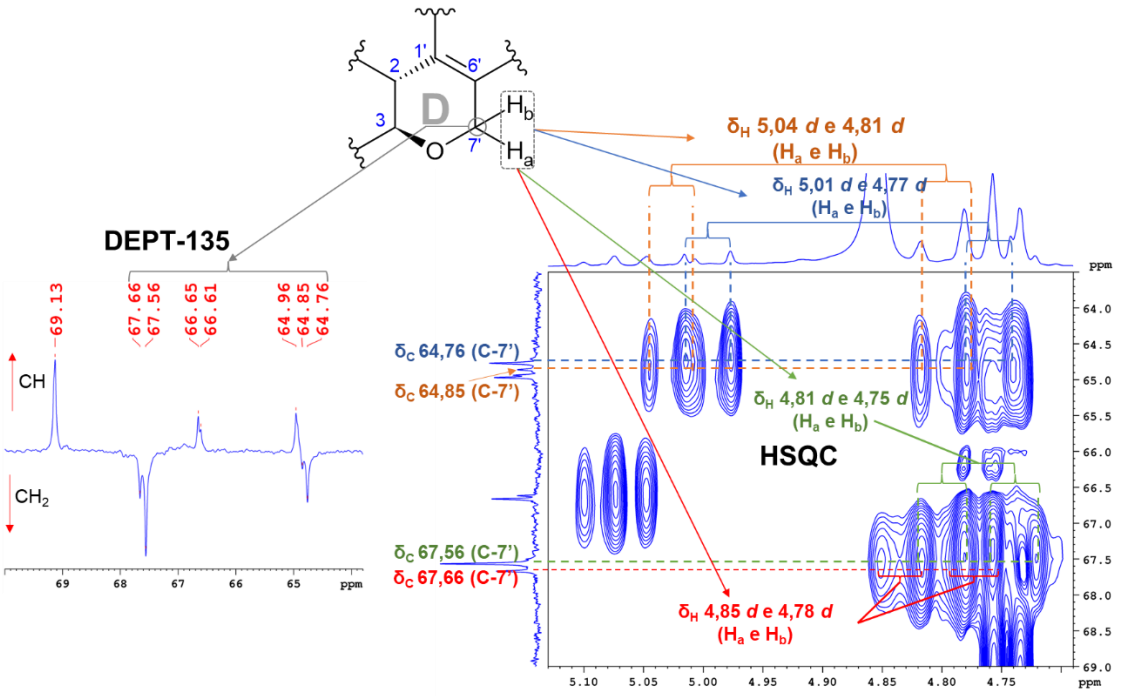


Figura 51. Ampliações das regiões dos espectros de DEPT-135 entre δ_C 70,0-64,0 ppm e HSQC entre δ_H 5,10-4,75 ppm e suas respectivas correlações para as substâncias **10a-d**.

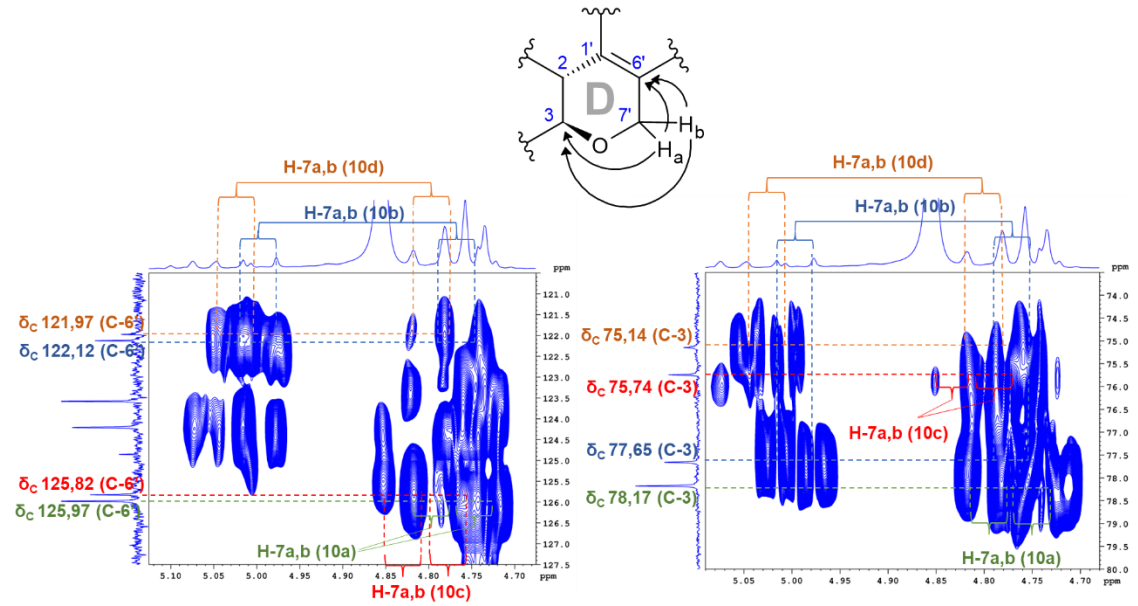


Figura 52. Ampliações do espectro de HMBC entre δ_H 5,10-4,75 ppm e suas respectivas correlações para as substâncias **10a-d**.

Os isômeros rel-(2,3-*trans*-3,4-*trans*)-peltoginol (**10a**) e seu epímero rel-(2,3-*trans*-3,4-*cis*)-peltoginol B (**10c**) diferenciam-se do rel-(2,3-*trans*-3,4-*trans*)-mopanol (**10b**) e de seu epímero rel-(2,3-*trans*-3,4-*cis*)-mopanol B (**10d**) pelo

padrão de substituição das hidroxilas no anel B. A análise do RMN de ^{1}H (Figura 53) e *J*-Res indicou que **10b** e **10d** apresentaram acoplamento *orto* entre os hidrogênios aromáticos H-2' e H-3' (*J*= 8,5 Hz), compatível com hidroxilas em C-4' e C-5'. Em contraste, **10a** e **10c** exibiram simpletos largos para os hidrogênios aromáticos H-2' e H-5', indicando um padrão de substituição -OH em C-3' e C-4'.

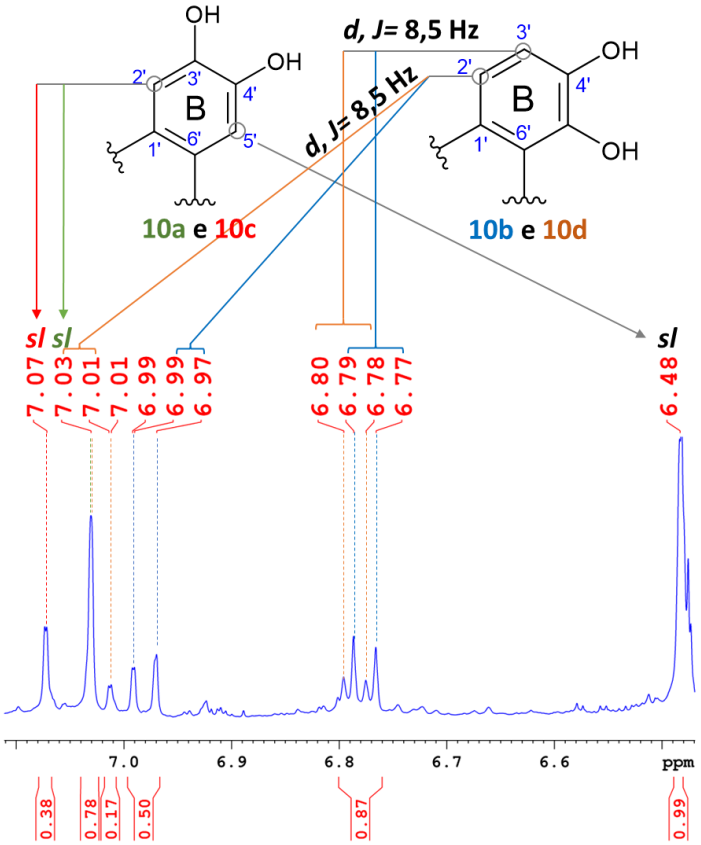


Figura 53. Ampliação da região δ_H 7,1–6,5 ppm do espectro de RMN ^{1}H das substâncias **10a-d**.

Os isômeros **10a** e **10b** diferenciam-se de seus epímeros **10c** e **10d** pela configuração relativa do carbono C-4 do anel C. A análise do RMN de ^{1}H (Figura 54) e *J*-Res indicaram, para os peltoginoides **10a-d**, acoplamentos axiais entre os hidrogênios H-2 e H-3 (*J*= 10 Hz), compatíveis com a configuração 2,3-*trans*. Entretanto, os isômeros **10a** e **10b** apresentaram acoplamentos axiais entre H-3 e H-4, característicos da configuração 3,4-*trans*, enquanto que os epímeros **10c** e **10d** exibiram acoplamentos equatoriais entre H-3 e H-4, indicando a configuração 3,4-*cis*.

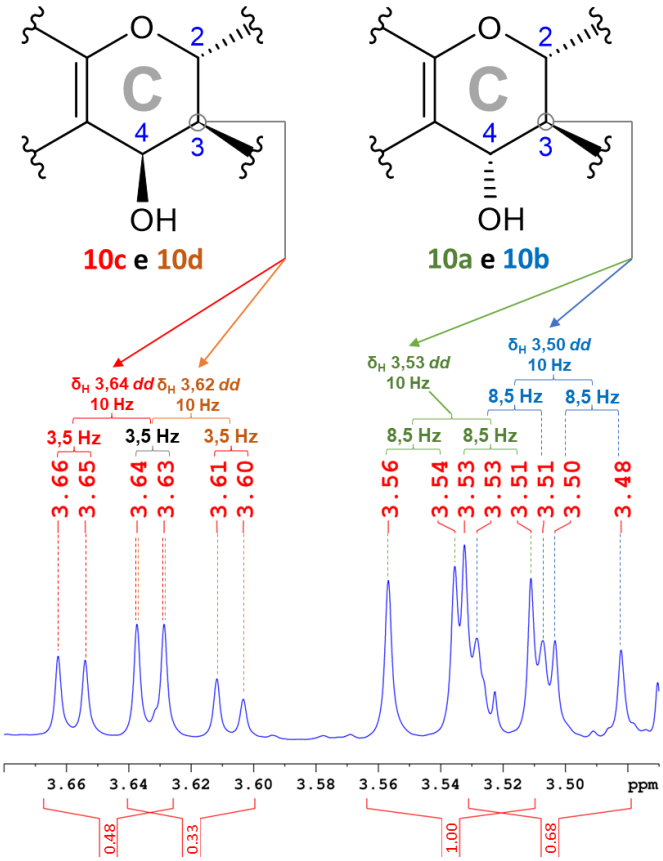
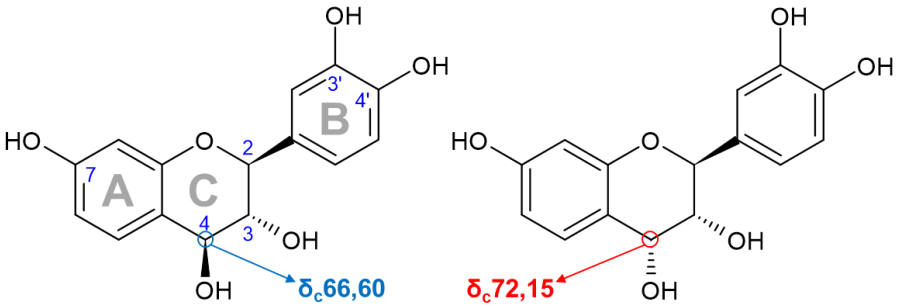


Figura 54. Ampliação da região δ_H 3,67–3,48 ppm do espectro de RMN ^{1}H das substâncias **10a-d**.

A análise do espectro RMN de ^{13}C (Figura A51, pág. 196, Tabelas 24 e 25, págs. 100 e 101, respectivamente) e DEPT-135 evidenciou sinais em regiões típicas de flavan-3,4-dióis, incluindo carbonos aromáticos e oximetínicos desidrogenados característicos dos peltoginoides, em concordância com a literatura (TAGA *et al*., 2025). A variação na orientação dos ligantes em C-3 e C-4 (configurações 3,4-*trans* e 3,4-*cis*) resultou em uma pequena variação nos deslocamentos em δ_C 116,25 e 116,17 para os isômeros **10a** e **10b**, e em δ_C 114,66 e 114,57 para os epímeros **10c** e **10d**. Embora discretas, essas diferenças foram determinantes para a distinção entre isômeros e epímeros, comportamento semelhante ao observado na epimerização em C-4 entre (–)-fisetinidol-4*β*-ol e (–)-fisetinidol-4*α*-ol (Figura 55) (HASHIDA *et al*., 2014).



(–)-fisetinidol-4*β*-ol (–)-fisetinidol-4*α*-ol

Figura 55. Epímeros C-4 relatados *em Toxicodendron vernicifluum* (HASHIDA *et al*., 2014).

Quanto às análises do perfil cromatográfico e espectrométrico obtido CLAE-EMAR (ESI-MS^2, modo negativo) indicaram que as substâncias **10a-d** apresentaram perfis de fragmentação MS^2 idênticos, com tempos de retenção em 7,3 e 7,9 min. Os íons moleculares observados em *m/z* 301,0711 e 301,0705, ambos apontaram correspondência com a fórmula molecular $C_{16}H_{13}O_6$ (calculado: *m/z* 301,0718). Conforme o perfil de fragmentação (Figura 56), o íon fragmento em *m/z* 283 resultou da eliminação de H_2O (-18 u), enquanto os íons *m/z* 137 e 163 foram gerados por clivagem retro-Diels-Alder (RDA) do anel C, formando um íon fragmento derivado do anel A e outro com os anéis B e D intactos, respectivamente (ALMEIDA *et al*., 1974).

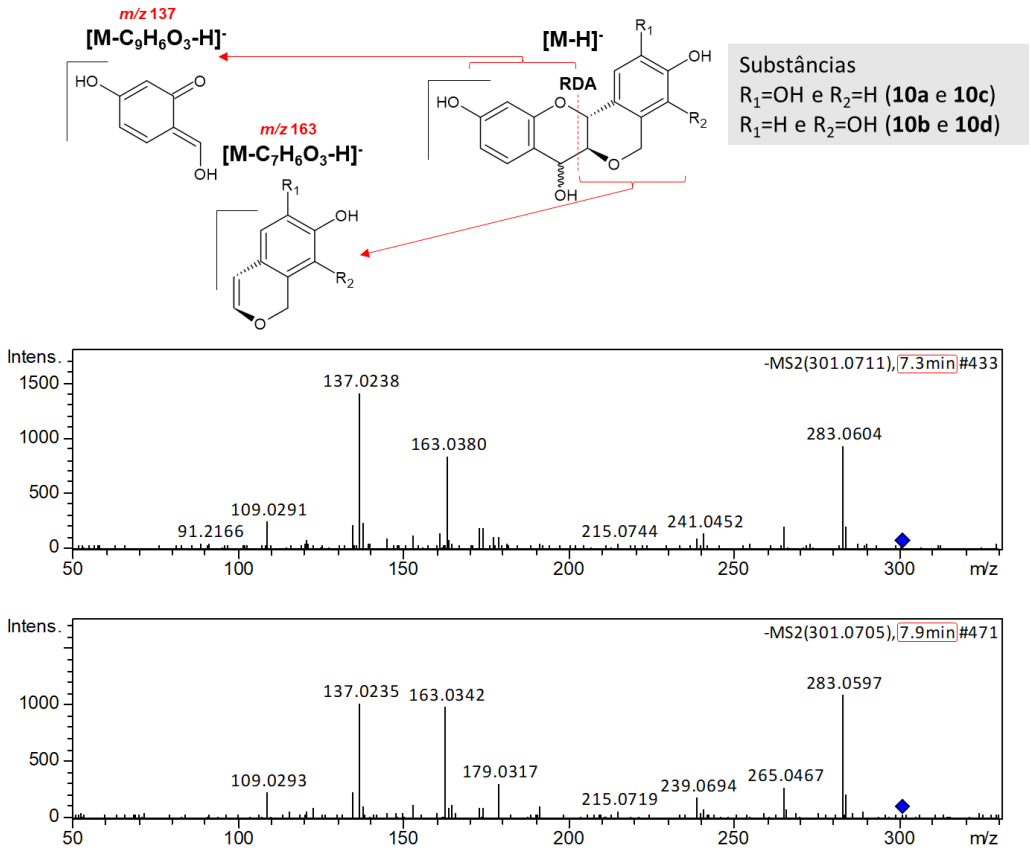


Figura 56. Perfil de fragmentação MS^2 das substâncias **10a-d** nos TRs 7,3 e 7,9 min.

A análise do perfil cromatográfico obtido em CLAE-EMAR permitiu estabelecer a ordem de eluição dos peltoginoides identificados. O rel-(2,3-*trans*-3,4-*trans*)-peltoginol (**10a**) e o rel-(2,3-*trans*-3,4-*cis*)-peltoginol B (**10c**) coeluíram em 7,3 min., enquanto o rel-(2,3-*trans*-3,4-*trans*)-mopanol (**10b**) e o rel-(2,3-*trans*-3,4-*cis*)-mopanol B (**10d**) coeluíram em 7,9 min. (Figura 57). As diferenças no tempo de retenção podem estar associadas às conformações moleculares conforme as observações de Drewes e Roux (1967), sendo semi planares para **10a** e **10b** (2,3-*trans*-3,4-*trans*) e não planares para **10c** e **10d** (2,3-*trans*-3,4-*cis*), além da diferença no padrão de substituição do anel B, o que pode influenciar na mobilidade dos compostos na fase estacionária utilizada.

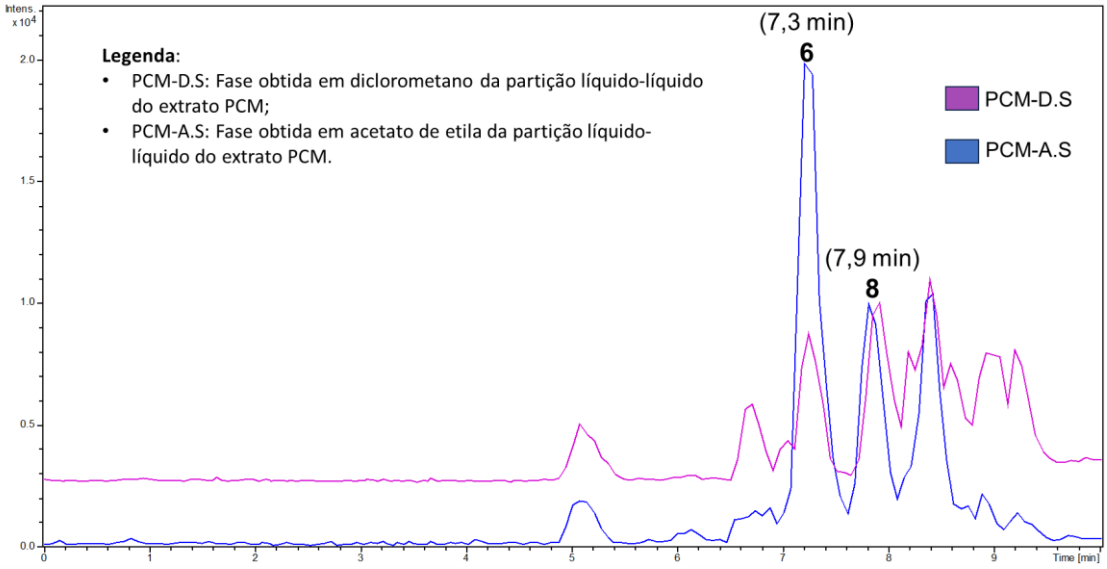


Figura 57. Cromatograma *Base Peak Chromatogram* – BPC das fases particionadas PCM-D.S e PCM-A.S.

A proporção relativa dos picos cromatográficos foi determinante para a diferenciação entre os pares de isômeros e epímeros. Os isômeros **10a** e **10b** foram majoritários, correspondendo a aproximadamente 65–90% do total, enquanto os epímeros **10c** e **10d** representaram cerca de 10–35%, em concordância com a distribuição previamente observada para espécies do gênero Peltogyne (FERREIRA *et al*., 1992).

As proporções entre os peltoginoides **10a-d** foram estimadas a partir do espectro de RMN de ^{1}H, com base na integração das áreas de quatro sinais característicos do hidrogênio oximetínico H-3 do anel C de cada composto. Dessa forma, foram obtidas as seguintes proporções relativas aproximadas: rel-(2,3-*trans*-3,4-*trans*)-peltoginol (**10a**), 40,16%; rel-(2,3-*trans*-3,4-*trans*)-mopanol (**10b**), 27,31%; rel-(2,3-*trans*-3,4-*cis*)-peltoginol B (**10c**), 19,28%; e rel-(2,3-*trans*-3,4-*cis*)-mopanol B (**10d**), 13,25%, conforme ilustrado na Figura 58.

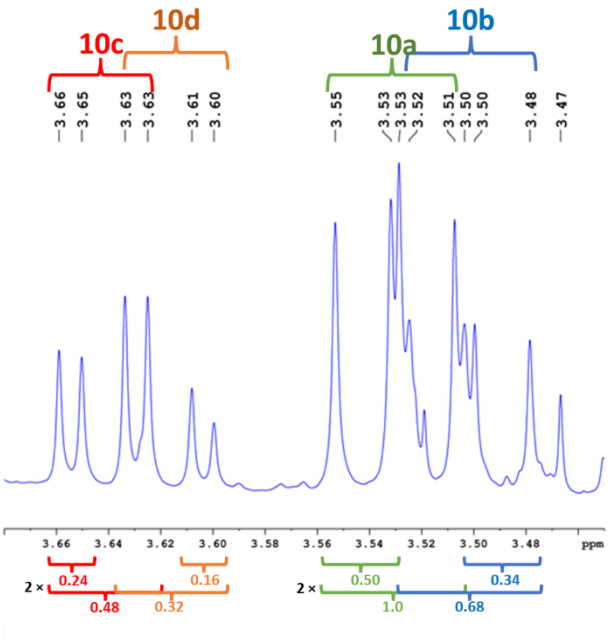


Figura 58. Ampliação da região δ_H 3,68-3,46 do espectro de RMN de ^{1}H correspondente aos duplos dupletos de H-3 do anel C das substâncias **10a-d**.

Os peltoginoides identificados (**10a-d**) são pouco descritos na literatura, sendo este o primeiro registro descrito em mistura e em *P. catingae*. Entre eles, o rel-(2,3-*trans*-3,4-*trans*)-peltoginol (**10a**) e o rel-(2,3-*trans*-3,4-*trans*)-mopanol (**10b**) são frequentemente relatados em estudos com espécies do gênero *Peltogyne,* podendo ser considerados como potenciais marcadores químicos desse táxon (TAGA *et al*., 2025; CHAN *et al*., 1958; MALAN & ROUX, 1974; ALMEIDA *et al.*, 1973; DREWES & ROUX, 1966). As atividades biológicas dessas substâncias permanecem, em grande parte, desconhecidas. Até o momento, há apenas um relato de atividade antimicrobiana, no qual BASSET *et al*., (2015) isolaram o (+)-mopanol de resíduos madeireiros de *Peltogyne* sp., obtendo CIM de 1 µg/mL contra *Candida krusei* LMGO 174 em ensaio *in vitro*, indicando seu potencial como agente antifúngico.

5.4.2 Substâncias 10a em PCM-14a.6.6 e 10c em PCM-14a.5.7

As frações PCM-14a.6.6 (43,2 mg) e PCM-14a.5.7 (7,2 mg) apresentaram aspecto de sólido cristalino avermelhado e exibiram cromóforos em CCD, com resposta positiva para fenólicos ao utilizado a solução reveladora de cloreto

férrico, além de absorção sob luz UV a 254 e 366 nm. As amostras foram obtidas conforma o Procedimento 4.9, Esquema 6 (pág. 59).

O rel-(2,3-*trans*-3,4-*trans*)-peltoginol (**10a**) e o seu epímero rel-(2,3-*trans*-3,4-*cis*)-peltoginol B (**10c**) foram concentrados em frações distintas. A análise individual dos espectros de RMN de ^{1}H (Figura A55, pág. 200 e Figura A58, pág. 201) e a comparação dos mesmos (Figura 59) revelaram grande similaridade nos deslocamentos químicos e padrões de desdobramento dos sinais (Tabela 26, pág. 108), em concordância com os dados espectrais previamente discutidos no tópico anterior para a amostra PCM-A.S. Para a substância **10a** foram realizadas análises de RMN ^{13}C (Figura A56, pág. 200) e HSQC (Figura A57, pág. 201).

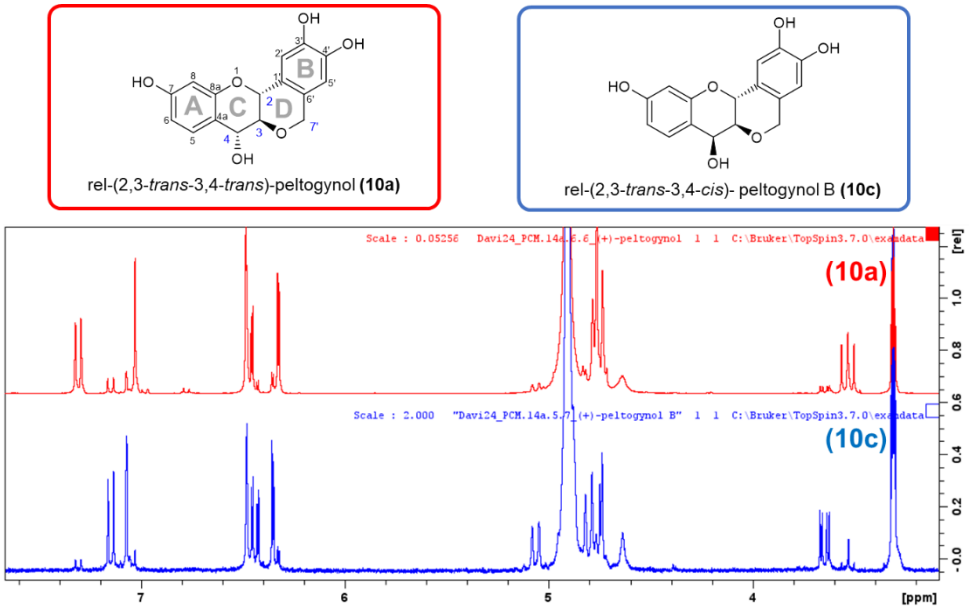


Figura 59. Ampliação e comparação dos espectros de RMN de ^{1}H das substâncias **10a** e **10c**.

A principal diferença estrutural observada nos espectros de RMN de ^{1}H das substâncias **10a** e **10c** foi atribuída às constantes de acoplamento entre os hidrogênios H-3 e H-4 no anel C (Figura 60). O rel-(2,3-*trans*-3,4-*trans*)-peltoginol (**10a**) apresentou acoplamento axial (*J*= 8,5 Hz), compatível com a configuração 3,4-*trans*, enquanto que o epímero rel-(2,3-*trans*-3,4-*cis*)-peltoginol B (**10c**) exibiu acoplamento equatorial (*J*= 3,5 Hz) característico da configuração 3,4-*cis*.

Tabela 26. Dados espectroscópicos de RNM ^{1}H das substâncias **10a** e **10c**, e RMN ^{13}C, HSQC de **10a**.

N°	RMN ^{1}H [(1)] δ_H: multi *J* (Hz)	RMN ^{1}H δ_H: multi *J* (Hz)		RMN ^{1}H [(1)] δ_H: multi *J* (Hz)	^{13}C[(4)]	RMN ^{1}H δ_H: multi *J* (Hz)		^{13}C[(5)]
	rel-(2,3-*trans*-3,4-*cis*)-peltoginol B (**10c**)	HASHIDA *et al*., 2014 [(2)] (-)-fisetinidol-4β-ol	MALAN *et al*., 1990[(7)] (+)-peltoginano (monômero)	rel-(2,3-*trans*-3,4-*trans*)-peltoginol (**10a**)		GAO *et al*., 2004 [(4)] (+)-mopanol	MALAN *et al*., 1990[(7)] (+)-peltoginano (monômero)	TAGA *et al*., 2025 (+)-peltoginol
2	5,06 *d* (10,0)	4,85 *d* (9,5)	5,07 *d* (9,8)	4,76 *d* (9,8)	73,37	4,78 *d* (10,0)	5,07 *d* (9,8)	72,7
3	3,64 *dd* (10,0, 3,5)	3,89 *dd* (9,5, 3,5)	4,05 *dd* (6,3, 9,8)	3,53 *dd* (9,8, 8,5)	79,71	3,41 *dd* (10,0, 9,0)	4,05 *dd* (6,3, 9,8)	79,2
4	4,74 *d* (3,5)	4,56 *d* (3,5)	4,96 *d* (6,3)	4,74 *d* (8.5)	70,67	4,63 *d* (9,0)	4,96 *d* (6,3)	69,9
4a					117,79			118,0
5	7,15 *d* (8,4)	7,11 *d* (8,0)	6,83 *d* (8,5)	7,31 *d* (8,5)	130,25	7,23 *d* (8,5)	6,83 *d* (8,5)	130,1
6	6,44 *dd* (8,4, 2,4)	6,40 *d* (8,0, 2,5)	6,49 *dd* (8,5, 2,2)	6,47 *dd* (8,5, 2,4)	110,50	6,42 *dd* (8,5, 2,5)	6,49 *dd* (8,5, 2,2)	109,9
7					159,33			158,7
8	6,35 *d* (2,4)	6,24 *d* (2,5)	6,58 *d* (2,2)	6,32 *d* (2,4)	103,66	6,23 *d* (2,5)	6,58 *d* (2,2)	103,1
8a					156,55			155,9
1’					125,09			124,9
2’	7,07 *sl*	6,91 *d* (2,0)	7,23 *s*	7,03 *sl*	113,80	6,77 *d* (8,0)	7,23 *s*	113,4
3’					145,76	6,88 *d* (8,0)		145,9
4’					146,68			145,0
5’	6,48 *sl*	6,78 *d* (8,0)	6,44 *s*	6,48 *sl*	111,28		6,44 *s*	111,0
6’		6,74 *dd* (8,0, 2,0)			127,51			127,4
7’	4,89 *d* (15,0) 4,80 *d* (15,0)		4,88 *d* (14,5) 4,68 *d* (14,5)	4,80 *d* (14,7) 4,76 *d* (14,7)	69,11	4,85 *d* (15,0) 4,62 *d* (15,0)	4,88 *d* (14,5) 4,68 *d* (14,5)	68,3

[(1)]CD_3OD, ^{1}H-300 MHz, ^{13}C-75 MHz; [(2)]CD_3COCD_3/D_2O (95/5), ^{1}H-500 MHz; [(3)]C_6D_6, ^{1}H-300 MHz; [(4)]CD_3COCD_3, ^{1}H-500 MHz; [(5)]CD_3OD, ^{13}C-125 MHz

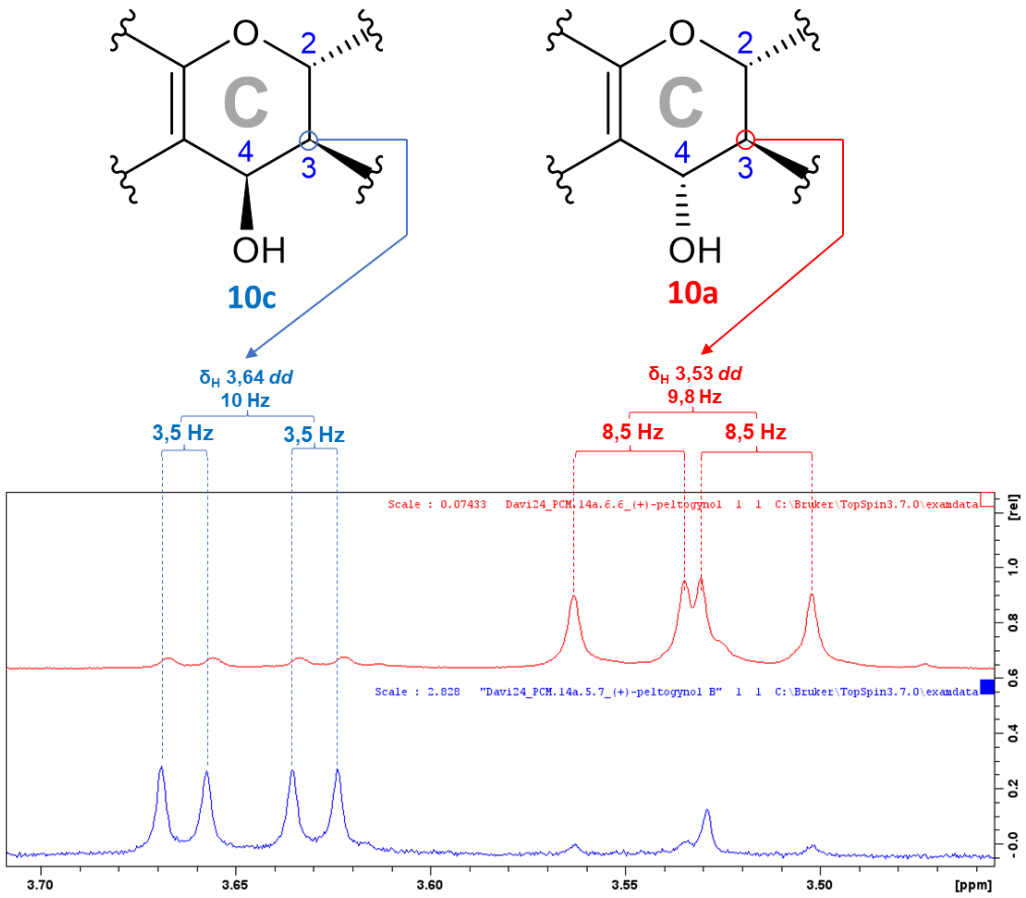


Figura 60. Ampliação da região δ_H 3,70 – 3,45 ppm dos espectros do RMN de ^{1}H das substâncias **10a** e **10c**.

Na comparação dos espectros de RMN ^{1}H também foi possível notar similaridades estruturais, destacando-se o sistema ABX no anel A, com constantes acoplamentos *orto* (*J*= 8,4 Hz) e *meta* (*J*= 2,4 Hz) e o mesmo padrão de substituição de hidroxilas em C-3 e C-4 do anel B (Figura 61). Adicionalmente, observaram-se sinais característicos de hidrogênios oximetínicos dos anéis C e D na região de δ_H 5,10 – 4,70 ppm (Figura 62).

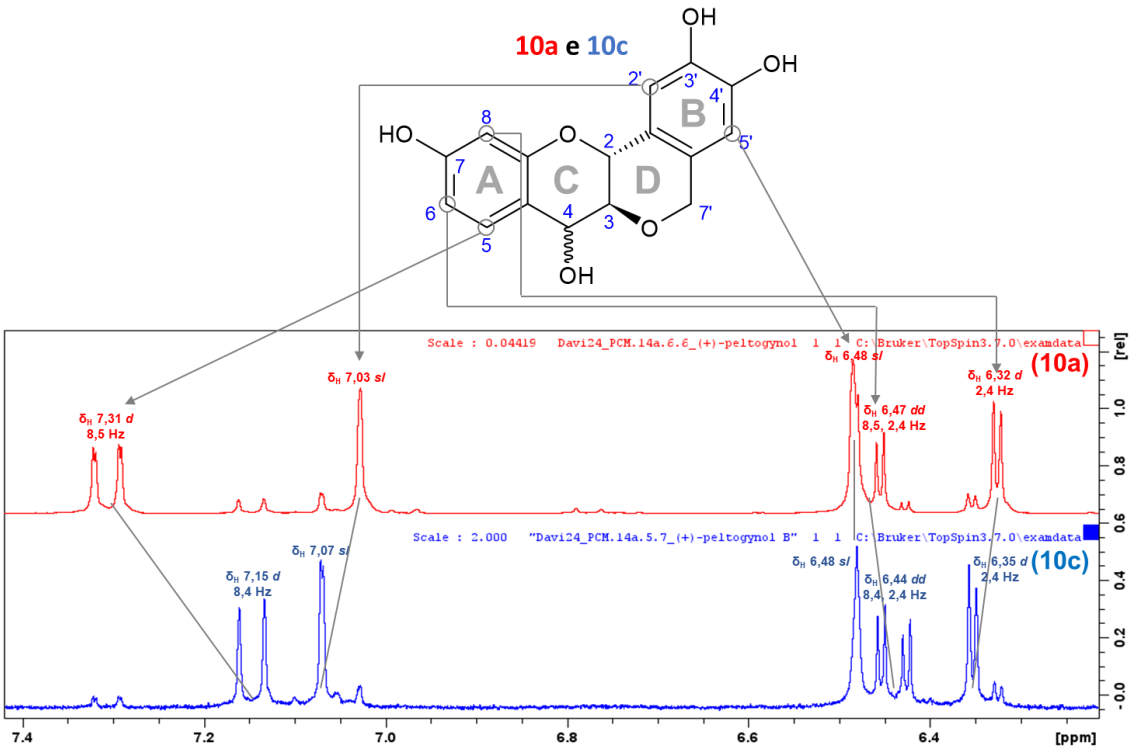


Figura 61. Ampliações da região δ_H 7,4 – 6,2 ppm dos espectros do RMN de ^1H das substâncias **10a** e **10c**.

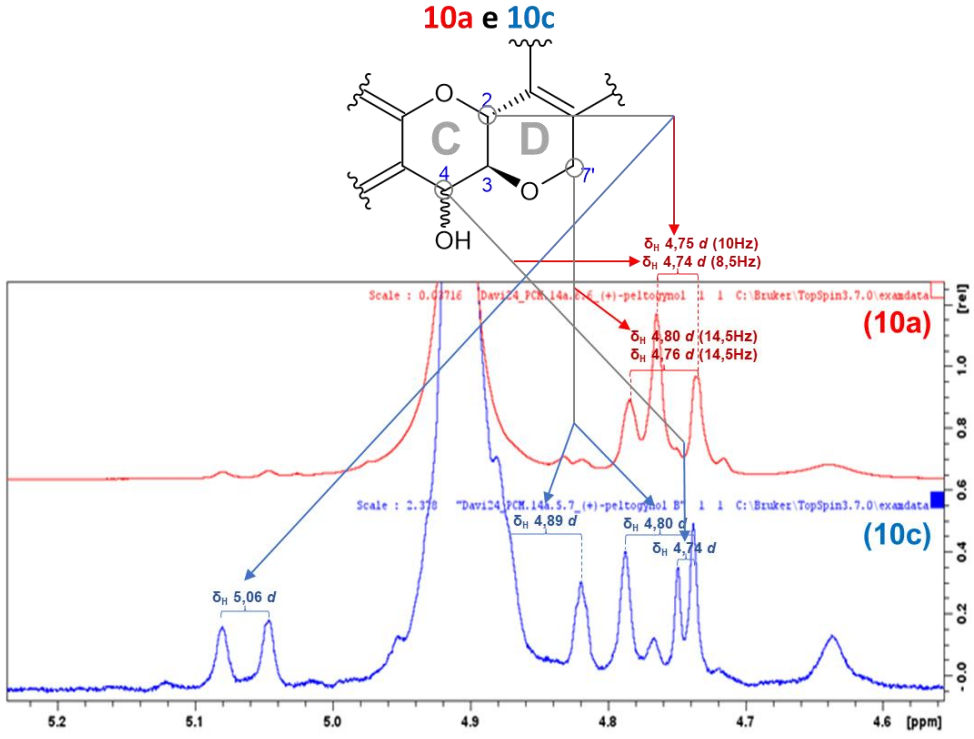


Figura 62. Ampliações da região δ_H 5,20 – 4,6 ppm dos espectros do RMN de ^1H das substâncias **10a** e **10c**.

As análises por CLAE-EMAR (ESI-MS², modo negativo) das substâncias **10a** e **10c** revelaram perfis cromatográficos e de fragmentação MS² idênticos, com tempos de retenção em 5,8 e 6,0 min, respectivamente (Figura 63), e absorções UV em 250 e 280 nm. Os íons moleculares em *m/z* 301,0712 e 301,0715 foram compatíveis com a fórmula $C_{16}H_{13}O_6$ (calculado: *m/z* 301,0718). O íon fragmento em *m/z* 283 resultou da perda de H_2O (−18 u), enquanto os íons em *m/z* 137 e 163 foram atribuídos à clivagem retro-Diels–Alder do anel C, originando fragmentos derivados do anel A e dos anéis B e D, respectivamente (ALMEIDA *et al*., 1974), em concordância com o perfil descrito no tópico anteriormente.

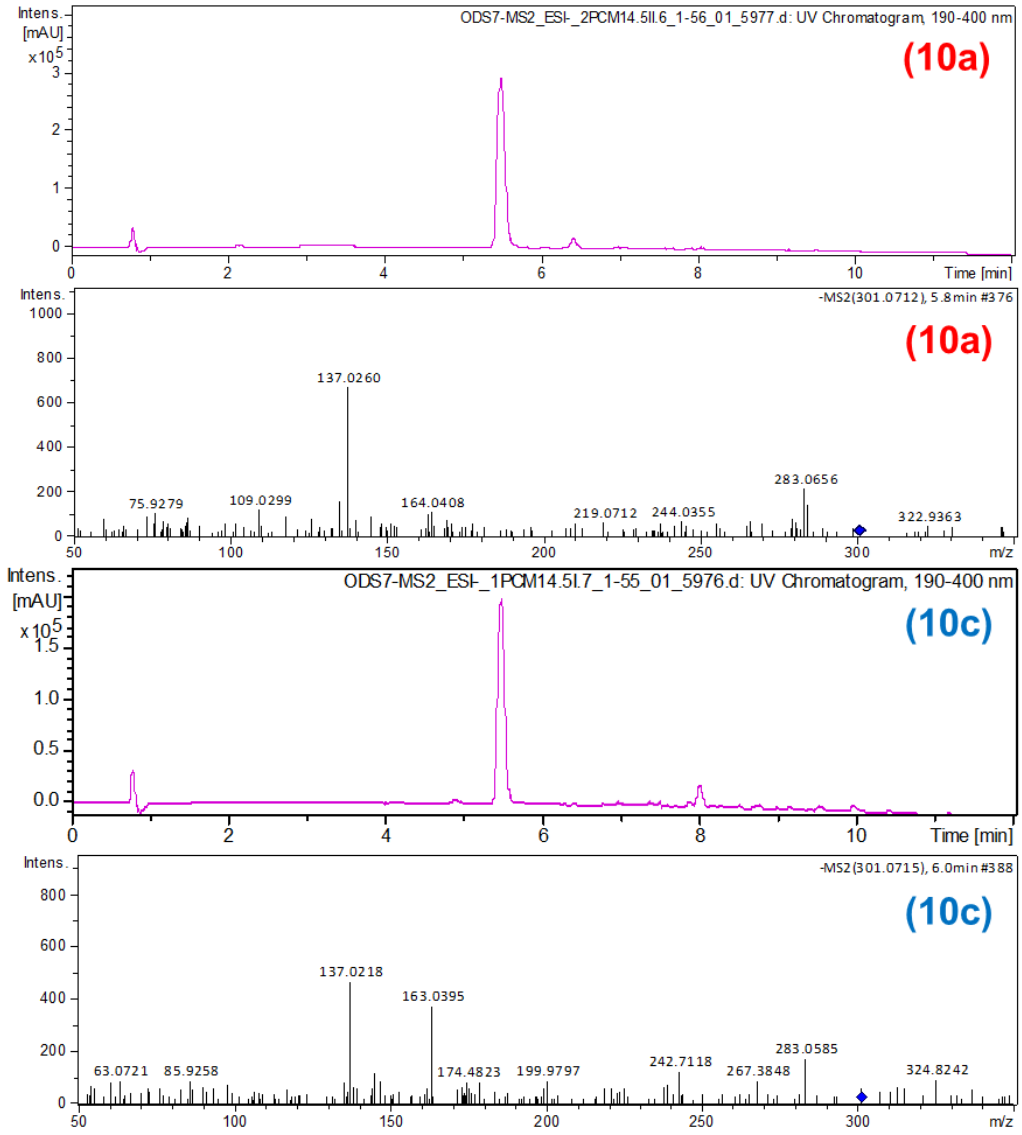


Figura 63. Perfil cromatográfico *Base Peak Chromatogram* (BPC) e fragmentação MS^2 das substâncias **10a** e **10c**.

5.4.3 Misturas 10a/10c em PCM-14b.10.9.4 e 10b/10c em PCM-14b.12.7.8

As frações PCM-14b.10.9.4 (31,0 mg) e PCM-14b.12.7.8 (14,2 mg) apresentaram aspecto de sólido cristalino avermelhado, com resposta positiva em CDD ao revelador solução de cloreto férrico, além de exibirem cromóforos com absorções sob a luz UV a 254 e 366 nm. As amostras foram obtidas conforme o Procedimento 4.9, Esquema 6, (pág. 59).

O rel-(2,3-*trans*-3,4-*trans*)-peltoginol (**10a**) e seu epímero rel-(2,3-*trans*-3,4-*cis*)-peltoginol B (**10c**), assim como o rel-(2,3-*trans*-3,4-*trans*)-mopanol (**10b**) e seu epímero rel-(2,3-*trans*-3,4-*cis*)-mopanol-B (**10d**), foram concentrados em pares em frações distintas. A análise individual e comparativa dos espectros de RMN de ^{1}H (Figura A59, pág. 202 e Figura A60, pág. 202) evidenciou elevada similaridade nos deslocamentos químicos e nos padrões e desdobramento dos sinais (Figura 64, Tabela 27), em concordância com os dados espectrais previamente discutidos em tópicos anteriores.

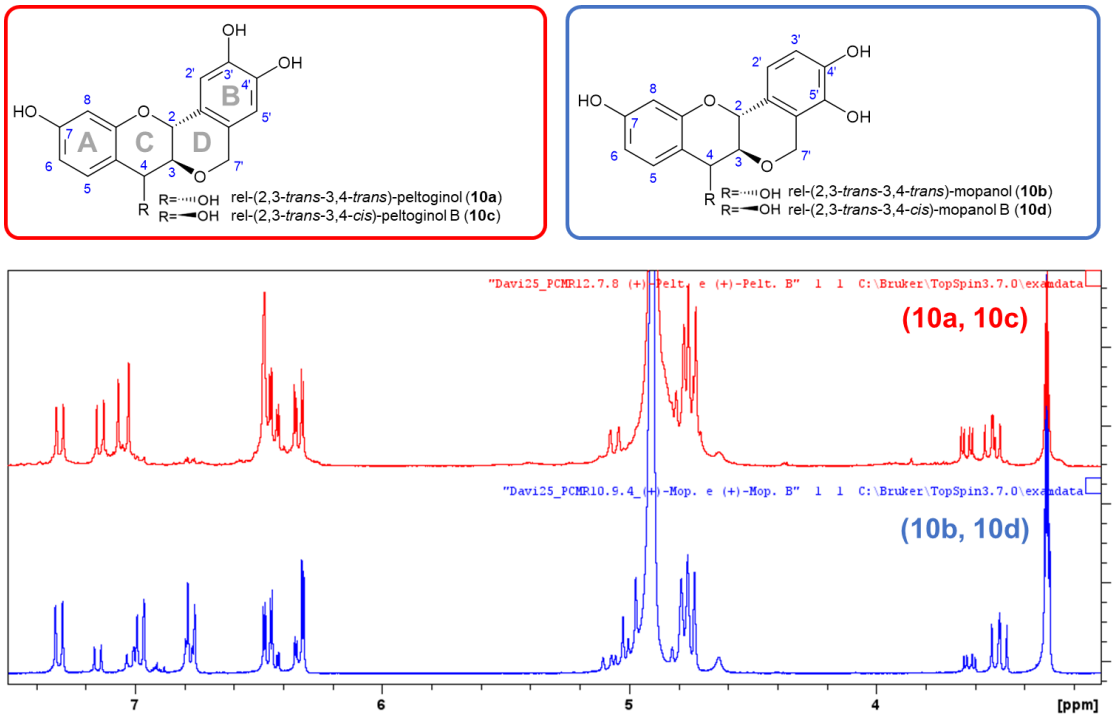


Figura 64. Ampliações comparativas dos espectros de RMN de ^{1}H (300 MHz, CD_3OD) das substâncias **10a/10c** e **10b/10d**.

Tabela 27. Dados espectroscópicos de RNM de ^{1}H dos pares de substâncias **10a/10c** e **10b/10d**.

N°	RMN ^{1}H [1] δ_H: multi *J* (Hz)	RMN ^{1}H δ_H: multi *J* (Hz)	RMN ^{1}H [1] δ_H: multi *J* (Hz)	RMN ^{1}H δ_H: multi *J* (Hz)		RMN ^{1}H [1] **δ_H: multi *J* (Hz)**	RMN ^{1}H **δ_H: multi** [1]	RMN ^{1}H [1] **δ_H: multi *J* (Hz)**	RMN ^{1}H **δ_H: multi** [1]	
	rel-(2,3-*trans*-3,4-*trans*)-peltoginol (**10a**)	GAO *et al.*, 2004 [4] (+)-mopanol	rel-(2,3-*trans*-3,4-*cis*)-peltoginol B (**10c**)	HASHIDA *et al.*, 2014 [2] (-)-fisetinidol-4β-ol	MALAN *et al.*, 1990[7] (+)-peltoginano (monômero)	rel-(2,3-*trans*-3,4-*trans*)-mopanol (**10b**)	GAO *et al.*, 2004 [4] (+)-mopanol	rel-(2,3-*trans*-3,4-*cis*)-mopanol D (**10d**)	HASHIDA *et al.*, 2014 [2] (-)-fisetinidol-4α-ol	MALAN *et al.*, 1990 [3] (+)-mopanano (monômero)
2	4,76 *d* (10)	4,78 *d* (10,0)	5,06 *d* (10,0)	4,85 *d* (9,5)	5,07 *d* (9,8)	4,78 *d* (10)	4,78 *d* (10,0)	5,08 *d* (10)	4,85 *d* (9,5)	5,51 *d* (9,9)
3	3,53 *dd* (9,8, 8,5)	3,41 *dd* (10,0, 9,0)	3,63 *dd* (10,0, 3,5)	3,89 *dd* (9,5, 3,5)	4,05 *dd* (6,3, 9,8)	3,50 *dd* (10, 8,5)	3,41 *dd* (10,0, 9,0)	3,62 *dd* (10, 3,5)	3,89 *dd* (9,5, 3,5)	4,03 *dd* (6,5, 9,9)
4	4,75 *d* (8.5)	4,63 *d* (9,0)	4,74 *d* (3,5)	4,56 *d* (3,5)	4,96 *d* (6,3)	4,76 *d* (8.5)	4,63 *d* (9,0)	4,79 *d* (3,5)	4,56 *d* (3,5)	5,35 *d* (6,5)
4a										
5	7,30 *d* (8,5)	7,23 *d* (8,5)	7,14 *d* (8,4)	7,11 *d* (8,0)	6,83 *d* (8,5)	7,31 *d* (8,5)	7,23 *d* (8,5)	7,15 *d* (8,5)	7,11 *d* (8,0)	7,00 *d* (8,5)
6	6,47 *dd* (8,5, 2,4)	6,42 *dd* (8,5, 2,5)	6,44 *dd* (8,4, 2,4)	6,40 *d* (8,0, 2,5)	6,49 *dd* (8,5, 2,2)	6,46 *dd* (8,5, 2,4)	6,42 *dd* (8,5, 2,5)	6,43 *dd* (8,5, 2,4)	6,40 *d* (8,0, 2,5)	6,59 *dd* (8,5, 2,5)
7										
8	6,32 *d* (2,4)	6,23 *d* (2,5)	6,35 *d* (2,4)	6,24 *d* (2,5)	6,58 *d* (2,2)	6,32 *d* (2,4)	6,23 *d* (2,5)	6,35 *d* (2,4)	6,24 *d* (2,5)	6,96 *d* (2,5)
8a										
1'										
2'	7,03 *sl*	6,77 *d* (8,0)	7,06 *sl*	6,91 *d* (2,0)	7,23 *s*	6,98 *d* (8,4)	6,88 *d* (8,0)	7,02 *d* (8,4)	6,91 *d* (2,0)	7,06 *dd* (8,5, 1,2)
3'		6,88 *d* (8,0)				6,77 *d* (8,4)	6,77 *d* (8,0)	6,78 *d* (8,4)		6,59 *d* (8,5)
4'										
5'	6,48 *sl*		6,48 *sl*	6,78 *d* (8,0)	6,44 *s*				6,78 *d* (8,0)	
6'				6,74 *dd* (8,0, 2,0)					6,74 *dd* (8,0, 2,0)	
7'	4,78 *d* (14,7)	4,85 *d* (15,0)	4,84 *d* (15,0)	-	4,88 *d* (14,5)	5,00 *d* (15,5)	4,85 *d* (15,0)	5,03 *d* (15,4)	4,87 *d* (16,0)	4,87 *d* (16,0)
	4,75 *d* (14,7)	4,62 *d* (15,0)	4,75 *d* (15,0)		4,68 *d* (14,5)	4,76 *d* (15,5)	4,62 *d* (15,0)	4,80 *d* (15,4)	4,73 *d* (16,0)	4,73 *d* (16,0)

[1]CD_3OD, ^{1}H-400 MHz; [2]CD_3COCD_3/D_2O (95/5), ^{1}H-500 MHz; [3]C_6D_6, ^{1}H-300 MHz; [4]CD_3COCD_3, ^{1}H-500 MHz;

Os isômeros rel-(2,3-*trans*-3,4-*trans*)-peltoginol (**10a**) e o rel-(2,3-*trans*-3,4-*trans*)-peltoginol mopanol (**10b**) apresentaram acoplamentos axiais entre H-3 e H-4 (*J*= 8,5 HZ), compatíveis com a configuração 3,4-*trans*, enquanto seus epímeros rel-(2,3-*trans*-3,4-*cis*)-peltoginol B (**10c**) e rel-(2,3-*trans*-3,4-*cis*)-mopanol B (**10d**) exibiram acoplamentos equatoriais (*J*= 3,5 Hz), característicos da configuração 3,4-*cis*. Em todos os peltoginoides (**10a-d**), observaram-se acoplamentos axiais entre H-2 e H-3 (*J*≈ 10 Hz), condizentes com a configuração 2,3-*trans* (Figura 65). Com base nas integrais do sinal de H-3 do anel C, as proporções relativas entre os pares de epímeros foram **10a**/**10c** = 1: 0,71 e **10b**/**10d** = 1: 0,4.

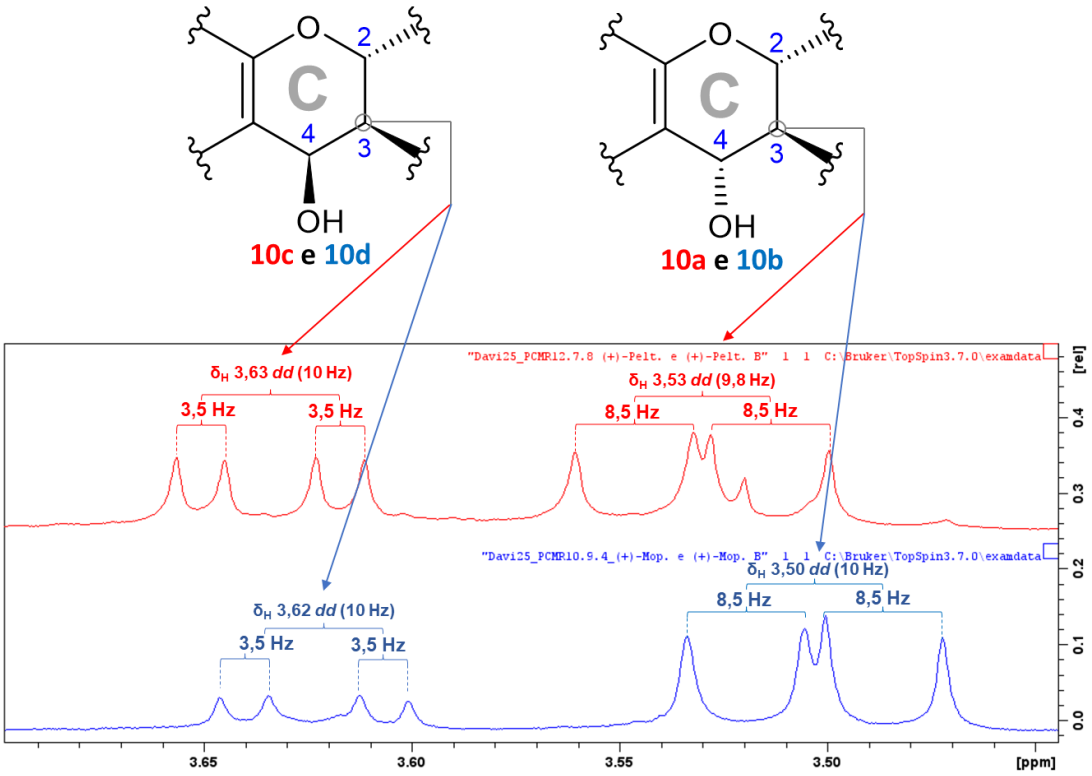


Figura 65. Ampliação comparativa da região δ_H 3,70 – 3,45 ppm dos espectros do RMN de ^{1}H dos pares de substâncias **10a/10c** e **10b/10d**.

As principais diferenças estruturais observadas nos espectros de RMN de ^{1}H (Figura 66) entre os pares **10a**/**10c** e **10b**/**10d** relacionaram-se ao padrão de substituição das hidroxilas no anel B. Os epímeros **10a** e **10c** exibiram sinais compatíveis com hidroxilas substituídas em C-3 e C-4, evidenciados por pares de simpletos observados em δ_H 7,03 e 6,48 para **10a** e δ_H 7,06 e 6,48 para **10c**. Em contraste, os epímeros **10b** e **10c** exibiram constantes de acoplamentos *orto*

(*J*= 8,4 Hz), característico de um padrão de substituição das hidroxilas em C-4 e C-5 do anel B.

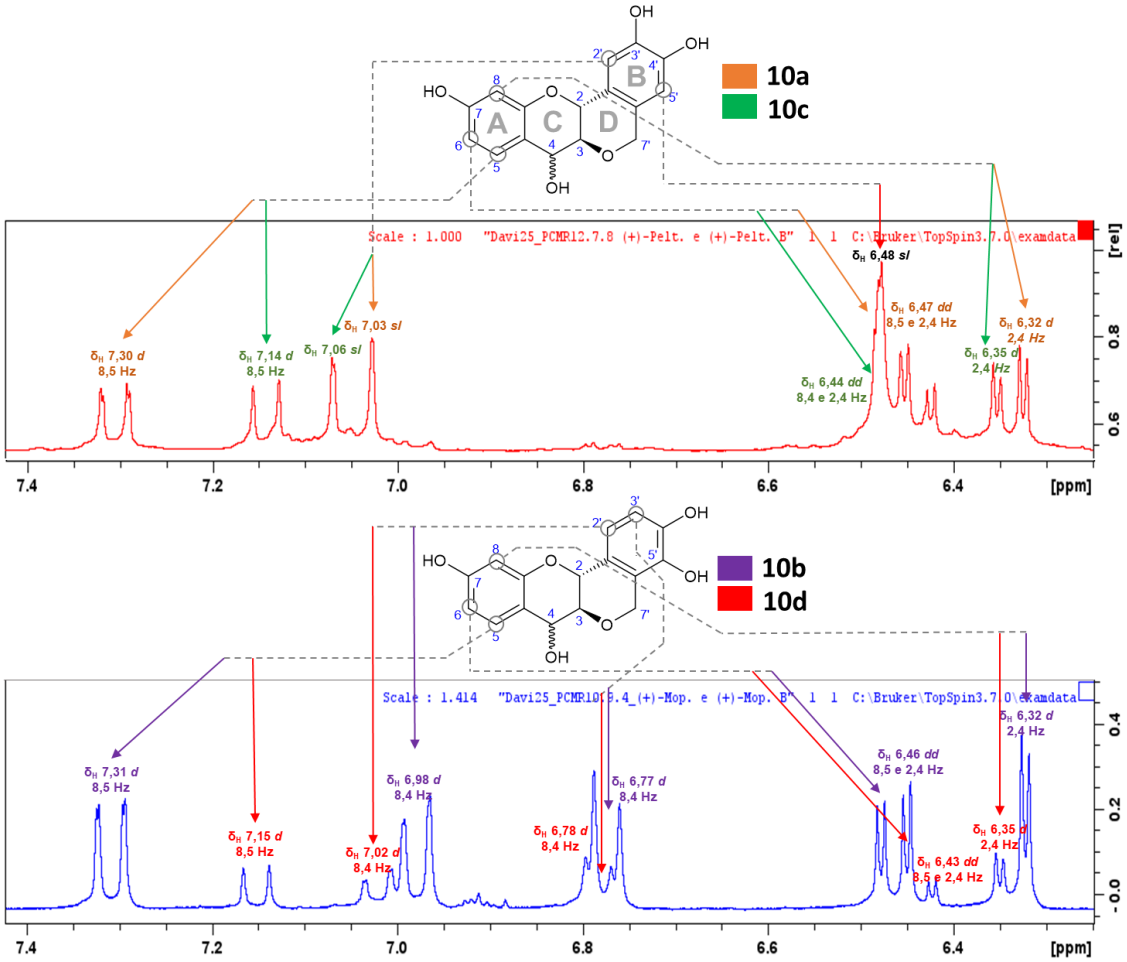


Figura 66. Ampliações das regiões de δ_H 7,4 – 6,2 ppm dos espectros do RMN de ^{1}H das substâncias **10a/10c** e **10b/10d**.

Na comparação dos espectros de RMN de ^{1}H, observaram-se similaridades estruturais, com destaque para o sistema ABX no anel A, evidenciado por de acoplamentos *orto* (*J*= 8,5 Hz) e *meta* (*J*= 2,4 Hz).

Adicionalmente, foram identificados sinais característicos de hidrogênios oximetínicos dos anéis C e D na região de δ_H 5,15 – 4,70 ppm (Figura 67).

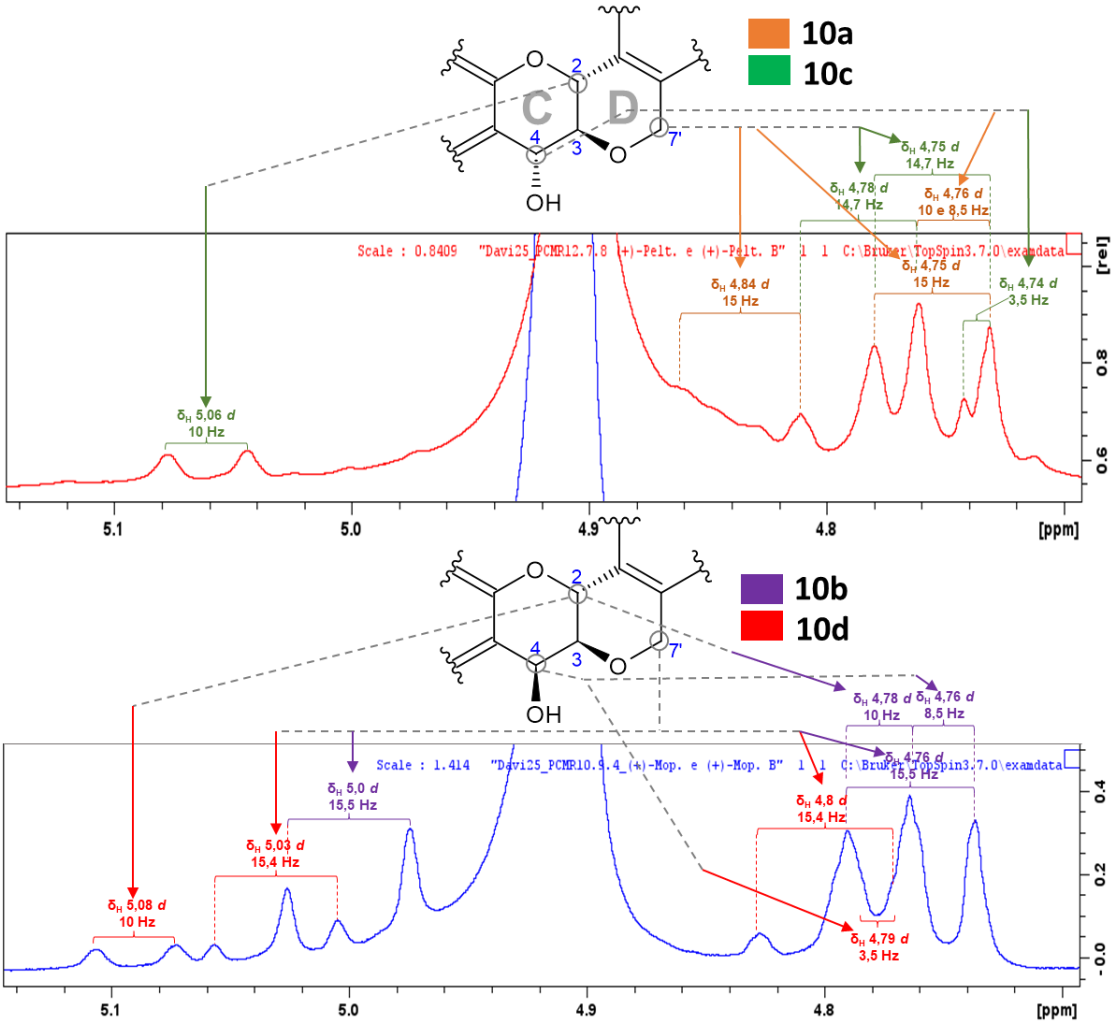


Figura 67. Ampliações da região δ_H 5,15 – 4,7 ppm dos espectros do RMN de ^1H das substâncias **10a/10c** e **10b/10d**.

As análises em CLAE-EMAR (ESI-MS^2, modo negativo) dos pares de substâncias **10a**/**10c** e **10b**/**10d** evidenciaram perfis cromatográficos distintos com tempos de retenção em torno de 5,5 e 6,5 min, respectivamente, porém com padrões de fragmentação MS^2 idênticos (Figura 68), além de absorções UV em 240 e 280 nm. Em ambos os casos, observaram-se íons moleculares em *m/z* 301,0704 (**10a**/**10c**) e 301,0712 (**10b**/**10d**), compatíveis com a fórmula $C_{16}H_{13}O_6$ (calculado: *m/z* 301,0718). Os íons fragmentos em *m/z* 283 foram atribuídos à perda de H_2O (-18 u), enquanto os íons em *m/z* 137 e 163 resultaram da clivagem retro-Diels–Alder do anel C, originando fragmentos derivados do anel A e dos anéis B e D, respectivamente, em concordância com dados previamente descritos (ALMEIDA *et al*., 1974).

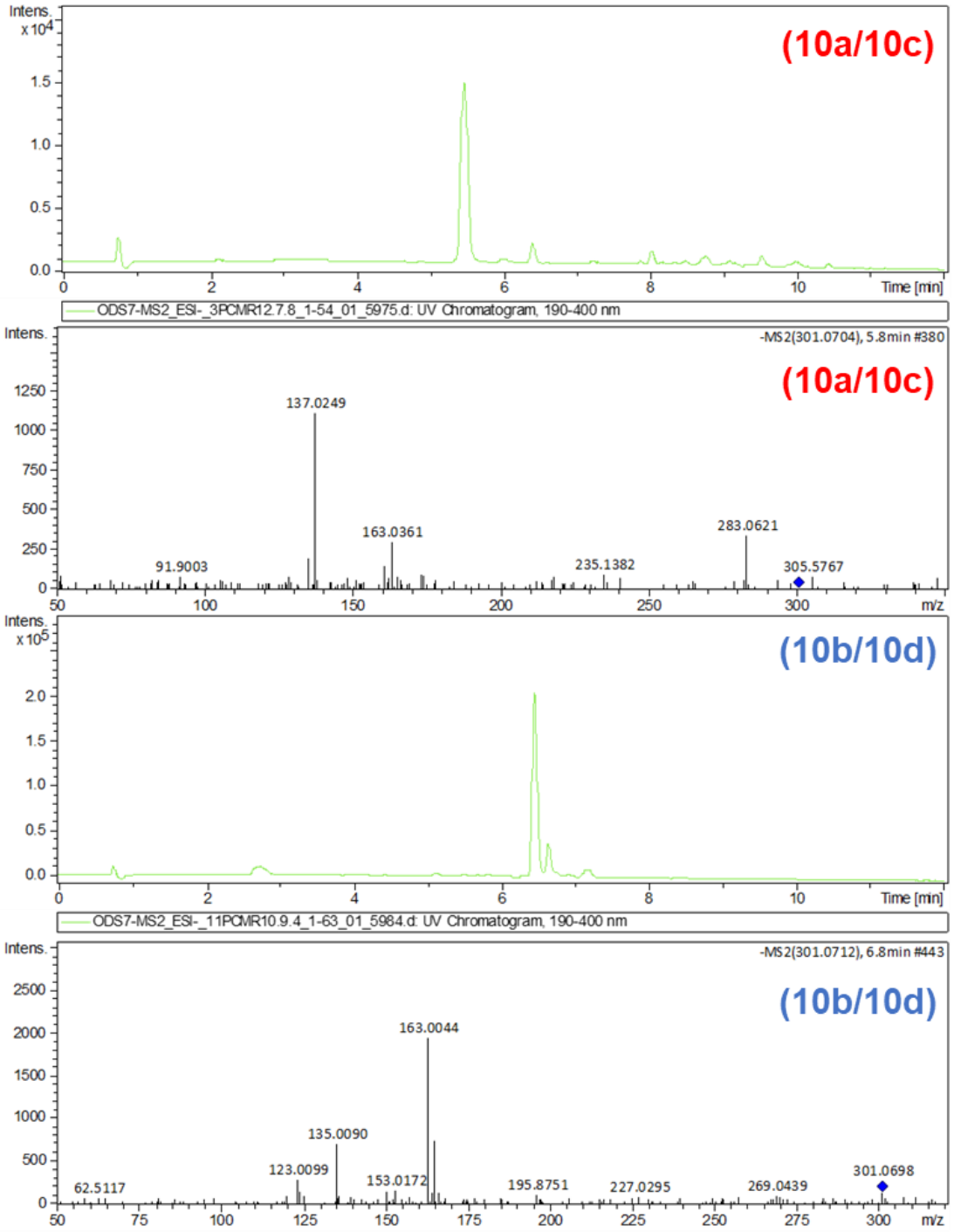


Figura 68. Perfil cromatográfico *Base Peak Chromatogram* (BPC) e fragmentação MS^2 dos pares de substâncias **10a/10c** e **10b/10d**.

5.4.4 Substância 11 em PCM-14b.7 e substância 13 em PCM-14b.9.7

As frações PCM-14b.7 (2,0 mg) e PCM-14b.9.7 (8,1 mg) apresentaram aspecto de sólido cristalino avermelhado, com resposta positiva para fenólicos em CDD quando revelado com solução de cloreto férrico, além de exibirem

cromóforos com absorções sob a luz UV a 254 e 366 nm. As substâncias foram obtidas conforme o Procedimento 4.9; Esquema 5 (pág. 55) para substância **11** e Esquema 6 (pág. 59) para a substância **13**.

As substâncias **11** e **13** são peltoginoides estruturalmente relacionados ao mopanol (**10b**) e o peltoginol (**10a**), respectivamente, diferindo apenas pelo padrão de oxidação do anel C. A análise individual e comparativa dos espectros de RMN de ^{1}H (Figura A61, pág. 203 - **11**; Figura A66, pág. 205 - **13**) revelou similaridades nos deslocamentos químicos e nos padrões de desdobramento (Figura 69, Tabela 28), em concordância com dados espectrais previamente disponíveis da literatura (MALAN & ROUX, 1973; MALAN *et al*., 1990; GAO *et al*., 2004; SILVA *et al*., 2020).

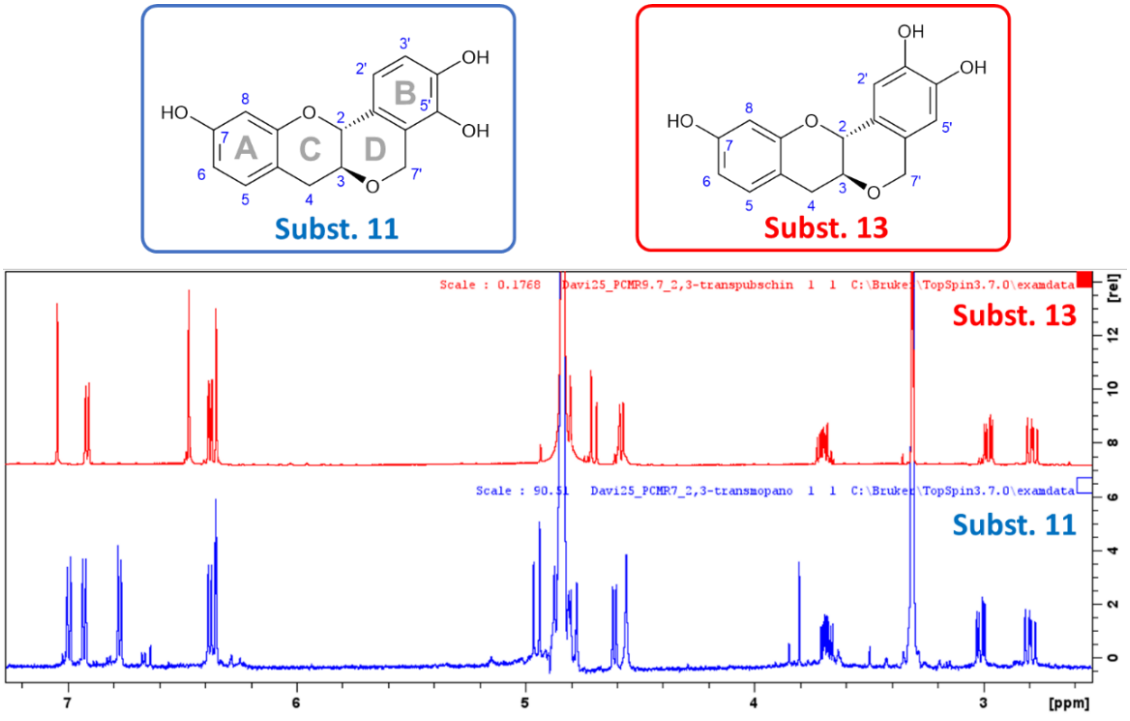


Figura 69. Ampliações comparativas da região entre δ_H 2,5-7,5 ppm dos espectros de RMN de ^{1}H (600 MHz, CD_3OD) das substâncias **11** e **13**.

Tabela 28. Dados espectroscópicos de RNM de 1D e 2D das substâncias **11** e **13**.

N°	**RMN ^{1}H** [(1)] δ_H: multi *J* (Hz) rel-(2,3-*trans*)-mopano (**11**)	**HMBC**	**^{13}C**[(1)]	**DEPTQ** [(1)]	**RMN ^{1}H δ_H: multi *J* (Hz)** SILVA *et al.*, 2020 [(2)] fisetinidol	GAO et al., 2004[(5)] (+)-mopanol	**RMN ^{1}H** [(1)] **δ_H: multi *J* (Hz)** rel-(2,3-*trans*)-pubeschin (**13**)	**HMBC**	**^{13}C**[(1)]	**DEPTQ** [(1)]	**RMN ^{1}H δ_H: multi *J* (Hz)** SILVA *et al.*, 2020 [(2)] fisetinidol	MALAN *et al.*, 1990 [(3)] (+)-peltoginano (monômero)
2	4,61 *d* (9,3)	C-3, C-4, C-2', C-6'	75,10	CH	4,65 *d* (7,1)	4,78 *d* (10,0)	4,58 *d* (9,3)	C-3, C-4, C-2', C-3'	75,12	CH	4,65 *d* (7,1)	5,07 *d* (9,8)
3	3,69 *ddd* (10,7, 9,3, 5,8)	C-2, C-7'	73,42	CH	4,01 *m*	3,41 *dd* (10,0, 9,0)	3,70 *ddd* (10,8, 9,3, 5,8)	C-2, C-4, C-7'	73,98	CH	4,01 *m*	4,05 *dd* (6,3, 9,8)
4	3,01 *dd* (14,9, 5,8) 2,79 *dd* (14,9, 10,7)	C-2, C-3, C5, C-8a	32,86	CH_2	2,87 *dd* (15,7, 4,9) 2,68 *dd* (15,7, 9,0)	4,63 *d* (9,0)	2,98 *dd* (14,8, 5,8) 2,79 *dd* (14,8, 10,8)	C-2, C-3, C5, C-8a	32,88	CH_2	2,87 *dd* (15,7, 4,9) 2,68 *dd* (15,7, 9,0)	4,96 *d* (6,3)
4a			112,94	C					113,02	C		
5	6,93 *d* (8,2)	C-4, C-7, C-9	131,79	CH	6,85 *d* (8,2)	7,23 *d* (8,5)	6,92 *d* (8,2)	C-4, C-7, C-8a	131,80	CH	6,85 *d* (8,2)	6,83 *d* (8,5)
6	6,38 *dd* (8,2, 2,4)	C-4, C-5, C-7	110,16	CH	6,34 *dd* (8,2, 2,3)	6,42 *dd* (8,5, 2,5)	6,38 *dd* (8,2, 2,4)	C-4a, C-7, C-8	110,20	CH	6,34 *dd* (8,2, 2,3)	6,49 *dd* (8,5, 2,2)
7			158,12	C					158,10	C		
8	6,35 *d* (2,4)	C-4a, C-6, C-7, C-8a	104,28	CH	6,29 *d* (2,3)	6,23 *d* (2,5)	6,35 *d* (2,4)	C-6, C-7, C-8a	104,31	CH	6,29 *d* (2,3)	6,58 *d* (2,2)
8a			156,57	C					156,55	C		
1'			126,38	C					125,78	C		
2'	7,00 *d* (8,2)	C-1', C-3', C-4', C-6'	117,97	CH	6,83 *d* (1,5)	6,88 *d* (8,0)	7,04 *sl*	C-1', C-3', C-4', C-6'	113,68	CH	6,83 *d* (1,5)	7,23 *s*
3'	6,77 *d* (8,2)	C-4', C-5', C-6'	114,93	CH		6,77 *d* (8,0)			145,67	C		
4'			145,20	C					146,56	C		
5'			141,62	C	6,76 *d* (8,1)		6,47 *sl*	C-1', C-3', C-4', C-7',	111,33	CH	6,76 *d* (8,1)	6,44 *s*
6'			123,67	C	6,71 *dd* (8,3, 1,6)				127,55	C	6,71 *dd* (8,3, 1,6)	
7'	4,95 *d* (15,0) 4,79 *d* (15,0)	C-3, C-1', C-2', C-6'	66,24	CH_2		4,85 *d* (15,0) 4,62 *d* (15,0)	4,82 *d* (14,5) 4,70 *d* (14,5)	C-3, C-1', C-4', C-5', C-6'	69,03	CH_2		4,88 *d* (14,5) 4,68 *d* (14,5)

[(1)]CD_3OD, ^{1}H-600 MHz, ^{13}C-150MHz; [(2)]CD_3OD, ^{1}H-300 MHz; [(3)]C_6D_6, ^{1}H-300 MHz; [(5)]CD_3COCD_3, ^{1}H-500 MHz

A análise dos espectros de RMN de ^{1}H (Figura 70) indicou que as substâncias **11** e **13** apresentam configuração 2,3-*trans*, evidenciada pelos acoplamentos axiais H-2/H-3 (*J*= 9,2 e 9,3 Hz, respectivamente). Observaram-se ainda acoplamentos axiais entre H-3/H_b-4 (*J*= 10,8 para **11** e 10,7 Hz para **13**), acoplamentos equatoriais entre H-3/H_a-4 (*J*= 5,8 Hz para ambas) e acoplamentos geminais H_a-4/H_b-4 (*J*= 14,8 para **11** e 14,7 Hz para **13**).

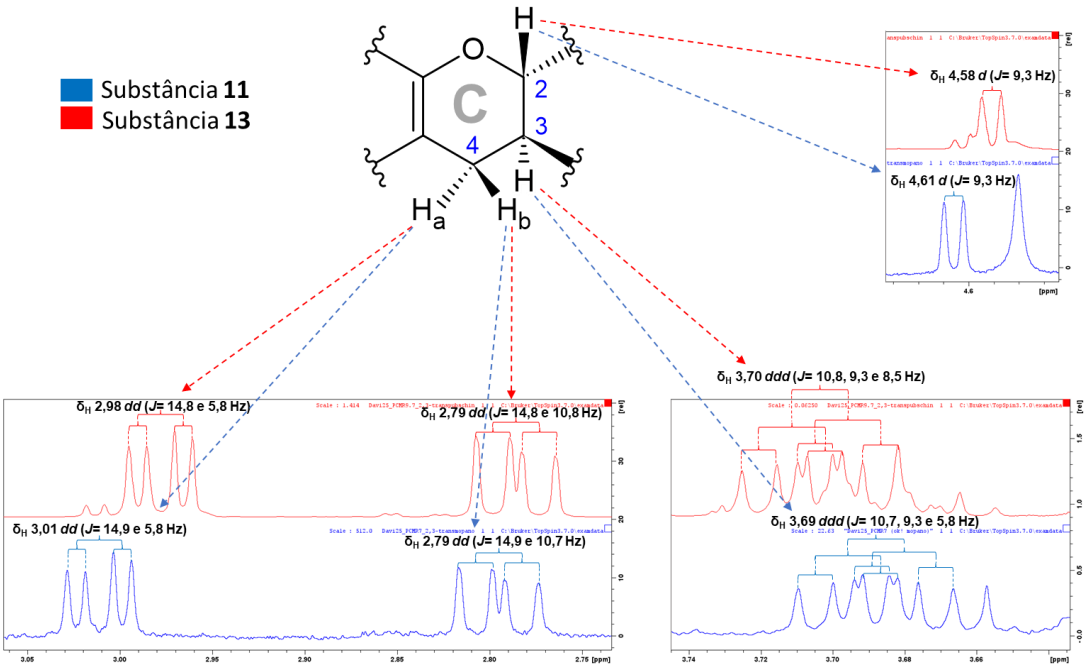


Figura 70. Ampliações das regiões δ_H 5,0-4,0, 3,7-3,60 e 3,0-2,7 ppm dos espectros de RMN de ^{1}H das substâncias **11** e **13**.

As análises dos espectros de RMN ^{1}H (Figura 71) indicaram, para as substâncias **11** e **13**, sinais de hidrogênios oximetilênicos do anel D, com constantes de acoplamento germinal de *J*= 15,0 e 14,5 Hz, respectivamente. As correlações observadas nos espectros de HSQC (Figura A64, pág. 204 - **11**; Figura A69, pág. 207 - **13**) e DEPTQ (Figura A63, pág. 204 - **11**; Figura A68, pág. 206 - **13**) confirmaram a atribuição desses sinais a carbonos oxigenados do tipo -O<u>C</u>H_2-, δ_C 66,24 (**11**) e 69,03 (**13**).

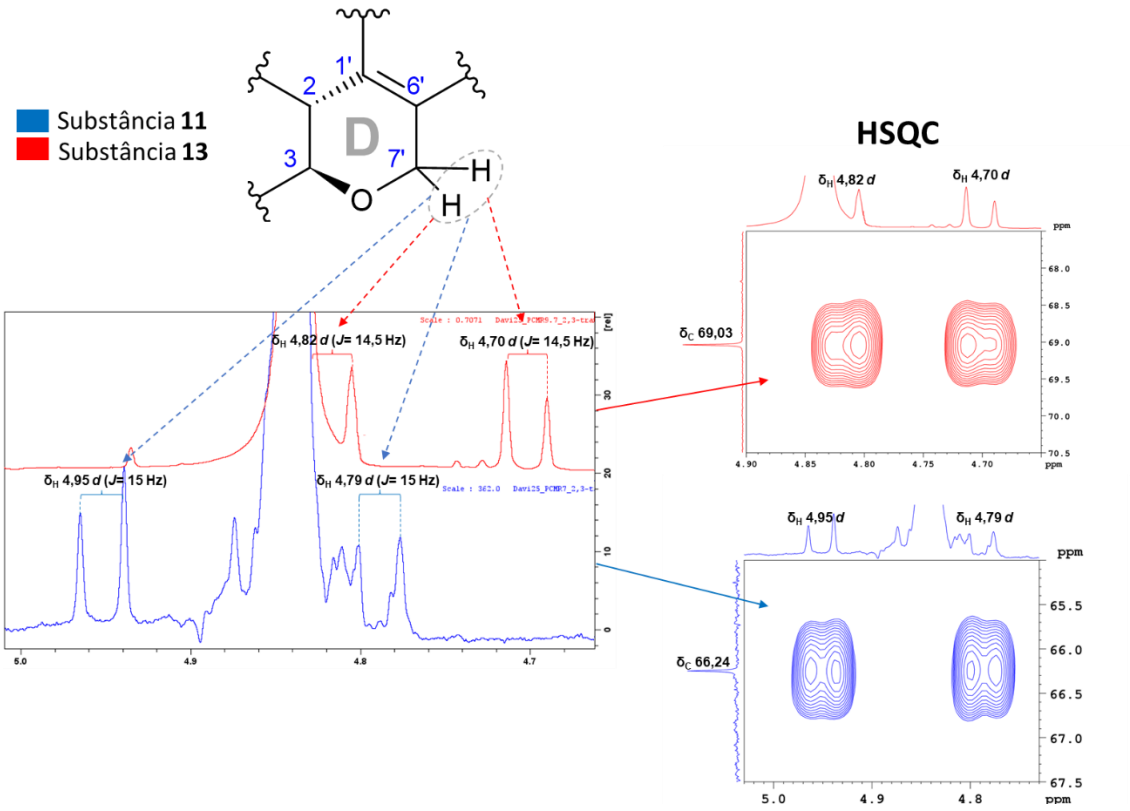


Figura 71. Ampliações da região entre δ_H 5,0-4,7 ppm dos espectros de RMN de ^{1}H e dos mapas de contorno HSQC das substâncias **11** e **13**.

As análises dos espectros de HMBC (Figura A65, pág. 205 - **11**; Figura A70, pág. 207 - 1**3**) confirmaram a integridade do anel D nas substâncias **11** e **13**, evidenciada por correlações ^2J entre H-7' com C-6' do anel B e ^3J com C-3 do anel C para ambas as substâncias (Figura 72).

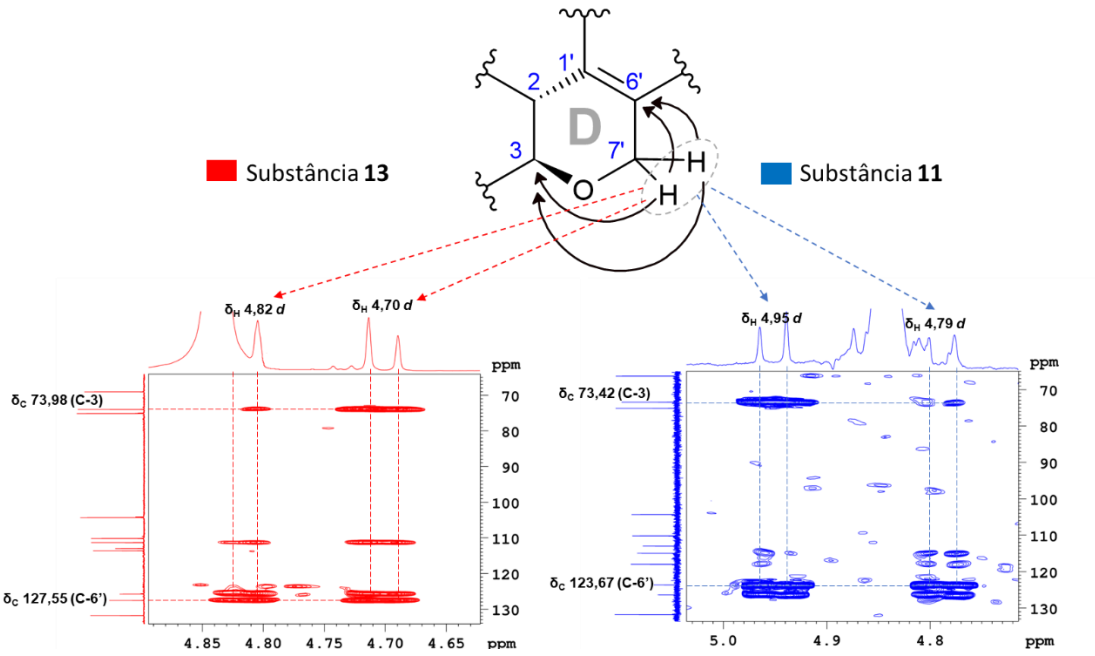


Figura 72. Ampliações do mapa de contorno HMBC na região δ_H 5,0-4,7 ppm e suas correlações (H→C) ^2J e ^3J das substâncias **11** e **13**.

A análise da região de campo baixo dos espectros de RMN de ^{1}H (Figura 73) indicou, para as substâncias **11** e **13**, a presença do sistema ABX no anel A, caracterizado por sinais com acoplamentos *orto* (*J*= 8,2 Hz) e *meta* (*J*= 2,4 Hz). As diferenças estruturais refletiram-se no padrão de substituição do anel B: para substância **11**, observaram-se dois sinais com acoplamentos em *orto* (*J*= 8,2 Hz) em δ_H 7,00 (H-2') e 6,93 (H-3'), correlacionados por HMBC (Figura A65, pág. 205 - **11**; Figura A70, pág. 207 - 1**3**) a ^3J com carbonos aromáticos oxigenados em C-4' e C-5'; para **13**, dois simpletos em δ_H 7,04 (H-2') e 6,47 (H-5'), apresentaram correlações HMBC a ^3J com os carbonos aromáticos oxigenados em C-3' e C-4'.

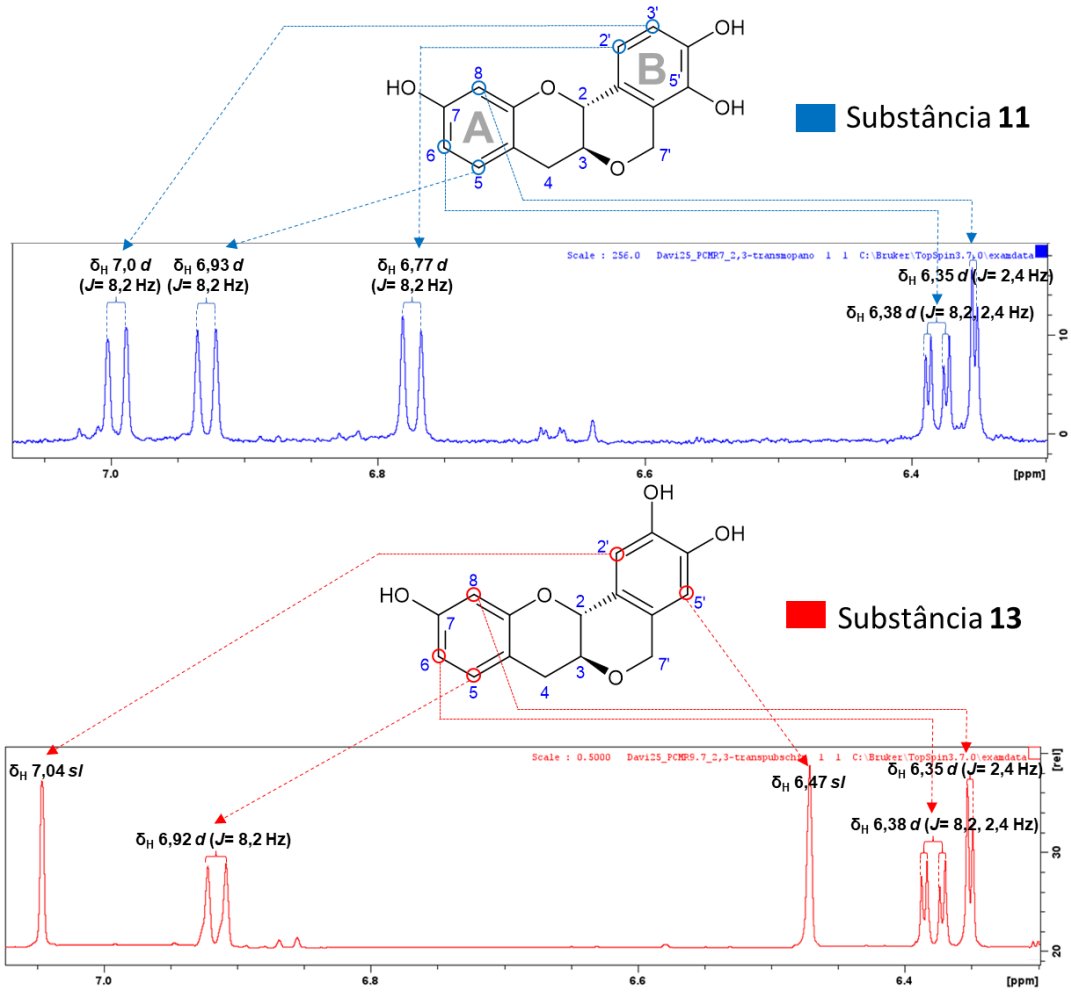


Figura 73. Ampliações da região δ_H 7,2-6,3 ppm dos espectros de RMN de ^{1}H das substâncias **11** e **13**.

As análises dos espectros de RMN de ^{13}C (Figura A62, pág. 203 - **11**; Figura A67, pág. 206 - **13**, Tabela 28, pág. 118) e DEPTQ (Figura A63, pág. 204 - **11**; Figura A68, pág. 206 - **13**) evidenciaram, para as substâncias **11** e **13**, sinais em regiões típicas de flavan-3-óis, incluindo carbonos aromáticos e oximetínicos desidrogenados característicos dos anéis A, B e D dos peltoginoides, em concordância com a literatura (TAGA *et al.*, 2025). Por meio das análises dos espectros de DEPTQ (Figura 74) foi possível caracterizar os carbonos metilênicos e oximetilênicos característicos das substâncias **11** e **13**.

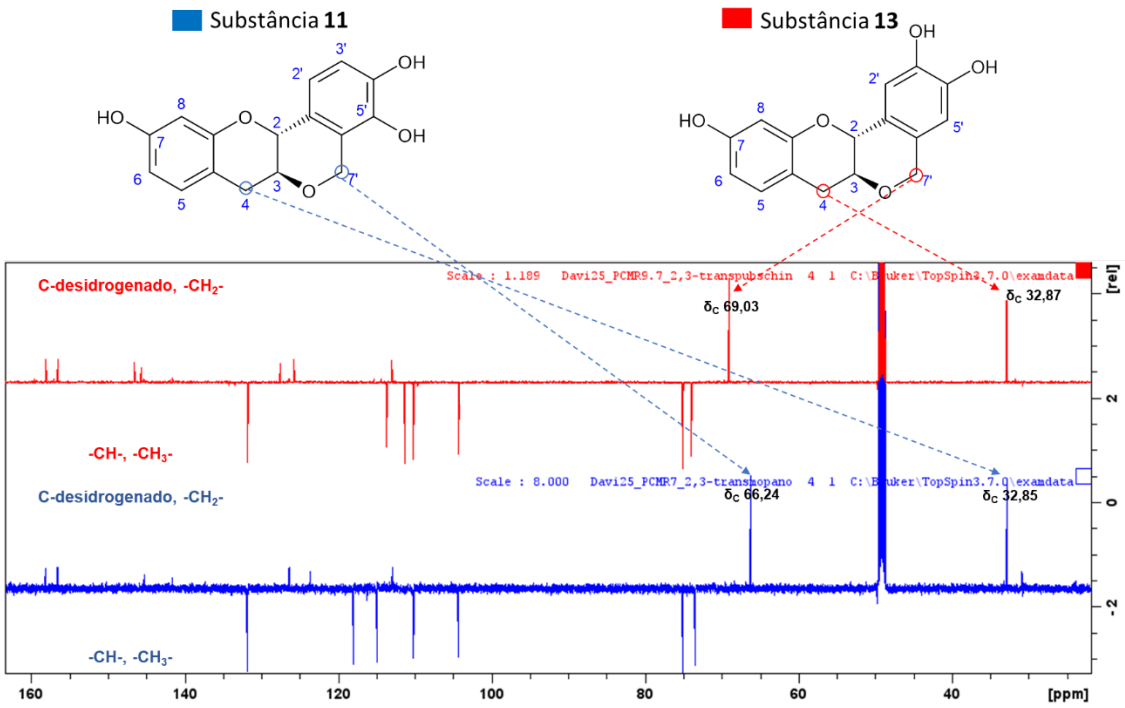


Figura 74. Ampliações da região δ_C 165-25 ppm dos espectros de DEPTQ (150 MHz, CD_3OD) das substâncias **11** e **13**.

Nas análises por CLAE-EMAR (ESI-MS^2, modo negativo), as substâncias **11** e **13** apresentaram perfis cromatográficos com tempos de retenção próximos (8,2 e 8,0 min, respectivamente), porém com perfis de fragmentação MS^2 distintos (Figura 75), além de absorções UV em 240 e 280 nm. Em ambos os casos, foram observados íons moleculares em *m/z* 285,0781 (**11**) e 285,0770 (**13**), compatíveis com a fórmula $C_{16}H_{14}O_5$ (calculado: *m/z* 285,0757). Os íons fragmentos em *m/z* 267 foram atribuídos à perda de H_2O (-18 u), enquanto os íons em *m/z* 109, 121, 149 e 175 forma associados a clivagens retro-Diels–Alder dos anéis C e D, originando fragmentos derivados do anel A, A/B e B/D, em concordância parcial com dados previamente reportados na literatura (ALMEIDA *et al*., 1974).

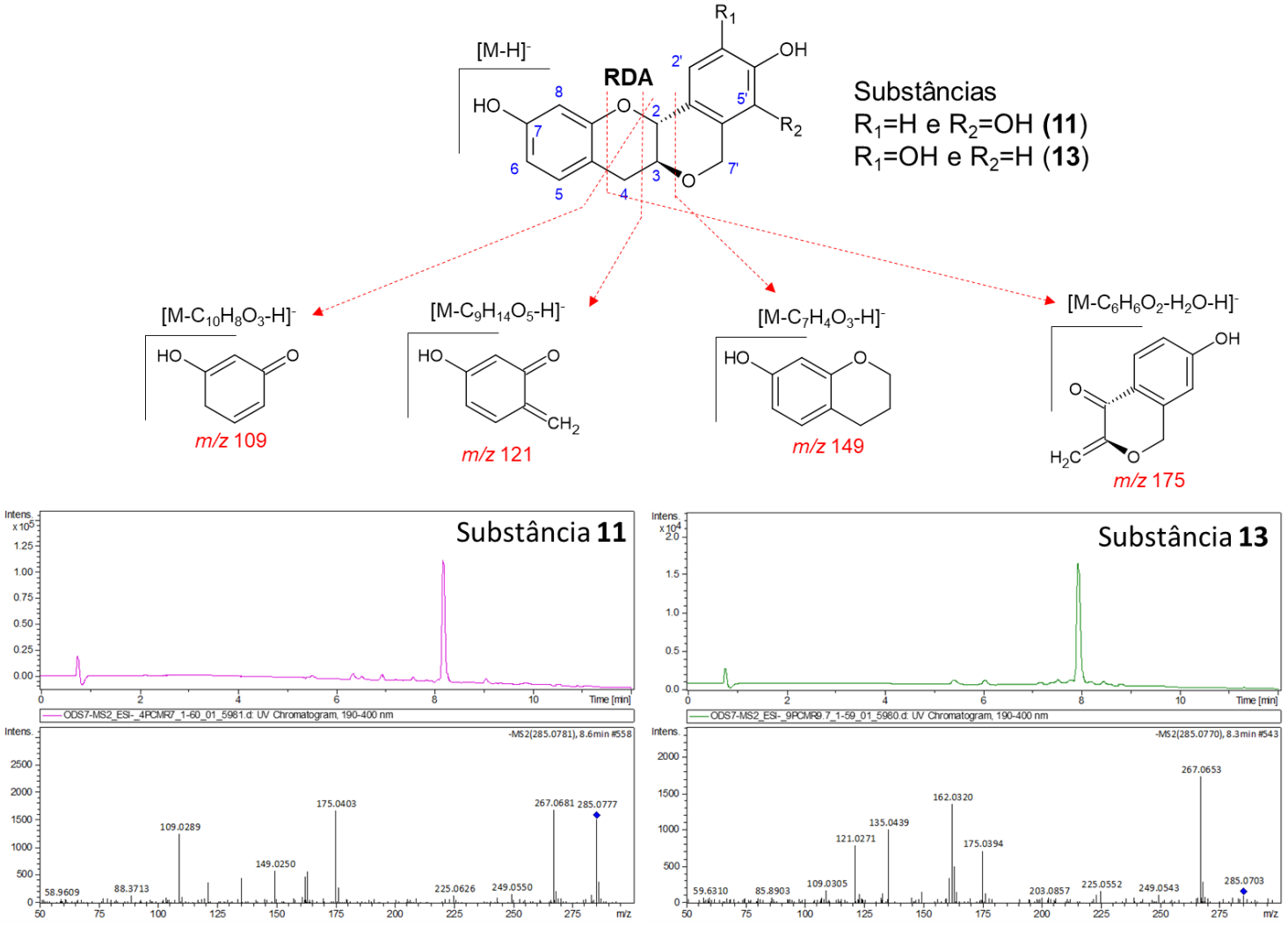
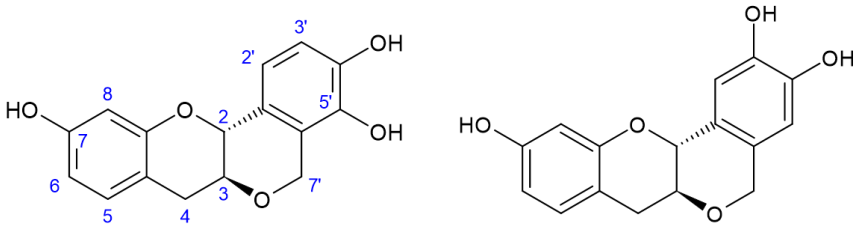


Figura 75. Perfil cromatográfico BPC e espectrométrico MS^2 obtido por CLAE-EMAR das substâncias **11** e **13**.

Com base nas análises de RNM 1D e 2D e CLAE-EMAR, a substância **11** foi identificada como rel-(2,3-*trans*)-mopano e a substância **13** como rel-(2,3-*trans*)-pubeschin (Figura 76). O rel-(2,3-*trans*)-mopano (**11**) é relatado pela primeira vez neste estudo a partir de resíduos madeireiros de *P. catingae*; a primeira menção na literatura ocorreu na forma de biflavonoide mopano-(4β,6)-(-)-fisetinidol, descrito em estudos com *Colophospermum mopane* (MALAN *et al.*, 1990). De modo semelhante, o rel-(2,3-*trans*)-pubeschin (**13**) é reportado pela primeira vez nos resíduos madeireiros de *P. catingae*, tendo sido previamente descrito no cerne de *P. pubescens* e *P. venosa* (MALAN & ROUX, 1973). Ambas as substâncias são derivadas de peltoginoides e não há relatos na literatura sobre a avaliação de suas atividades biológicas.



rel-(2,3-*trans*)-mopano (**11**) rel-(2,3-*trans*)-pubeschin (**13**)

Figura 76. Estruturas químicas dos peltoginoides (**11** e **13**) identificados no extrato PCM.

5.4.5 Substâncias 12a e 12b em PCM-14b.9.4

A fração PCM-14b.9.4 (16,8 mg) apresentou aspecto de sólido cristalino rosado, com resposta positiva para fenólicos ao revelar com solução de cloreto férrico em CDD, além de exibirem cromóforos com absorções sob luz UV a 254 e 366 nm. A amostra foi obtida conforme o Procedimento 4.8, Esquema 6 (pág. 59).

As análises de RMN de 1D e 2D revelaram deslocamentos químicos semelhantes e sobreposição de sinais, indicando a presença de uma mistura de epímeros. Os perfis espectrais foram compatíveis com derivados de flavanon-3-óis, conforme descrito na literatura (PAŠIĆ *et al.*, 2025). Assim, os epímeros foram identificados como rel-(2,3-*trans*)-3-*O*-metilfustina (**12a**) e rel-(2,3-*cis*)-3-*O*-metilfustina (**12b**) (Figura 77).

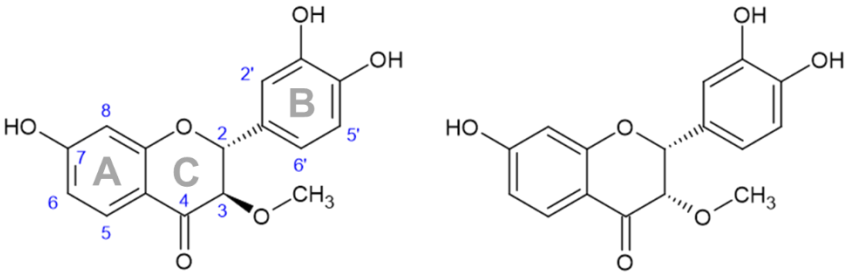


Figura 77. Flavanon-3-óis (**12a** e **12b**) identificados no extrato PCM.

A análise do espectro de RMN de ^{1}H (Figura A71, pág. 208, Tabelas 29 e 30) revelou sobreposição de sinais espectrais que evidenciaram similaridades estruturais entre as substâncias. Com base nas integrais dos sinais de H-3 do anel C, as proporções relativas entre os pares de epímeros foram **12a**/**12b** = 1:0,4. Ambos os epímeros **12a** e **12b** exibiram sistemas ABX nos anéis A e B, caracterizados por constantes de acoplamentos *orto* (*J*= 8,7 Hz) e *meta* (*J*= 2,2 Hz) entre H-5, H-6 e H-8 do anel A, e por acoplamentos *orto* (*J*= 8,2 Hz) e *meta* (*J*= 2,1 Hz) entre H-2′, H-5′ e H-6′ do anel B, conforme a Figura 78, pág. 128.

Tabela 29. Dados espectroscópicos de RMN de 1D e 2D da substância **12a**.

N°	RMN de ^{1}H [1] δ_H: multi *J* (Hz)		RMN de ^{13}C[1]		HMBC
	rel-(2,3-*trans*)-3-*O*-metilfustina (**12a**)	PAŠIĆ *et al*., 2025[2]	rel-(2,3-*trans*)-3-*O*-metilfustina (**12a**)	PAŠIĆ *et al*., 2025[2]	
2	5,07 *d* (10,3)	5,07 *d* (10,4)	84,35	84,20	C-3, C-4, C-1', C-2', C-6'
3	4,16 *d* (10,3)	4,17 *d* (10,4)	83,48	83,32	C-2, C-4, C-1', O<u>C</u>H$_3$
4			193,31	193,17	
4a			114,09	113,91	
5	7,70 *d* (8,7)	7,70 *d* (8,8)	130,24	130,09	C-4, C-6, C-7, C-8a
6	6,52 *dd* (8,7, 2,2)	6,52 *d* (8,8)	112,26	112,08	C-4a, C-7, C-8
7			167,08	166,91	
8	6,33 *d* (2,2)	6,33 *sl*	103,78	103,61	C-4, C-6, C-7, C4a
8a			1164,86	164,71	
1'			129,95	129,77	
2'	6,94 *d* (2,1)	6,94 *sl*	115,76	115,58	C-2, C-3', C-4', C6'
3'			146,53	146,37	
4'			147,24	147,08	
5'	6,79 *d* (8,2)	6,79 *d* (8,4)	116,30	16,11	C-1', C-4', C-6'
6'	6,82 *dd* (8,2, 2,1)	6,83 *d* (8,4)	120,63	120,47	C-2, C-2', C-4', C-5'
3-OCH$_3$	3,30 *sl*	3,30 *sl*	60,68	60,62	C-3

[1] CD_3OD, ^{1}H-600 MHz, ^{13}C-150 MHz; [2] CD_3OD, ^{1}H-400 MHz, ^{13}C-100 MHz.

Tabela 30. Dados espectroscópicos de RMN de 1D e 2D da substância **12b**.

N°	RMN de ^{1}H (1) δ_H: multi *J* (Hz)		RMN de ^{13}C(1)		HMBC
	rel-(2,3-*cis*)-3-*O*-metil fustina (**12b**)	PAŠIĆ *et al*., 2025(2)	rel-(2,3-*cis*)-3-*O*-metilfustina (**12b**)	PAŠIĆ *et al*., 2025(2)	
2	5,32 *d* (2,3)	5,32 *d* (1,2)	82,53	82,40	C-3, C-4, C-1', C-2', C-6'
3	3,74 *d* (2,3)	3,74 *d* (1,2)	82,57	82,43	C-4, C-4a, C-1', $O\underline{C}H_3$
4			190,76	190,61	
4a			113,43	113,29	
5	7,73 *d* (8,7)	7,73 *d* (6,8)	130,49	130,25	C-4, C-6, C-7. C-8a
6	6,53 *dd* (8,7, 2,2)	6,52 *d* (6,8, 1,2)	112,28	112,14	C-4a, C-7, C-8
7			166,95	166,82	
8	6,38 *d* (2,2)	6,38 *d* (1,2)	103,78	103,62	C-4, C-4a, C-6, C-7, C-8a
8a			165,16	165,03	
1'			129,19	129,05	
2'	7,02 *d* (2,1)	7,02 *d* (1,2)	115,97	1115,83	C-2, C-3', C-4', C-6'
3'			146,28	146,14	
4'			146,70	146,60	
5'	6,76 *d* (8,2)	6,79 *d* (6,4)	116,05	115,90	C-1', C-2', C-4', C-6'
6'	6,83 *dd* (8,2, 2,1)	6,83 *d* (6,4)	120,14	119,99	C-2, C-2', C-4', C-5'
3-OCH_3	3,32 *sl*	3,32 sl	59,30	59,15	C-3

(1) CD_3OD, ^{1}H-600 MHz, ^{13}C-150 MHz; (2) CD_3OD, ^{1}H-400 MHz, ^{13}C-100 MHz.

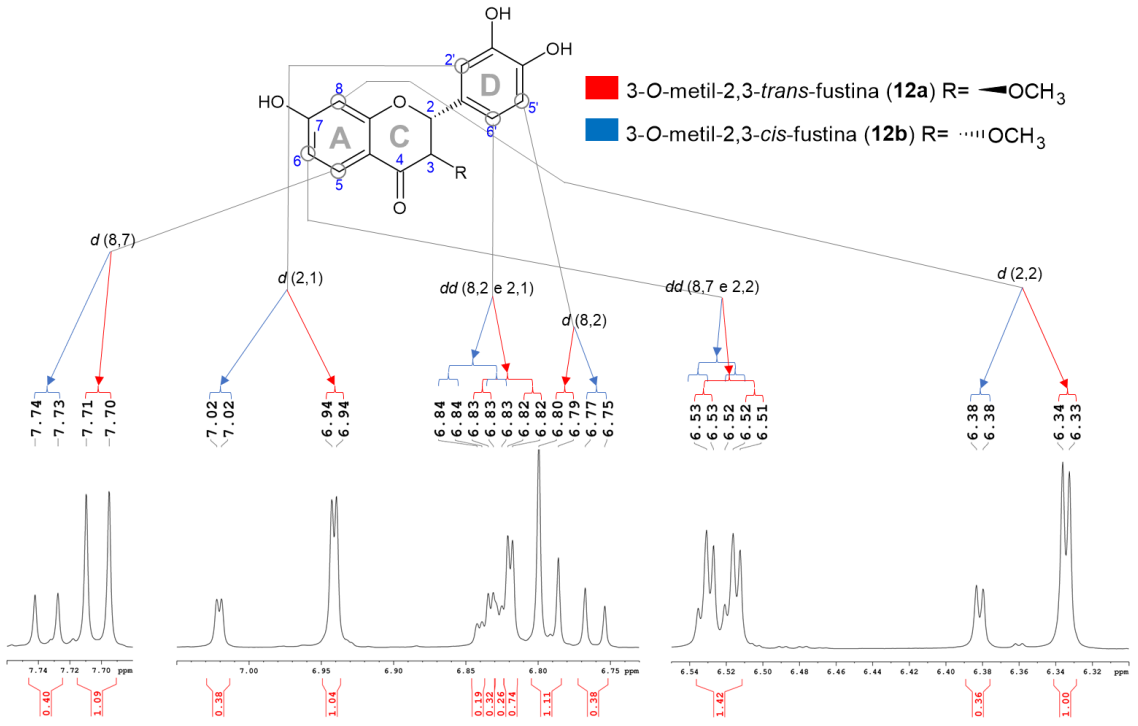


Figura 78. Ampliações das regiões δ_H 7,75-7,69, 7,05-6,73 e 6,54-6,32 ppm do espectro de RMN de ^{1}H (600 MHz, CD_3OD) das substâncias **12a** e **12b**.

Os anéis C dos epímeros **12a** e **12b** foram distinguidos por seus padrões de acoplamento entre H-2 e H-3 (Figura 79): **12a** apresentou pares de dubletos em δ_H 5,07 e 4,17, com acoplamento axial (*J*= 10,3 Hz), compatíveis com a configuração 2,3-*trans*, enquanto **12b** exibiu dubletos em δ_H 5,32 e 3,74, com acoplamento equatorial (*J*= 2,3 Hz), característicos da configuração 2,3-*cis*.

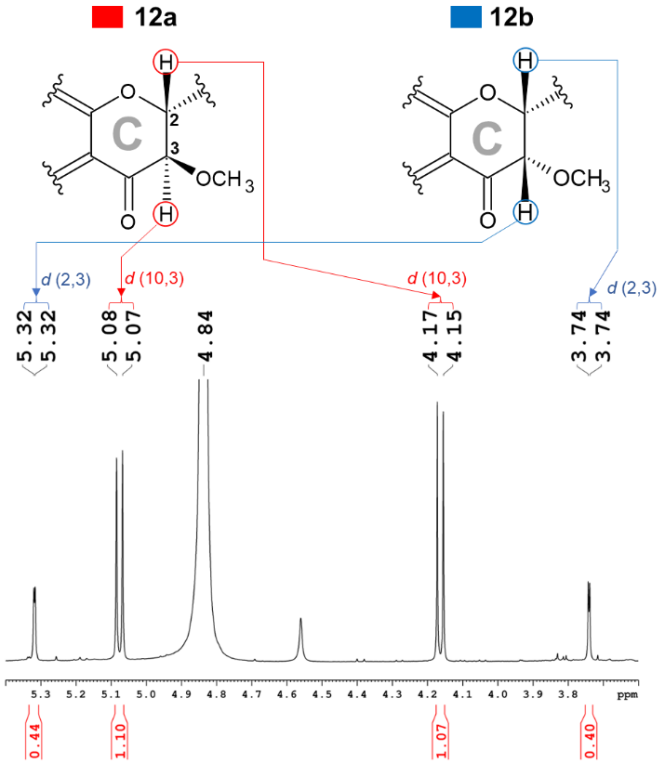


Figura 79. Ampliação da região de δ_H 5,30-3,60 ppm do espectro de RMN de ^{1}H das substâncias **12a** e **12b**.

A análise de RMN de ^{13}C (Figura A72, pág. 209; Tabelas 29 e 30, págs. 126 e 127, respectivamente) e HSQC (Figura A73, pág. 209) indicaram, para os epímeros **12a** e **12b**, a presença de 32 sinais típicos de flavanon-3-óis, incluindo carbonos aromáticos oximetínicos e desidrogenados dos anéis A e B. Observaram-se sinais de carbonila em C-4 em δ_C 193,17 (**12a**) e 190,61 (**12b**), bem como sinais de carbonos metoxílicos em δ_C 60,68 (**12a**) e 59,30 (**12b**). As análises do mapa de contorno HMBC (Figura A74, pág. 209) confirmaram essas atribuições, evidenciando correlações entre H-2 e H-3 com C-4 (Figura 80), além de correlações entre os hidrogênios metoxílicos e C-3. Assim, reafirmando o tipo de esqueleto flavanon-3-ol. As demais correlações estão descritas nas Tabelas 29 e 30.

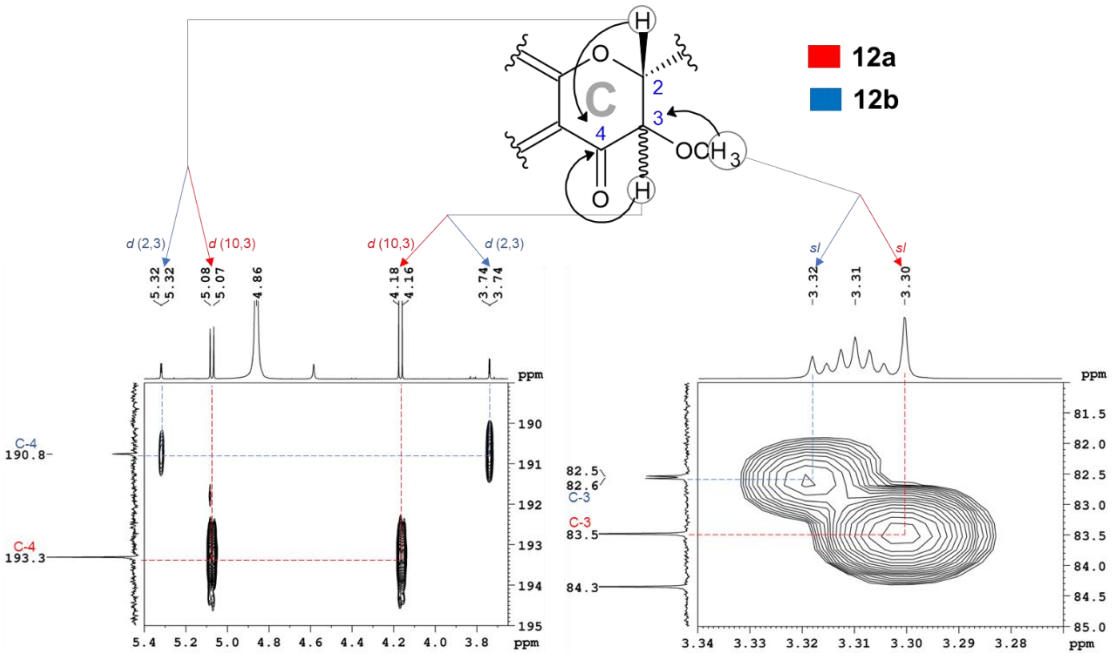


Figura 80. Ampliações do mapa de contorno HMBC na região δ_H 5,40-3,80 e 3,34-3,27 ppm suas correlações das substâncias **12a** e **12b**.

Nas análises por CLAE-EMAR (ESI-MS^2, modo negativo), as substâncias **12a** e **12b** apresentaram perfis cromatográficos com tempos de retenção próximos (6,5 e 6,7 min, respectivamente), bem como os perfis de fragmentação MS^2 similares (Figura 81), além de absorções UV em 240 e 280 nm. Em ambos os casos, foram observados íons moleculares em *m/z* 301,0702 compatível com a fórmula $C_{16}H_{14}O_6$ (calculado: *m/z* 301,0707). Os íons fragmentos em *m/z* 283 e 265 foram atribuídos às perdas de H_2O (-18 u), enquanto os íons em *m/z* 109, 137 e 163 foram associados a clivagens retro-Diels-Alder dos anéis C e quebra da ligação C-2-C-1' do anel B, originando fragmentos derivados do anel A, A/B e B, em concordância com dados previamente reportados na literatura (ALMEIDA *et al*., 1974).

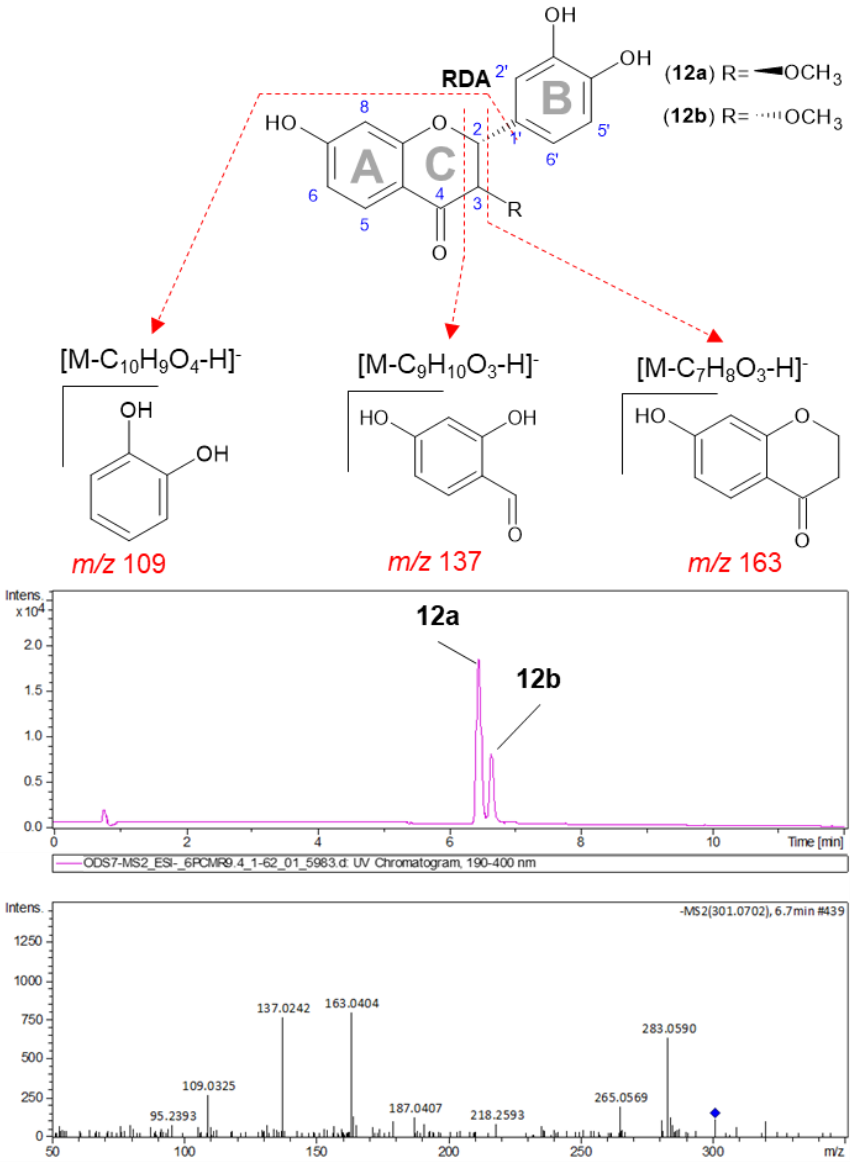


Figura 81. Perfil cromatográfico BPC e espectrométrico MS^2 obtido por CLAE-EMAR das substâncias **12a** e **12b**.

Com base nas análises de RMN de 1D e 2D e CLAE-EMAR, as substâncias **12a** e **12b** foram confirmadas como rel-(2,3-*trans*)-3-*O*-metilfustina e rel-(2,3-*cis*)-3-*O*-metilfustina, respectivamente. Ambas as substâncias estão sendo relatadas pela primeira vez nos resíduos madeireiros de *P. catingae*, entretanto, já foram identificadas no cerne de *P. pubescens* e *P. venosa* (MALAN & ROUX, 1974). O rel-(2,3-*cis*)-3-*O*-metilfustina (**12b**) já apresentou efeito protetor moderado contra danos ao DNA em linfócitos humanos no ensaio de *Cytokinesis-Block Micronucleus Assay* (CBMA), considerado um flavonoide bioativo com efeito antigenotóxico, porém com atividade moderada

(MILOSAVLJEVIC *et al.*, 2021). As substâncias **12a** e **12b** não possuem relatos de atividade antimicrobiana.

5.4.6 Substâncias 11 e 14 em PCM-14b.9.8

A fração PCM-14b.9.8 (3,3 mg) apresentou aspecto de sólido cristalino marrom, com resposta positiva para fenólicos ao revelar com solução de cloreto férrico em CCD, além de exibirem cromóforos com absorções sob luz UV a 254 e 366 nm. A amostra foi obtida conforme o Procedimento 4.8, Esquema 6 (pág. 59).

As análises dos espectros de RMN de ^{1}H (Figura A75, pág. 210) e ^{13}C (Figura A76, pág. 210), ambos os dados dispostos nas Tabelas 31 e 32 (pág. 133 e 134, respectivamente), indicaram uma grande diversidade de sinais aromáticos em campo baixo, os quais indicaram a presença de uma mistura do rel-(2,3-*trans*)-mopano (**11**) e da substância **14**. Ao sobrepor os espectros de ^{1}H (Figura 82) e ^{13}C (Figura 83) da substância **11**, notou-se a presença dos sinais característicos, enquanto que os demais sinais foram atribuídos à substância **14**.

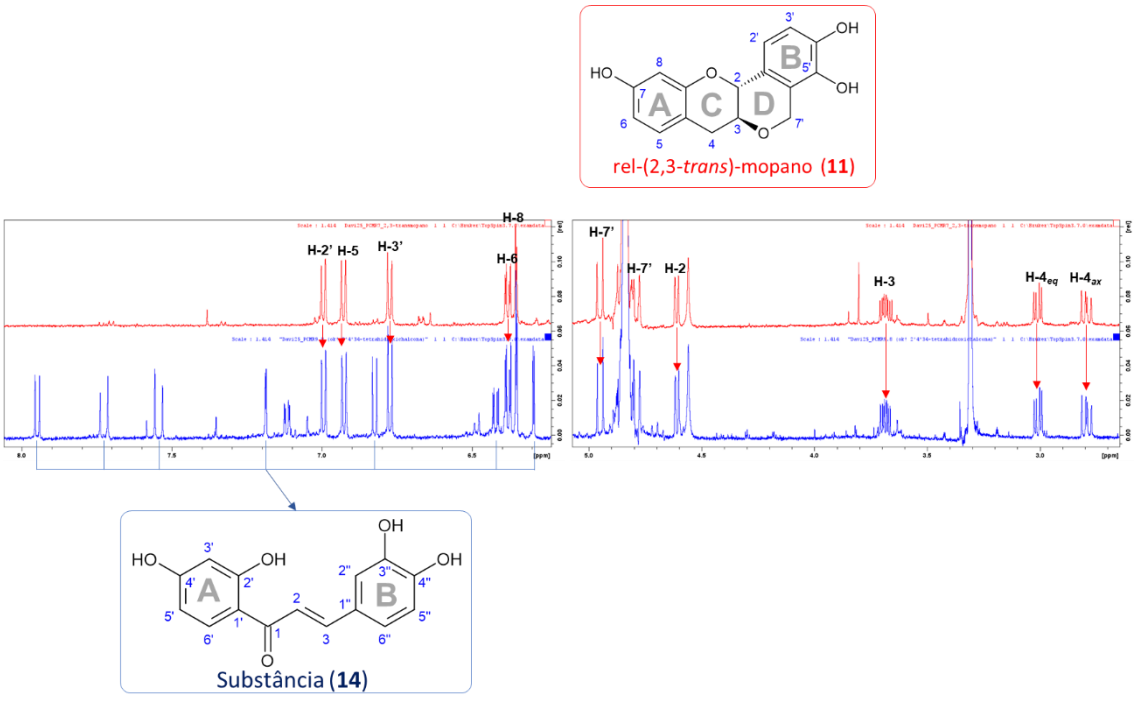


Figura 82. Ampliações comparativas das regiões entre δ_H 8,0-6,0 e 5,0-2,5 ppm dos espectros de RMN de ^{1}H (600 MHz, CD_3OD) das substâncias **11** e da mistura de **11** e **14**.

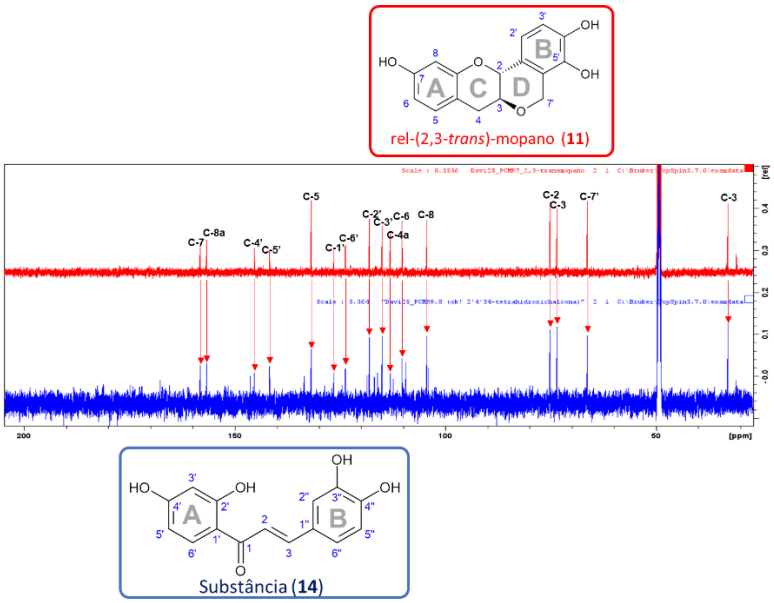


Figura 83. Ampliações comparativas dos espectros de RMN de ^{13}C (150 MHz, CD_3OD) das substâncias **11** e da mistura de **11** e **14**.

Assim, os dados espectroscópicos de RMN de ^{1}H e ^{13}C do rel-(2,3-*trans*)-mopano (**11**) foram extraídos e descritos na Tabela 31. O mesmo foi discutido no Tópico 5.4.4, pg. 117. Com base nas integrais dos sinais de H-5 do anel A de **11** e H-6' do anel A de **14**, estimou-se a proporção relativa entre as substâncias **11**/**14** = 1: 0,5.

Tabela 31. Dados espectroscópicos de RMN de ^{1}H e ^{13}C da substância **11**.

N°	RMN de ^{1}H (1) **δ_H: multi *J* (Hz)**			RMN de ^{13}C(1)
	rel-(2,3-*trans*)-mopano (**11**)	SILVA *et al.*, 2020 (2) fisetinidol	GAO *et al.*, 2004 (3) (+)-mopanol	rel-(2,3-*trans*)-mopano (**11**)
2	4,61 *d* (9,3)	4,65 *d* (7,1)	4,78 *d* (10,0)	75,10
3	3,69 *ddd* (10,9, 9,3, 5,8)	4,01 *m*	3,41 *dd* (10,0, 9,0)	73,41
4	3,01 *dd* (14,9, 5,8) 2,79 *dd* (14,9, 10,9)	2,87 *dd* (15,7, 4,9) 2,68 *dd* (15,7, 9,0)	4,63 *d* (9,0)	32,85
4a				112,94
5	6,93 *d* (8,2)	6,85 *d* (8,2)	7,23 *d* (8,5)	131,79
6	6,38 *dd* (8,2, 2,4)	6,34 *dd* (8,2, 2,3)	6,42 *dd* (8,5, 2,5)	110,16
7				158,12
8	6,35 *d* (2,4)	6,29 *d* (2,3)	6,23 *d* (2,5)	104,28
8a				156,57
1'				126,37
2'	6,99 *d* (8,2)	6,83 *d* (1,5)	6,88 d (8,0)	117,97
3'	6,77 *d* (8,2)		6,77 d (8,0)	114,92
4'				145,20
5'		6,76 *d* (8,1)		141,62
6'		6,71 *dd* (8,3, 1,6)		123,66
7'	4,95 *d* (15,5) 4,79 *d* (15,5)		4,85 d (15,0) 4,62 d (15,0)	66,24

(1)CD_3OD, ^{1}H-600 MHz, ^{13}C-150 MHz; (2)CD_3OD, ^{1}H-300 MHz, ^{13}C-100 MHz; (3)CD_3COCD_3, ^{1}H-500 MHz

Os dados espectroscópicos 1D e 2D da substância **14** são descritos na Tabela 32. A análise do espectro de RMN de ^{1}H revelou dois dupletos característicos de hidrogênios olefínicos de chalcona em δ_H 7,73 (*J*= 15,3 Hz) e 7,54 (*J*= 15,3 Hz) compatíveis com a configuração *E* entre os hidrogênios H-2 e H-3. Adicionalmente, observaram-se dois sistemas ABX nos anéis A e B, caracterizados por sinais com acoplamentos *orto* e *meta* com *J*= 8,9 e 2,4 Hz para o anel A e *J*= 8,2 e 2,2 Hz para o anel B (Figura 84).

Tabela 32. Dados espectroscópicos de RMN 1D e 2D da substância **14**.

N°	RMN ^{1}H [(1)] δ_H: multi *J* (Hz)		RMN ^{13}C[(1)]		DEPTQ	HMBC
	(*E*)-buteína (**14**)	PAŠIĆ *et al*., 2025[(2)]	(*E*)-buteína (**14**)	PAŠIĆ *et al*., 2025[(2)]		
1			193,66	193,45	C	
2	7,54 *d* (15,3)	7,54 *d* (15,2)	118,47	118,24	CH	C-1, C-1''
3	7,73 *d* (15,3)	7,72 *d* (15,2)	146,24	146,08	CH	C-1, C-1'', C-2''
1'			114,87	114,68	C	
2'			167,66	167,48	C	
3'	6,29 *d* (2,4)	6,30 d (2,5)	103,98	103,80	CH	C-1', C-2, C-4', C-5'
4'			166,52	166,33	C	
5'	6,42 *d* (8,9, 2,4)	6,43 *d* (8,7, 2,5)	109,29	109,13	CH	C-1', C-3'
6'	7,95 *d* (8,9)	7,95 *d* (8,7)	133,43	133,28	CH	C-1, C-2', C-4'
1''			128,60	128,38	C	
2''	7,19 *d* (2,2)	7,19 *d* (2,0)	115,98	115,77	CH	C-3, C-4'', C-6''
3''			147,00	146,82	C	
4''			150,10	149,92	C	
5''	6,82 *d* (8,2)	682 *d* (8,5)	116,77	116,59	CH	C-1'', C-3'', C-4''
6''	7,12 *dd* (8,2, 2,2)	6,83 *d* (8,5, 2,0)	123,66	123,62	CH	C-3, C-2'', C-4''

[(1)]CD_3OD, ^{1}H-600 MHz, ^{13}C-150MHz; [(2)]CD_3OD, ^{1}H-500 MHz, ^{13}C-125MHz.

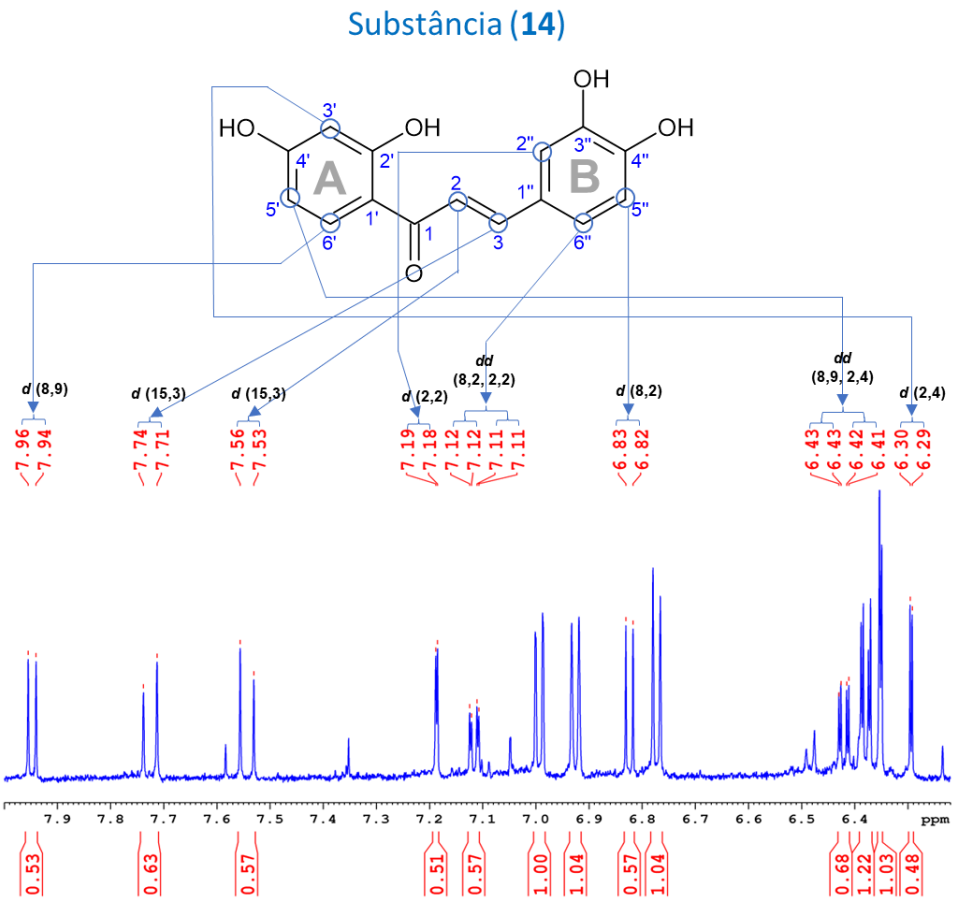


Figura 84. Ampliação da região de δ_H 8,0-6,2 ppm do espectro de RMN de ^{1}H com os sinais característicos da substância **14**.

As análises dos mapas de correlação HSQC (Figura A78, pág. 211) e HMBC (Figura A79, pág. 212) confirmaram as oxigenações do anel A em C-2' e C-4', a partir de correlações ^2J e ^3J com H-3', H-5' e H-6', e no anel B em C-3'' e C-4'', por correlações ^2J e ^3J com H-2'', H-5'' e H-6'' (Figura 85). Embora o sinal da carbonila não tenha sido claramente observado nos espectros de RMN de ^{13}C (Figura A76, pág. 210) e DEPTQ (Figura A77, pág. 211), sua presença em δ_C 193,66 (C-1) foi confirmada pelas correlações HMBC (^2J e ^3J) com H-6', H-2 e H-3. As demais correlações estão descritas na Tabela 32, pág. 134.

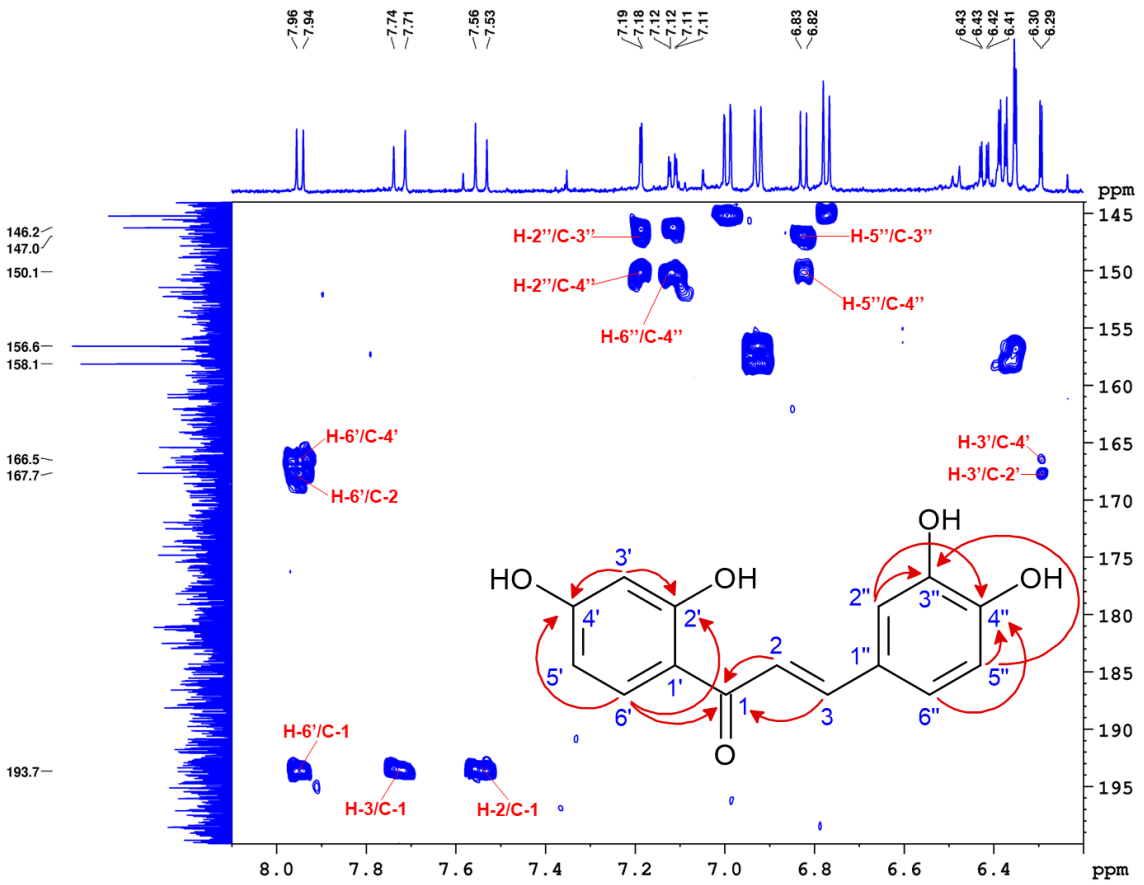


Figura 85. Ampliação do mapa de contorno HMBC na região δ_H 8,0-6,2 ppm e suas respectivas correlações (H→C) ^2J e ^3J para a substância **14**.

Nas análises por CLAE-EMAR (ESI-MS^2, modo negativo), o rel-(2,3-*trans*)-mopano (**11**) e a substância **14** apresentaram perfis cromatográficos com tempos de retenção próximos (8,2 e 8,6 min, respectivamente), porém com perfis de fragmentação MS^2 distintos (Figura 86). O rel-(2,3-*trans*)-mopano (**11**) exibiu absorções UV em 240 e 280 nm, enquanto que a substância **14** apresentou absorções em 240, 260 e 380 nm. Para **11,** observou-se o íon molecular em *m/z* 285,0776 compatível com a fórmula $C_{16}H_{14}O_5$ (calculado: *m/z* 285,0757), e para **14** em *m/z* 271,0615, compatível com $C_{15}H_{12}O_5$ (calculado: *m/z* 271,0601). Os íons fragmentos em *m/z* 153 e 91 resultaram da clivagem da cadeia 2,3-insaturada e desidratação, gerando fragmentos dos anéis A e B, enquanto o íon fragmento *m/z* 135 resultou da clivagem da ligação 1,2-saturada e redução, em concordância com dados previamente reportados na literatura (ZHANG & BRODBELT, 2003).

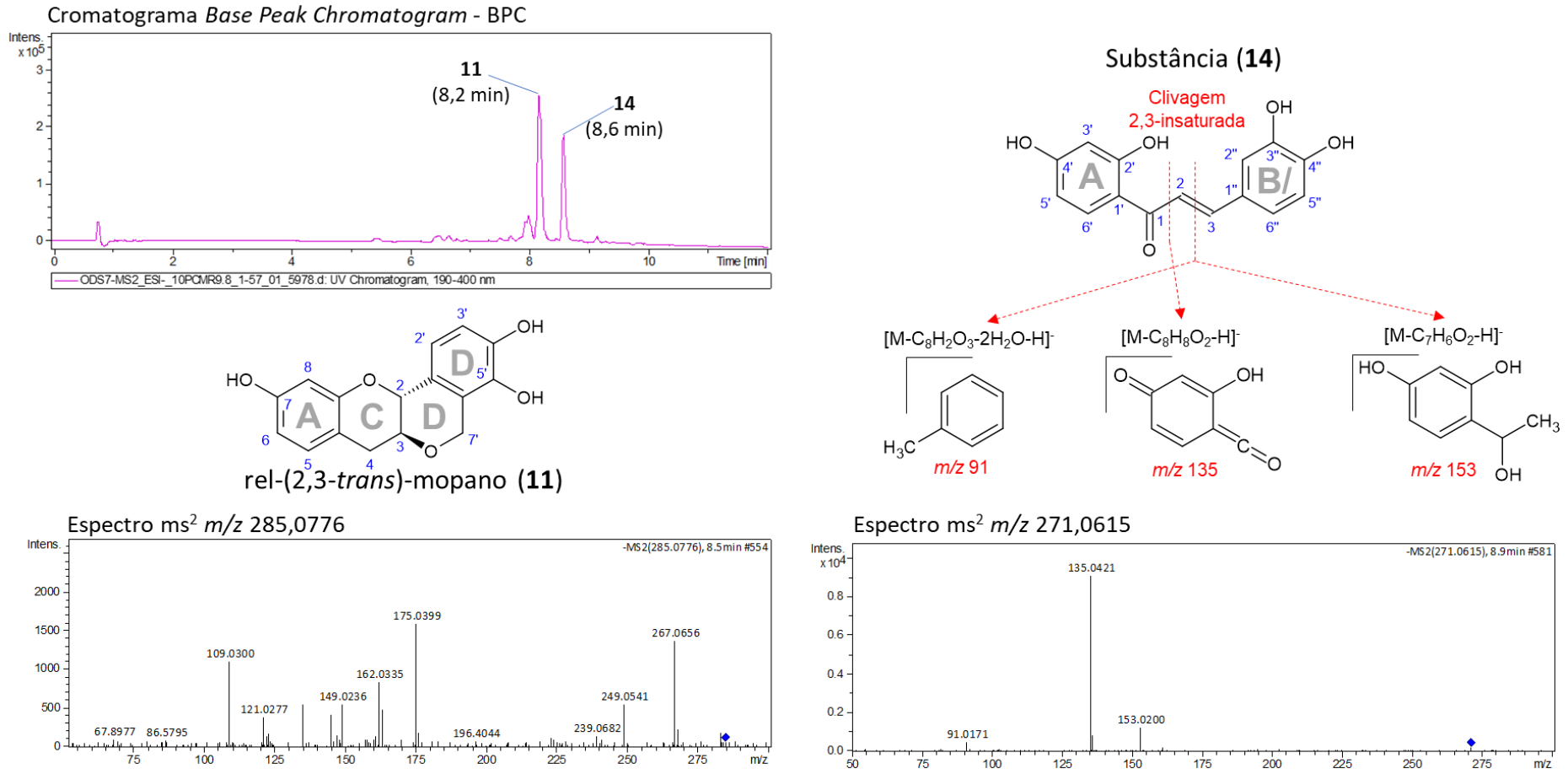


Figura 86. Perfil cromatográfico BPC e espectrométricos MS^2 obtido por CLAE-EMAR das substâncias **11** e **14**.

Com base nas análises de RMN 1D e 2D e CLAE-EMAR, a substância **14** foi identificada como (*E*)-2',3,4,4'-tetrahidroxichalcona [(*E*)-buteína] (Figura 87). Trata-se do primeiro relato da (*E*)-buteína nos resíduos madeireiros de *P. catingae* e no gênero *Peltogyne*. Uma chalcona estruturalmente relacionada, a α-2',3,4,4'-pentahidroxichalcona (α-hidroxibuteína) (Figura 87), foi descrita no cerne de *P. pubescens* e *P. venosa* (MALAN & ROUX, 1974), diferindo pela presença de uma hidroxila adicional na posição C-α do sistema enona. A (*E*)-buteína apresenta amplo espectro de atividades biológicas, destacando-se as atividades antioxidante e anti-inflamatória (TUNGALAG *et al*., 2022; KIM *et al*., 2012). Estudos também relatam efeitos antinociceptivos (GAO *et al*., 2021), hepatoprotetores (MOHAMMED & AL-SHAWI, 2025) e potencial anticâncer (ZHANG *et al*., 2008). Há poucos relatos de atividade antimicrobiana, um deles aponta efeito inibitório moderado *in vitro* contra bactérias Gram-positivas e micobactérias, como *Mycobacterium tuberculosis* e *M. bovis* (PAYÃO, 2024).

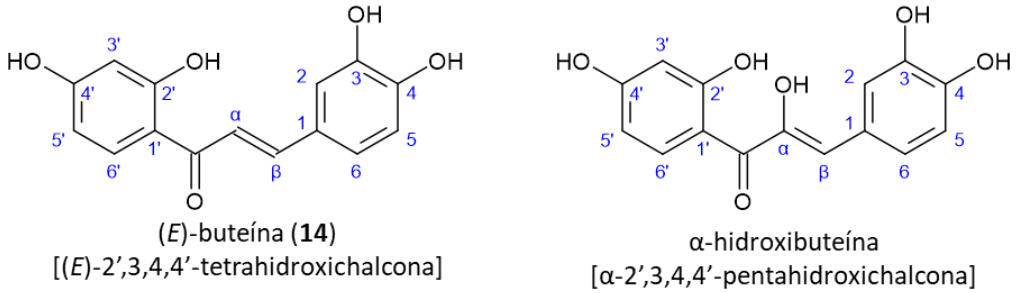


Figura 87. Estrutura química da substância **14** e a α-hidroxibuteína identificada no cerne de *P. pubescens* e *P. venosa*.

5.4.7 Substância 15 em PCM-14b.13.7.6

A fração PCM-14b.13.7.6 (6,6 mg) apresentou aspecto de sólido cristalino avermelhado, com resposta positiva para fenólicos ao revelar com solução de cloreto férrico em CCD, além de exibir cromóforos com absorções sob luz UV a 254 e 366 nm. A amostra foi obtida conforme o Procedimento 4.8, Esquema 6 (pág. 59).

A substância **15** foi identificada como um peltoginoide estruturalmente relacionado ao rel-(2,3-*trans*-3,4-*cis*)-peltoginol B (**10c**). A comparação dos espectros de RMN de ^{1}H (Figura A80, pág. 212) evidenciou similaridades nos

deslocamentos químicos e multiplicidades (Figura 88), em concordância com dados espectrais previamente discutidos no Tópico 5.4.2, pág. 106.

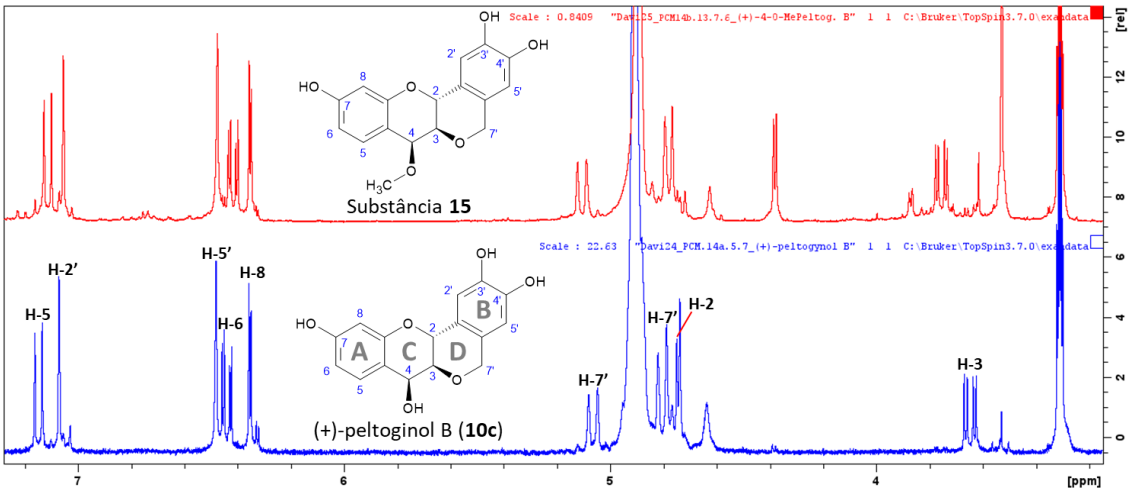


Figura 88. Ampliações comparativas de região entre δ_H 7,5-3,0 ppm dos espectros de RMN de ^1H (300 MHz, CD_3OD) das substâncias **15** e **10c**.

Com base nas análises de RMN de 1D e 2D (Tabela 33), a substância **15** apresentou um sistema ABX no anel A, caracterizado por acoplamentos *orto* (*J*= 8,4 Hz) e *meta* (*J*= 2,4 Hz) entre H-5, H-6 e H-8. No anel B, observaram-se dois singletos em δ_H 7,05 (H-2') e 6,47 (H-5'), com correlações HMBC (Figura A83, pág. 214) a ^3J com os carbonos aromáticos oxigenados C-3' e C-4'. O anel C exibiu configurações 2,3-*trans* e 3,4-*cis*, evidenciadas pelos acoplamentos axial H-2/H-3 (*J*= 10 Hz) e equatorial H-3/H-4 (*J*= 3,2 Hz), respectivamente. No anel D, os sinais de H-7' em δ_H 4,81 e 4,74 (*J*= 14,8 Hz) apresentaram correlações HMBC com C-6' do anel B e C-3 do anel C. Esses dados são consistentes com o perfil espectral do rel-(2,3-*trans*-3,4-*cis*)-peltoginol B (**10c**).

Tabela 33. Dados espectroscópicos de RMN de 1D e 2D da substância **15**.

N°	RMN de ^{1}H (1) δ_H: multi *J* (Hz)			RMN de ^{13}C(1)	HMBC
	rel-(2,3-*trans*-3,4-*cis*)-4-*O*-metilpeltoginol B (**15**)	HASHIDA *et al*., 2014 (2) (-)-fisetinidol-4β-ol	MALAN *et al*., 1990 (3) (+)-peltoginano (monômero)	rel-(2,3-*trans*-3,4-*cis*)-4-*O*-metil-peltoginol B (**15**)	
2	5,10 *d* (10,0)	4,85 *d* (9,5)	5,07 *d* (9,8)	68,70	C-3, C-4, C-1', C-6'
3	3,75 *dd* (10,0, 3,2)	3,89 *dd* (9,5, 3,5)	4,05 *dd* (6,3, 9,8)	77,75	C-2, C-4, C-1', C-7', 4-O$\underline{C}H_3$
4	4,38 *d* (3,2)	4,56 *d* (3,5)	4,96 *d* (6,3)	76,25	
4a				113,67	
5	7,11 *d* (8,4)	7,11 *d* (8,0)	6,83 *d* (8,5)	133,76	C-4, C-7, C-8a
6	6,41 *dd* (8,4, 2,4)	6,40 *d* (8,0, 2,5)	6,49 *dd* (8,5, 2,2)	109,70	C-4a, C-8
7				160,65	
8	6,35 *d* (2,4)	6,24 *d* (2,5)	6,58 *d* (2,2)	104,10	C-4a, C-6, C-7, C-8a
8a				156,73	
1'				125,73	
2'	7,05 *sl*	6,91 *d* (2,0)	7,23 *s*	114,05	C-2, C-3', C-4', C6'
3'				146,59	
4'				145,81	
5'	6,47 *sl*	6,78 *d* (8,0)	6,44 *s*	111,24	C-1', C-3', C-4', C-7'
6'		6,74 *dd* (8,0, 2,0)		127,13	
7'	4,81 *d* (14,8) 4,74 *d* (14,8)		4,88 *d* (14,5) 4,68 *d* (14,5)	69,41	C-3, C-1', C-5', C-6'
4-OCH_3	3,53 *sl*			58,31	C-4

(1) CD_3OD, ^{1}H-300 MHz, ^{13}C-75 MHz, (2) CD_3COCD_3/D_2O (95/5), ^{1}H-500 MHz; (3) C_6D_6, ^{1}H-300 MHz.

A principal diferença estrutural da substância **15** correspondeu à presença de uma metila adicional em OC-4. Os hidrogênios metoxílicos foram observados em δ_H 3,53 (*sl*) e apresentaram correlação direta por HSQC (Figura A83, pág. 212) com um carbono em δ_C 58,31 (Figura 89). A análise de HMBC (Figura A83, pág. 214) confirmou o posicionamento da metoxila em C-4, a partir da correlação ^{3}J com os hidrogênios metoxílicos (Figura 89). O espectro de RMN de ^{13}C (Figura A81, pág. 213) exibiu 17 carbonos, corroborando a presença do carbono adicional da metila.

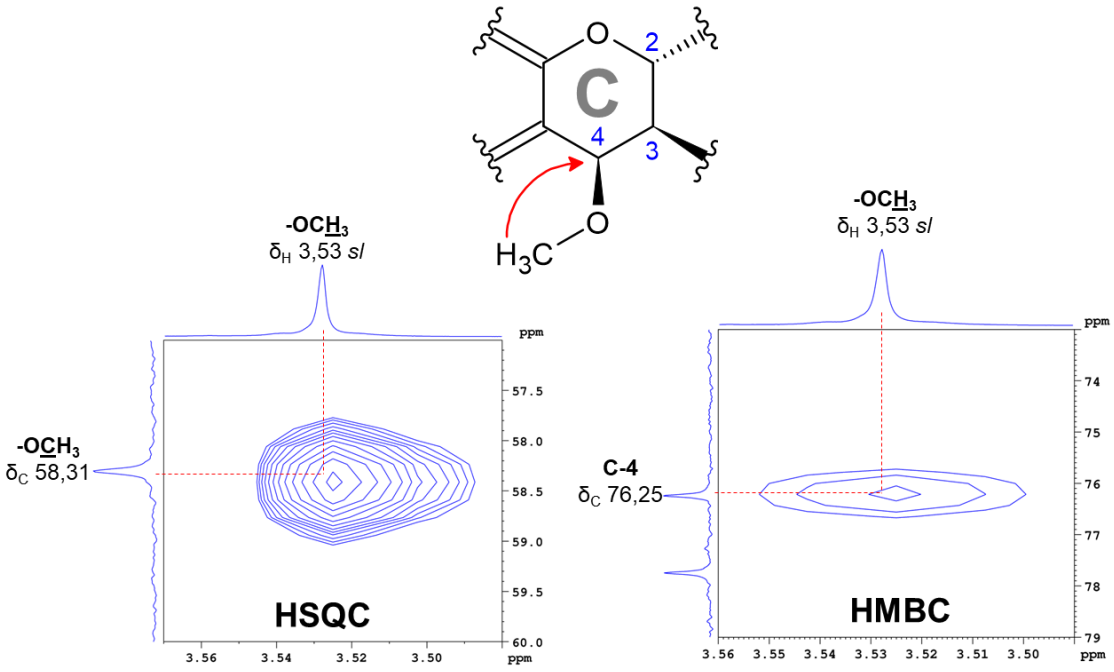


Figura 89. Ampliações de região entre δ_H 3,57-3,50 ppm dos mapas de correlação HSQC e HMBC da substância **15**.

Na análise por CLAE-EMAR (ESI-MS^2, modo negativo), a substância **15** foi observada em um pico cromatográfico com o tempo de retenção em 8,0 min com absorções UV em 240 e 280 nm. Conforme o espectro de MS^2 (Figura 90), o íon molecular foi observado em *m/z* 315,0879, compatível com a fórmula $C_{17}H_{16}O_6$ (calculado: *m/z* 315,0863). Os íons fragmentos em *m/z* 301 e 283 foram atribuídos, respectivamente, à perda de CH_3 (-15 u) e H_2O (-18 u), enquanto que o íon *m/z* 109 pode ter resultado da clivagem do anel D.

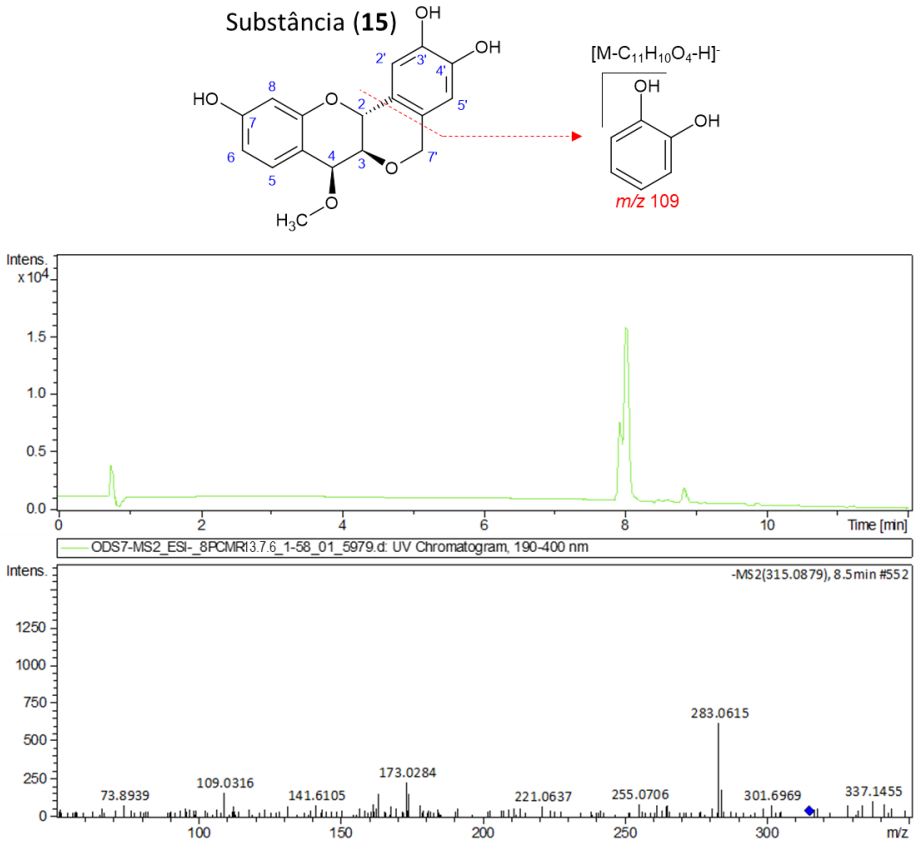


Figura 90. Perfil cromatográfico BPC e espectrométrico MS^2 obtido por CLAE-EMAR da substância **15**.

Por fim, com base nas análises de RMN de 1D e 2D e CLAE-EMAR, a substância **15** foi identificada como rel-(2,3-*trans*-3,4-*cis*)-4-*O*-metilpeltoginol B (Figura 91), sendo relatada pela primeira vez neste estudo. Recentemente, Taga e colaboradores (2025) descreveram no cerne de *P. mexicana* o (±)-4-O-metilpeltoginol, um análogo epimérico em C-4 (Figura 91). Até o momento, não há relatos de atividades biológicas avaliadas experimentalmente para essas substâncias.

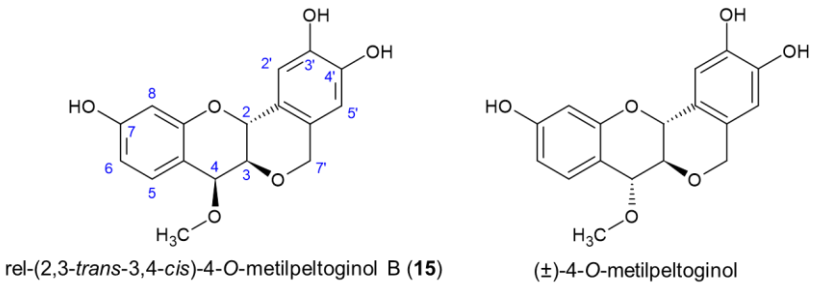


Figura 91. Estrutura química da substância **15** e o (±)-4-*O*-metilpeltoginol identificado em *P. mexicana*.

5.5 Atividade antifúngica e antibacteriana

5.5.1 Substâncias Testadas

As amostras avaliadas nos ensaios biológicos foram testadas na forma de extrato **PCM**, misturas **10a-d**, **10a/10c, 10b/10d, 11/14 e 12a/12b**, e as substâncias **10a**, **10c**, **11** e **13** foram testadas individualmente. As estruturas das substâncias e proporções inferidas são apresentadas na Figura 92. Todas as amostras foram concentradas do extrato polar dos resíduos madeireiros de *P. catingae*.

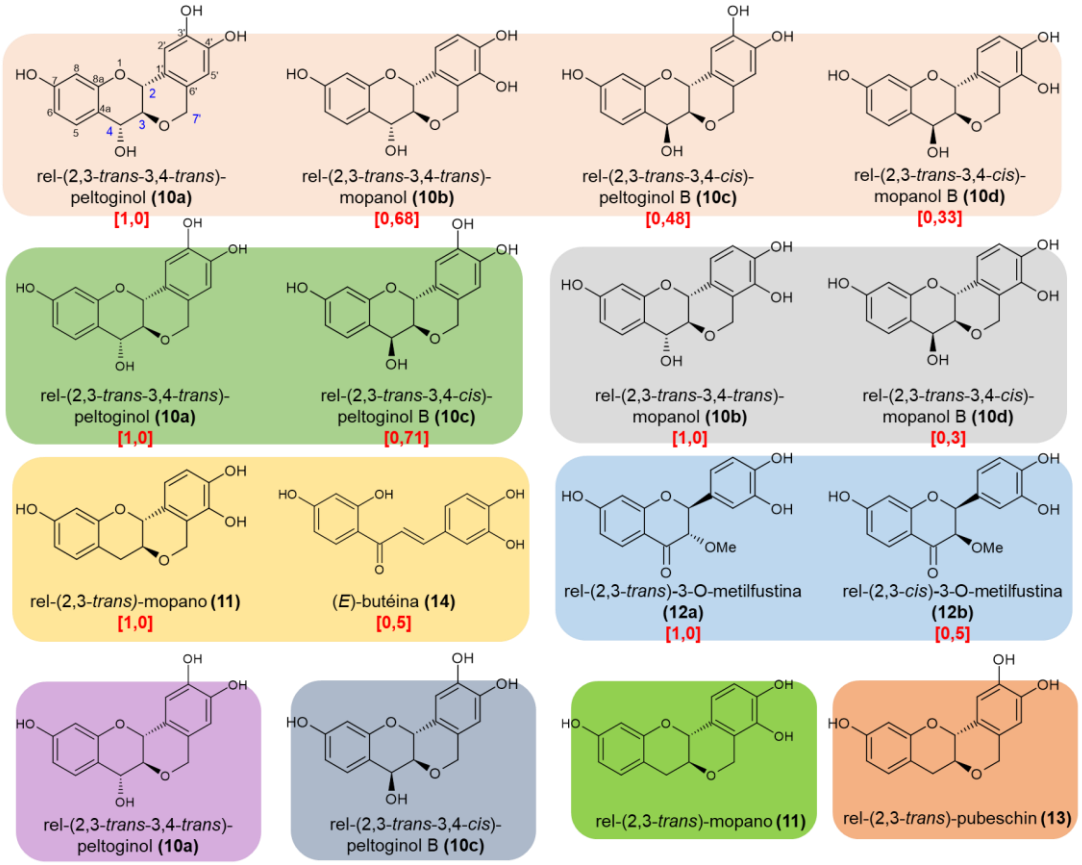


Figura 92. Estruturas químicas das substâncias selecionadas para os ensaios biológicos.

5.5.2 Atividade antifúngica contra cepas de *Candida* spp. e *Cryptococcus* spp.

Os resultados dos ensaios *in vitro* realizados com a mistura **10a–d** frente a diferentes linhagens de fungos de interesse médico — *Candida albicans* (ATCC 60193), *C. glabrata* (ATCC 2001), *C. krusei* (34135), *C. parapsilosis* (22019), *C.*

tropicalis (13803), *Cryptococcus neoformans* (H99 e VNI) e *C. gattii* (VGII) — são apresentados na Tabela 34, na qual constam os valores de concentração inibitória mínima (CIM).

Tabela 34. Resultados da CIM da mistura **10a-d** frente às cepas de fungos *Candida* spp. e *Cryptococcus* spp.

Cepas fúngicas	CIM (µg/mL)	
	10a-d	Anfotericina B*
Candinda albicans ATCC 60193	160	4,0
C. glabrata ATCC 2001	40	2,0
C. krusei ATCC 34135	20	1,0
C. parapsilosis ATCC 22019	80	4,0
C. tropicalis ATCC 13803	40	1,0
Cryptococcus neoformans H99	10	0,5
C. gatti VGII	40	0,5
C. neoformans VNI	5	1,0

*Droga controle

A mistura **10a**-**d** apresentou atividade de inibição em diferentes CIM que variam entre 160 µg/mL para *Candida albicans* e 20 µg/mL para *C. krusei* e 40 µg/mL para *Cryptococcus gatti* e 5 µg/mL para *C. neoformans*. Os resultados mais expressivos inibiram o crescimento de *C. krusei* com CIM de 20 µg/mL em 24 h de incubação. Valores menores de CIM foram observados para o (+)-mopanol, avaliado de forma isolada, apresentando CIM de 1 µg/mL após 48 h de incubação frente a *Candida krusei* LMGO 174, conforme relatado por BASSET *et al*., (2015).

Entretanto, uma atividade fungicida notável e promissora foi observada para *C. neoformans* VNI com CIM de 5 µg/mL com 24 h de incubação, sendo próxima ao CIM de 1 µg/mL da droga controle (anfotericina B), enquanto que para o (+)-mopanol (isolado) foi detectado CIM superior a 64 µg/mL com 48 h de incubação para *Cryptococcus gatti* LMGO L1 (BASSET *et al*., 2015). Assim, diferenças nos valores de CIM podem ser atribuídas a múltiplos fatores, mesmo em métodos normalizados, incluindo variações nas condições experimentais e na suscetibilidade das cepas fúngicas. Ainda assim, é possível inferir que efeitos de sinergismo e/ou a ação de um dos constituintes da mistura contribuíram para

o desempenho expressivo da mistura de peltoginoides (**10a-d**) frente à cepa de *Cryptococcus gattii*.

Frente às drogas de controle, a anfotericina B (Figura 93) se destaca como uma das principais e mais potentes drogas antifúngicas contra cepas de *Candida* spp. (CIM: 0,25-1 µg/mL) e *Cryptococcus* spp. (CIM: 0,25-1 µg/mL) em infecções fúngicas graves e potencialmente fatais (ESPINEL-INGROFF & CANTÓN, 2023; LI *et al*., 2012). Apesar de sua elevada eficácia, a anfotericina B apresenta toxicidade significativa, especialmente nefrotoxicidade, além de reações infusionais, distúrbios eletrolíticos e anemia, o que pode restringir o uso prolongado e exigir monitoramento rigoroso (FALCI & PASQUALOTTO, 2015).

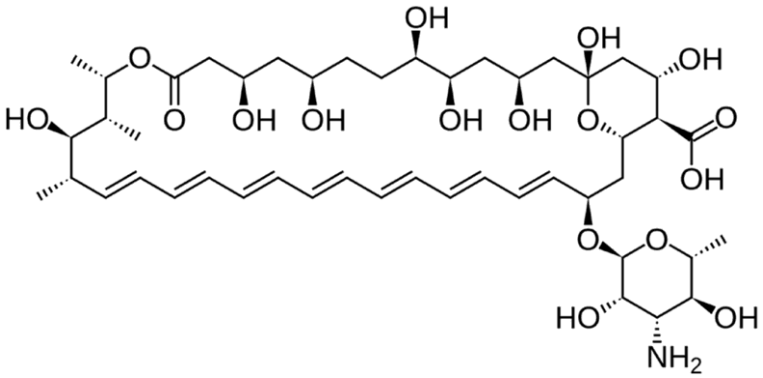


Figura 93. Estrutura molecular da Anfotericina B.

5.5.3 Atividade antifúngica contra cepas de *Sporothrix* spp.

Os resultados dos testes *in vitro* com o extrato **PCM**, as misturas **10a-d**, **10a/10c**, **10b/10d**, **11/14** e **12a/12b** e as substâncias **10a**, **10c, 11** e **13** frente a diferentes linhagens de fungos de interesse médico/veterinário (*Sporothrix schenckii* ATCC 32286 e *S. brasiliensis* 189), estão na Tabela 35 com os valores de Concentração Inibitória Mínima (CIM) e Concentração Fungicida Mínima (CFM).

Tabela 35. Resultados da CIM e CFM das misturas **10a-d**, **10a/10c, 10b/10d**, **11/14** e **12a/12b** e as substâncias **10a**, **10c**, **11** e **13** frente as cepas de fungos *Sporothrix* spp.

Substâncias (proporções)	CIM (µg/mL) para as cepas fúngicas	
	S. schenckii ATCC 32286	*S. brasiliensis* 189
Extrato PCM	31,25**	31,25**
10a-d (1:0,68:0,48:0,33)	31,25**	62,5***
10a/10c (1:0,7)	125,0**	125,0***
10b/10d (1:0,3)	62,5**	62,5**
11/14 (1:0,5)	62,5**	125,0**
12a/12b (1:0,5)	250,0**	250,0**
10a	125,0**	250,0**
10c	125,0***	250,0***
11	62,5***	250,0**
13	62,5**	62,5**
Itraconazol*	2,0**	2,0**

***Droga controle; ****Fungicida; *****Fungistático.

Entre as misturas avaliadas, o extrato **PCM** destacou-se como o ativo mais potente do conjunto, apresentando CIM de 31,25 µg/mL para ambas as cepas, com efeito fungicida, indicando potencial antifúngico. A mistura **10a-d** exibiu boa atividade, com CIM de 31,25 µg/mL para *S. schenckii* (fungicida) e 62,5 µg/mL para *S. brasiliensis* (fungistático), sugerindo variação de resposta entre espécies. A mistura **10b/10d** mostrou perfil consistente, com CIM de 62,5 µg/mL para ambas as cepas, predominando efeito fungicida, o que indica boa estabilidade da atividade antifúngica. As misturas **10a/10c**, **12a/12b** e **11/14** exibiram CIMs mais elevadas (≥125 µg/mL), indicando redução da potência antifúngica quando comparadas as demais misturas.

Entre as substâncias avaliadas isoladamente, **10a** e **10c** exibiram elevados CIMs elevados (≥125 µg/mL), apresentando diferença no perfil de ação (fungicida e fungistático), reforçando a importância da estereoquímica a atividade biológica. A substância **11** apresentou boa atividade contra *S. schenckii* (62,5 µg/mL, fungistático), porém desempenho inferior frente a *S. brasiliensis*, sugerindo maior resistência desta cepa. A substância **13** mostrou perfil constante, CIM de 62,5 µg/mL para ambas as cepas, predominando efeito fungicida, o que indica boa estabilidade da atividade antifúngica.

Embora não haja estudos específicos do mecanismo de ação de flavonoides/peltoginoides em fungos do gênero *Sporothrix*, os mecanismos bioquímicos podem ser inferidos como semelhantes aos relatos para outros fungos, baseando-se nos processos de dano à membrana (VEIKO *et al*., 2020), inibição de síntese de componentes celulares (AHMAD *et al*., 2015), indução de estresse oxidativo (OMBRA *et al*., 2019) e inibição de crescimento e germinação (RODONDO-BLANCO *et al*., 2020).

As diferenças de atividade antifúngica entre as substâncias **10a** e **10c** e suas misturas epiméricas (**10a/10c** e **10b/10d**) podem ser atribuídas à combinação de efeitos estereoquímicos e ao padrão de hidroxilação aromática, que modulam a conformação e a apresentação espacial dos grupos fenólicos. Embora **10a/10c** e **10b/10d** contenham os mesmos grupos funcionais, os epímeros diferem na orientação do carbono oximetínico do anel heterocíclico, o que pode alterar a distribuição de polaridade, a capacidade de formação de ligações de hidrogênio e a interação com alvos associados à parede ou membrana fúngica (SALAS *et al*., 2011). Nesse contexto, a mistura **10a/10c** tende a apresentar desempenho inferior, decorrente da possível diluição do diastereômero mais ativo e/ou competição conformacional, elevando a CIM (125 µg/mL para ambas). Em contraste, na mistura **10b/10d**, é plausível que ambas as conformações mantenham capacidade de interação semelhante, resultando em efeito aditivo e atividade preservada (CIM= 62,5 µg/mL para ambas) (SALAS *et al*., 2011). Adicionalmente, embora **10a** e **10c** apresentem as mesmas CIMs (125 µg/mL para *S. schenckii* e 250 µg/mL para *S. brasiliensis*), observou-se diferença no perfil de ação, com **10a** exibindo efeito fungicida de **10c** predominantemente fungistático, indicando que a inversão configuracional do

carbono oximetínicos do anel C, pode estar associado a capacidade de promover dano celular irreversível (WANG *et al*., 2022).

Os isômeros **11** e **13** diferem estruturalmente no padrão de oxigenação entre C-3 e C-5 do anel B, o influencia a distribuição de polaridade, a capacidade de formar ligações de hidrogênio e as interações com alvos associados à parede ou membrana fúngica. Ambas as substâncias foram ativas frente a *S. schenckii* (62,5 µg/mL), entretanto variando no efeito de ação. Em contraste, frente a *S. brasiliensis*, a substância **11** foi menos ativa (CIM= 250 µg/mL), enquanto **13** manteve maior potência (CIM= 62,5 µg/mL), ambas com efeito fungicida. Assim, sugerindo que o CIM e o efeito de ação de **13** pode estar associado ao padrão de substituição do anel B.

O extrato **PCM** apresentou boa atividade frente a ambas as cepas avaliadas, com CIMs de 31,25 µg/mL e efeito fungicida. A intensa pigmentação avermelhada observada o extrato polar (Figura 94) pode estar associado a presença de antocianinas e estruturas análogas entre outros fenólicos (TAGA & YAMAGUCHI, 2025), os quais podem resultar em efeitos sinérgicos, permitindo a ação simultânea de múltiplos alvos celulares, potencializando a atividade antifúngica e ampliando o espectro de ação (BENAMAR *et al*., 2025).

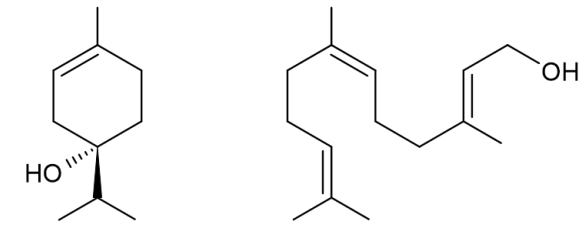


Figura 94. Aspecto e tonalidade do extrato PCM.

Os resultados com os valores de CIM e os efeitos de ação são inéditos para o extrato **PCM**, as misturas **10a-d**, **10a/10c**, **10b/10d**, **11/14** e **12a/12b** e para as substâncias **10a**, **10c**, **11** e **13** avaliadas isoladamente. Esses achados inserem essas substâncias em um cenário promissor e em ascensão para estudos frente a fungos do gênero *Sporothrix*, especialmente diante do aumento

expressivo dos casos de esporotricose em humanos e animais nos últimos anos e do emergente surgimento de cepas fúngicas resistentes.

Na literatura científica, alguns produtos naturais apresentam atividade antifúngica expressiva *in vitro* contra espécies de *Sporothrix*, com valores de CIM notavelmente baixos. Destacam-se o extrato bruto de *Schinus terebinthifolius*, com CIM entre 0,5 e 1,0 µg/mL frente a *S. brasiliensis*, e o óleo essencial de *Origanum majorana*, que apresentou CIM de 1 µg/mL contra *S. schenckii* (WALLER *et al*., 2016; ALMEIDA-SILVA *et al*., 2022). Adicionalmente, os derivados terpênicos (-)-terpinen-4-ol e farnesol (Figura 95) de origem natural exibiram os resultados mais potentes já relatados, com CIM variando de 0,003 a 0,222 µg/mL frente a linhagens clínicas de *Sporothrix* spp. (BRILHANTE *et al*., 2014). Em contraste, a maioria dos extratos e produtos naturais avaliados na literatura apresenta misturas complexas de metabólitos secundários, o que ressalta o caráter excepcional desses resultados de alta potencial avaliados com substâncias concentradas.



(-)-terpinen-4-ol farnesol

Figura 95. Estruturas químicas de terpenos altamente ativos contra *Sporothrix* spp.

Frente às drogas de controle, o itraconazol (Figura 96) se destaca como o medicamento de primeira escolha para o tratamento da esporotricose. Contudo, a resposta terapêutica pode ser impactada por isolados com susceptibilidade reduzida: em ensaios *in vitro* (CLSI M38), tem-se adotado, para fins analíticos, que CIM ≥ 4 µg/mL pode indicar resistência ao itraconazol em *Sporothrix* spp. (OLIVEIRA *et al*., 2015), e há séries clínicas derivadas de falhas terapêuticas que apresentaram CIMs elevados (≥ 4 µg/mL) para *S. brasiliensis* (NAKASU *et al*., 2021). Apesar de sua importância, o itraconazol pode causar efeitos adversos gastrointestinais e hepatotoxicidade, exigindo monitoramento

clínico e laboratorial durante tratamentos prolongados (6-12 meses) da esporotricose (WALLER et al., 2021).

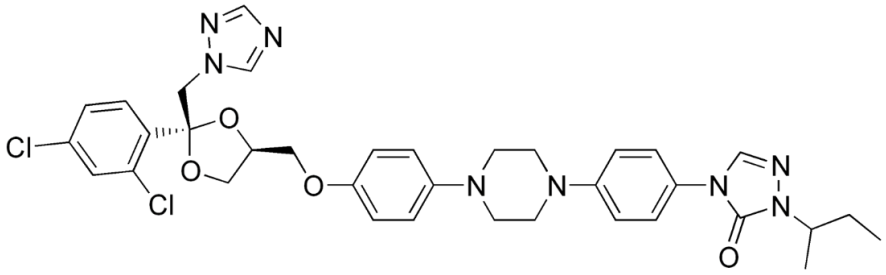


Figura 96. Estrutura molecular do Itraconazol.

5.5.4 Atividade antibacteriana contra *Xanthomonas citri* ssp. *citri* (Xcc)

Os resultados de CIM e CBM encontrados nos testes *in vitro* com as misturas **10a-d** frente a cepa bacteriana de Xcc de interesse a citricultura, estão apresentados na Tabela 36.

Tabela 36. Resultados da CIM da mistura **10a-d** frente a cepa da bactéria Xcc.

Cepa bacteriana	CIM (µg/mL)	
	10a-d	$CuSO_4$*
Xanthomonas citri ssp. *citri*	100,0**	250,0**

*Droga controle; **bactericida.

A mistura **10a–d** apresentou atividade antibacteriana promissora, com CIM de 100 µg/mL frente a Xcc (efeito bactericida). A mistura **10a-d** exibiu CIM mais eficiente do que a droga controle de $CuSO_4$ com CIM de 250 µg/mL. Tal atividade antibacteriana está sendo relatada pela primeira vez para a mistura **10a-d** e pode estar associada ao efeito do sinergismo entre as substâncias que resultou no efeito de inibição bactericida.

Na literatura científica, os principais resultados de CIM *in vitro* para substâncias naturais e derivados frente a Xcc concentram-se principalmente em derivados fenólicos e terpenoides. Destacam-se os dihidroxibenzoatos alquilados, como heptil-2,4-di-hidroxibenzoato, heptil-2,5-di-hidroxibenzoato e heptil-3,5-di-hidroxibenzoato (Figura 97), que apresentaram os menores valores de CIM reportados (52, 80 e 88 µM, respectivamente; ≈ 12–21 µg/mL), evidenciando elevada potência antibacteriana (NAZARÉ *et al*., 2018). Além

desses, o terpenoide α-cadinol (Figura 97), isolado de *Ocotea neesiana*, exibiu CIM em torno de 50 µg/mL (LIMA *et al*., 2025). Esses estudos indicam que compostos fenólicos de baixo peso molecular, especialmente ésteres alquilados de ácidos hidroxibenzoicos, bem como a mistura **10a-d,** representam atualmente os exemplos mais relevantes de substâncias naturais testadas *in vitro* contra Xcc, em um contexto ainda marcado pela escassez de estudos biológicos com essa bactéria de grande importância para a citricultura.

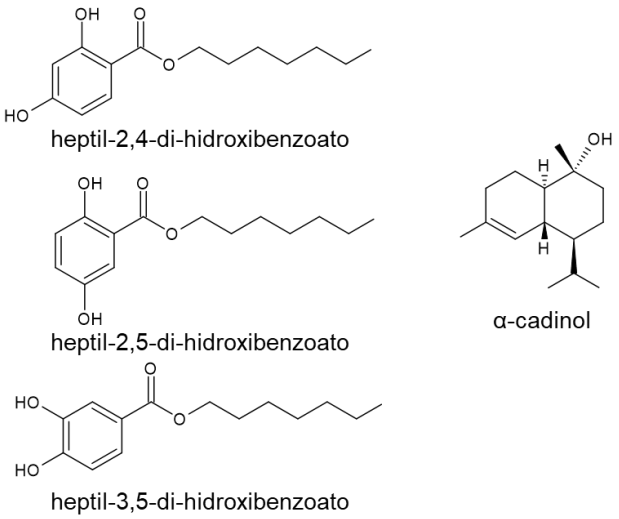


Figura 97. Estruturas químicas dos dihidroxibenzoatos alquilados e o α-cadinol ativos contra a cepa de *Xanthomonas citri* ssp. *citri*.

O sulfato de cobre é amplamente utilizado no controle do cancro cítrico causado pela Xcc como um bactericida de amplo espectro, consolidado pelo baixo custo, facilidade de formulação e efeito preventivo residual (BEHLAU *et al*., 2017). Entretanto, o manejo moderno recomenda o uso racional, pois sucessivas aplicações podem levar ao acúmulo de cobre no solo, fitotoxicidade e seleção de populações bacterianas mais resistentes. Desta forma, faz-se necessário a pesquisa e desenvolvimento de bactericidas naturais e eficientes para garantir maior e melhor utilização de recursos naturais e produtividade na citricultura.

6. CONCLUSÃO

A investigação fitoquímica dos resíduos madeireiros de *A. decandra* e *P. catingae* ampliou o conhecimento sobre o perfil químico dessas espécies. Por meio da transesterificação e análises por CG-EM, foi possível determinar a composição dos ésteres metílicos de ácidos graxos presentes nos extratos apolares, sendo o 9,12-octadecanoato de metila e 6-octadecenoato de metila os principais constituintes em *A. decandra*, enquanto o hexadecanoato de metila e 9-octadecenoato de metila predominaram em *P. catingae*. Adicionalmente, foram caracterizados o perfil cromatográfico e os padrões de fragmentação espectrométrica MS^2 por CLAE-EMAR das fases DCM e AcOEt obtidas do particionamento dos extratos polares dessas espécies.

O fracionamento cromatográfico dos extratos polares dos RM de *A. decandra* e *P. catingae* permitiu a identificação de 19 substâncias. Em *A. decandra*, foram identificados quatro ácidos fenólicos, o ácido gálico (**1**), ácido 4-O-metilgálico (**2**), ácido vanílico (**8**) e ácido siringico (**9**), dois ácidos graxos mono- (**3**) e di-insaturado (**4**), glicerol (**5**) e dois triterpenos, α- (**6**) e β-amirina (**7**), sendo as substâncias **1-9** relatadas pela primeira vez nos RM de *A. decandra*. Para *P. catingae,* foram identificados sete peltoginoides, o rel-(2,3-*trans*-3,4-*trans*)-peltoginol (**10a**), rel-(2,3-*trans*-3,4-*trans*)-mopanol (**10b**), rel-(2,3-*trans*-3,4-*cis*)-peltoginol B (**10c**), rel-(2,3-*trans*-3,4-*cis*)-mopanol B (**10d**), rel-(2,3-*trans*)-mopano (**11**), rel-(2,3-*trans*)-pubeschin (**13**), rel-(2,3-*trans*-3,4-*cis*)-4-*O*-metilpeltoginol B (**15**), dois flavanon-3-óis, o rel-(2,3-*trans*)-3-*O*-metilfustina (**12a**) e rel-(2,3-*cis*)-3-*O*-metilfustina (**12b**), e uma chalcona, a (*E*)-buteina (**14**). As substâncias **11**, **14** e **15** forma descritas pela primeira vez nos RM de *P. catingae*, sendo **11** e **15** também inéditas na literatura.

Na prospecção de substâncias com potencial biológico, a mistura de peltoginoides **10a-d** destacou-se pelo amplo espectro de atividade frente a microrganismos de interesse médico e veterinário. Observou-se atividade antifúngica relevante contra *Candida Krusei* (CIM= 20 µg/mL), *Criptococcus neoformans* (CIM= 5-10 µg/mL), com valores próximos ao controle positivo anfotericina B (CIM: 1 µg/mL), bem como contra *Sporothrix chenckii* (CIM= 31,25 µg/mL, efeito fungicida) e *S. brasiliensis* (CIM= 62,5 µg/mL, efeito fungistático).

Adicionalmente, o extrato **PCM** apresentou baixo CIM de 32,25 µg/mL com efeito fungicida, a mistura **10b/10d** e a substância **13** apresentaram bons resultados com CIM de 62,5 µg/mL e efeito fungicida para *S. brasiliensis* e *S. schenckii*. Em contraste, as misturas **10a/10c**, **11/14** e **12a/12b** e as substâncias **10a**, **10c** e **11**, exibiram CIMs mais elevados na maioria (125-250 µg/mL) frente a *S. brasiliensis* e *S. schenckii*, sugerindo que efeitos de sinergismo contribuam de forma decisiva para o desempenho biológico da mistura **10a-d**. A mistura **10a-d** também apresentou atividade bactericida frente a *Xanthomonas citri* ssp. *citri* (CIM= 100 µg/mL), e superou o controle positivo, a solução de $CuSO_4$ (CIM= 250 µg/mL). Ressalta-se que todos os achados com biológicos estão sendo relatados pela primeira vez neste trabalho e contribuem de forma significativa para estudos futuros de toxicidade, mecanismos de ação, semi-síntese, avaliação de efeitos sinérgicos com medicamentos, complexos metálicos entre outros.

Dessa forma, esta pesquisa contribuiu de maneira significativa para o conhecimento químico e antimicrobiano dos constituintes presentes nos resíduos madeireiros de *A. decandra* e *P. catingae*, agregando valor fitoquímico e biológico a esses materiais. Além disso, os resultados ressaltam a relevância de estudos com resíduos madeireiros, evidenciando que metabólitos secundários isolados da madeira residual podem constituir fontes promissoras de substâncias com potencial biológico.

´.

9. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ABHISHEK, R. U.; VENKATESH, H. N.; SUDHARSHANA, T. N.; MOHANA, D. C. Antimicrobial activity of 4-*O*-methylgallic acid isolated from *Phyllanthus polyphyllus* L. against foodborne pathogenic bacteria and yeasts. Journal of Biologically Active Products from Nature, v. 9, n. 2, p. 120-134, 2019.

ABRANKÓ, L. & SZILVÁSSY, B. Mass spectrometric profiling of flavonoid glycoconjugates possessing isomeric aglycones. Journal of Mass Spectrometry, v. 50, n. 1, p. 71-80, 2015.

AHMAD, A.; KALEEM, M.; AHMED, Z.; SHAFIQ, H. Therapeutic potential of flavonoids and their mechanism of action against microbial and viral infections—A review. Food Research International, v. 77, p. 221-235, 2015.

AHMADI, S.; AHMADI, G.; AHMADI, H. A review on antifungal and antibacterial activities of some medicinal plants. Micro Nano Bio Aspects, v. 1, n. 1, p. 10-17, 2022.

ALMEIDA, A. P. S.; RODRIGUES, D. A.; CASTELO, P. A. R. Determinação das Propriedades Químicas de Madeiras da Amazônia Meridional. Scientific Electronic Archives, v. 1, n. 1, p. 1–4, 2015.

ALMEIDA, M. E.; GOTTLIEB, O. R.; TEIXEIRA, M. A. New peltogynoids from three *Peltogyne* species. Phytochemistry, v. 13, n. 7, p. 1225-1228, 1974.

ALMEIDA-SILVA, F.; BERNARDES-ENGEMANN, A. R.; BÉRENGER, A. L. R.; SILVA, V. P.; FIGUEIREDO, M. R.; FREITAS, D. F. S. In vitro activity of *Schinus terebinthifolius* extract and fractions against *Sporothrix brasiliensis*. Memórias do Instituto Oswaldo Cruz, v. 117, p. 1-5, 2022.

ALVES, M. V. D. S.; COSTA, A. F. D.; ESPIG, D. D. S.; VALE, A. T. D. Resistência natural de seis espécies de madeiras da região amazônica a fungos apodrecedores, em ensaios de laboratório. Ciência Florestal , v. 1, p. 17-26, 2006.

ALVES, M. V. S.; COSTA, A. F.; ESPIG, D. S.; VALE, A. T. Natural decay resistance of six Amazon wood species in soil block tests. Ciência Florestal, v. 16, n. 1, p. 17-26, 2010.

Anaya, A. L.; Macías-Rubalcava, M.; Cruz-Ortega, R.; García-Santana, C.; Sánchez-Monterrubio, P. N.; Hernández-Bautista, B. E.; Mata, R. Allelochemicals from *Stauranthus perforatus*, a Rutaceous tree of the Yucatan Peninsula, Mexico. Phytochemistry, v. 66, n. 4, p. 487-494, 2005.

APG IV, Angiosperm Phylogeny Group classification for the orders and families of flowering plants. Disponível em <https://doi.org/10.15468/fzuaam>, acessado via GBIF.org em 23 de agosto de 2024.

ARAGÃO, G.F.; CARNEIRO, L.M.V.; JÚNIOR, A.P.F.; BANDEIRA, P.N.; LEMOS, T.L.G.; VIANA, G.S.B. Antiplatelet activity of α- and β-amyrin, isomeric mixture from *Protium heptaphyllum*. Pharmaceutical Biology, v. 45, n. 5, p. 343-349, 2007.

ASSIS, E. T. C. M.; PEREIRA, J. S.; SANTOS, T. A. UM NOVO OLHAR SOBRE A PAREDE CELULAR VEGETAL: UMA REVISÃO DE LITERATURA. Revista Multidisciplinar de Educação e Meio Ambiente, v. 2, n. 3, p. 57-57, 2021.

AZANI, N.; BABINEAU, M.; BAILEY, C. D.; BANKS, H.; BARBOSA, A. R.; PINTO, R. B.; ZIMMERMAN, E. A new subfamily classification of the Leguminosae based on a taxonomically comprehensive phylogeny: The Legume Phylogeny Working Group (LPWG). Taxon, v. 66, n. 1, p. 44-77, 2017.

BACH, L. & FAURE, J. D. Role of very-long-chain fatty acids in plant development, when chain length does matter. Comptes rendus biologies, v. 333, n. 4, p. 361-370, 2010.

BARBOSA, A.;ARAÚJO, D.;RIBEIRO, E.;HENRIQUES, M.;SILVA, S. *Candida albicans* Adaptation on Simulated Human Body Fluids under Different pH. Microorganisms, v. 8, n. 4, p. 511-523, 2020.

BASSET, C.; EPARVIER, V.; ESPINDOLA, L. S. The Search for Antifungals from Amazonian Trees: A Bio-Inspired Screening. Natural Product Communications, v. 10, n. 4, p. 605-608, 2015.

BATISTA, L.; STANGERLIN, D. M.; MELO, R. R. D.; SOUZA, A. P. D.; SILVA, E. D. S.; PARIZ, E. Resistência mecânica e composição química de madeiras amazônicas deterioradas em ensaios de campo. Madera y bosques, v. 27, n. 1, p. 1-10, 2021.

BEHBAHANI, M.; ALI, A. M.; MUSE, R.; MOHD, N. B. Anti-oxidant and anti-inflammatory activities of leaves of *Barringtonia racemosa*. Journal of Medicinal Plants Research, v. 1, n. 5, p. 95-102, 2007.

BEHLAU, F.; BELASQUE JUNIOR, J. Cancro cítrico: a doença e seu controle. 1. ed. Araraquara: Fundecitrus, 2014, 82 p.

BEHLAU, F.; CANTEROS, B. I.; MINSAVAGE, G. V.; JONES, J. B.; GRAHAM, J. H. Molecular characterization of copper resistance genes from *Xanthomonas citri* subsp. *citri* and *Xanthomonas alfalfae* subsp. *citrumelonis*. Applied and Environmental Microbiology, v. 77, p. 4089- 4096, 2011.

BEHLAU, F.; SCANDELAI, L. H. M.; SILVA JUNIOR, G. J.; LANZA, F. E. Soluble and insoluble copper formulations and metallic copper rate for control of citrus canker on sweet orange trees. Crop Protection, v. 94, p. 185-191, 2017.

BENAMAR, K.; EZZOUGGARI, R.; DEHBI, I.; JANATI, M.; EL-MRABET, A.; TAOUSSI, M.; LMEKKEDDEM, Y.; LAHLALI, R.; KORAICHI, S. I.; FIKRI-BENBRAHIM, K. Use of plant extracts for controlling *Penicillium expansum*-induced decay in apples. Physiological and Molecular Plant Pathology, v. 139, p. 1-15, 2025.

BENJAMIM, J. K. F.; DA COSTA, K. A. D.; SANTOS, A. S. Chemical, botanical and pharmacological aspects of the Leguminosae. Pharmacognosy Reviews, v. 14, n. 28, p. 106-120, 2020.

BREITMAIER, E. Struture elucidation by NMR in organic chemistry: a pratical guide. London, Chichester: J. Wiley & Sons, 1993.

BRILHANTE, R. S. N.; SILVA, N. F.; MARQUES, F. J. D. F.; CASTELO-BRANCO, D. D. S. C. M.; LIMA, R. A. C. D.; MALAQUIAS, A. D. M.; CAETANO, E. P.; BARBOSA, G. R.; CAMARGO, Z. P.; RODRIGUES, A. M.; MONTEIRO, A. J.; BANDEIRA, J. P. G.; CORDEIRO, R. A.; SIDRIM, J. J. C.; MOREIRA, J. L. G.; ROCHA, M. F. G. *In vitro* inhibitory activity of terpenic derivatives against clinical and environmental strains of the *Sporothrix schenkii* complex. Sabouraudia, v. 53, n. 2, p. 93-98, 2014.

BRIZENO, M. C.; SILVA, E. C.; BASSOLI, A. C. D. G. O problema de saúde pública da esporotricose felina no estado de Pernambuco, Brasil: uma revisão

narrativa. Revista Brasileira de Desenvolvimento, v. 6, n. 12, p. 93845-93855, 2020.

BROWN, G. D.; BALLOU, E. R.; BATES, S.; BIGNELL, E. M.; BORMAN, A. M.; BRAND, A. C.; WILSON, D. The pathobiology of human fungal infections. Nature Reviews Microbiology, p. 1-18, 2024.

CAMPINHO, L. C. P.; SANTOS, S. M. V.; AZEVEDO, A. C. Probióticos em mulheres com candidíase vulvovaginal: qual a evidência? Revista Portuguesa de Clínica Geral, v. 35, n. 6, p. 465-468, 2019.

CANHOTO, J. M. Madeira. Revista de Ciência Elementar, v. 6, n. 4, p. 1-6, 2018.

CENTERS FOR DISEASE CONTROL AND PREVENTION (CDC). Public Health Image Library (PHIL). Atlanta: CDC, [s.d.]. Disponível em: https://wwwn.cdc.gov/PHIL/default.aspx. Acesso em: 12 mar. 2026.

CLSI. Reference Method for broth dilution antifungal susceptibility testing of yeasts. 2th ed. CLSI standard M27-A2. Wagne, PA: Clinical and Laboratory Standrds Institute, USA, 2002.

CORDEIRO, F. N.; BRUNO, C. B.; PAULA, C. D. R. D.; MOTTA, J. D. O. C. D. Ocorrência familiar de esporotricose zoonótica. *In*: Anais brasileiros de dermatologia, Rio de Janeiro, RJ, 2011.

CORRÊA, G. R. & CAMPOS, P. V. Etnoconhecimento na Amazônia: Agricultura tradicional no Médio Amazonas. Revista Verde Grande: Geografia e Interdisciplinaridade, v. 5, n. 02, p. 487-508, 2023.

CORTÉS, J. A.; RUIZ, J. F.; MELGAREJO-MORENO, L. N.; LEMOS, E. V. Candidemia en Colombia. Biomédica, v.40, n. 1, p. 195–207, 2020.

COSTA, J. A. Classificação de madeiras da Amazônia para composição de instrumento musical de corda por meio da técnica de excitação por impulso. Dissertação de Mestrado. Programa de Pós-graduação em Ciências Florestais e Ambientais, Universidade Federal do Amazonas (UFAM), Brasil, 2017.

CUTEK®. *Purpleheart – Timber species information.* CUTEK. Disponível em: https://cutek.co.nz/timber/purpleheart/. Acesso em: 09 dez. 2025.

CZECHOWICZ, P.; NOWICKA, J.; GOŚCINIAK, G. Virulence factors of *Candida* spp. and host immune response important in the pathogenesis of vulvovaginal candidiasis. International journal of molecular sciences, v. 23, n. 11, p. 5895-5916, 2022.

DENNING, D. W. Global incidence and mortality of severe fungal disease. The Lancet Infectious Diseases, v. 24, n. 7, p. e428-e438, 2024.

DEWICK, P. M. Medicinal Natural Products: A Biosynthetic Approach. 3. ed. Chichester: John Wiley & Sons, 2009. 539 p.

DOUDIN, K. I. Quantitative and qualitative analysis of biodiesel by NMR spectroscopic methods. Fuel, v. 284, p. 1-8, 2021.

DREWES, S. E. & ROUX, D. G. Isolation of Mopanin from *Colosphospermum mopane* and Interralation of Flavonoid Components of *Peltogyne* spp. Journal of the Chemical Society C: Organic, p. 1407-1411, 1967.

DREWES, S. E. & ROUX, D. G. Stereochemistry and biogenesis of mopanols and peltogynols and associated flavanoids from *Colophospermum mopane*. Journal of the Chemical Society C: Organic, p. 1644-1653, 1966.

DZOYEM, J. P.; MELONG, R.; TSAMO, A. T.; TCHINDA, A. T.; KAPCHE, D. G.; NGADJUI, B. T.; ELOFF, J. N. Cytotoxicity, antimicrobial and antioxidant activity of eight compounds isolated from *Entada abyssinica* (Fabaceae). BMC research notes, v. 10, p. 1-6, 2017.

ESPINEL-INGROFF, A.; CANTÓN, E. Methods for antifungal susceptibility testing of the *Cryptococcus neoformans*/*C. gattii* complex: strengths and limitations. Journal of Fungi, v. 9, n. 5, p. 542-553, 2023.

ESPINEL-INGROFF, A.; FOTHERGILL, A.; PETER, J.; RINALDI, M. G.; WALSH, T. J. Testing Conditions for Determination of Minimum Fungicidal Concentrations of New and Established Antifungal Agents for *Aspergillus* spp. Journal of clinical microbiology, v. 40, n. 9, p. 3204-3208, 2002.

ESTRELLA, M.; FOREST, F.; KLITGÅRD, B.; LEWIS, G. P.; MACKINDER, B. A.; QUEIROZ, L. P.; BRUNEAU, A. A new phylogeny-based tribal classification of

subfamily Detarioideae, an early branching clade of florally diverse tropical arborescent legumes. Scientific Reports, v. 8, n. 1, p. 1-14, 2018.

FALCI, D. R.; PASQUALOTTO, A. C. Anfotericina B: uma revisão sobre suas diferentes formulações, efeitos adversos e toxicidade. Clinical and biomedical research, v. 35, n. 2, p. 65-82, 2015.

FARHAN, M. A.; MOHARRAM, A. M.; SALAH, T.; SHAABAN, O. M. Types of yeasts that cause vulvovaginal candidiasis in chronic users of corticosteroids. Med Mycology, v. 57, n. 6, p. 681-687, 2019.

FERENCE, C. M.; GOCHEZ, A. M.; BEHLAU, F.; WANG, N.; GRAHAM, J. H.; JONES, J. B. Recent advances in understanding *Xanthomonas citri* subsp. *citri* pathogenesis and citrus canker disease management. Molecular Plant Pathology, v. 19, p. 1302-1318, 2018.

FERREIRA, D.; STEYNBERG, J. P.; ROUX, D. G.; BRANDT, E. V. Diversity of structure and function in oligomeric flavanoids, Tetrahedron, v. 48, n. 10, p. 1743-1803, 1992.

FERREIRA, É. L. F.; OLIVEIRA, J. P. C.; ARAÚJO, M. R. S.; RAI, M.; CHAVES, M. H. Phytochemical profile and ethnopharmacological applications of Lecythidaceae: An overview. Journal of Ethnopharmacology, v. 274, p. 1-22, 2021.

FIELD MUSEUM. [Fruto/estrutura botânica — espécime LECYTHIDACEAE cari per 15139] [Imagem]. Disponível em: https://fm-digital-assets.fieldmuseum.org/1505/759/LECY_cari_per_15139.jpg. Acesso em: 09 dez. 2025.

Flora do Brasil[a] (2024). Lecythidaceae in Flora e Funga do Brasil. Jardim Botânico do Rio de Janeiro. Disponível em: https://floradobrasil.jbrj.gov.br/FB145. Acesso em: 12 ago. 2024.

Flora do Brasil[b] (2024). Sampaio, D.; Forzza, R.C.; Vieira, J.A. *Allantoma* in Flora e Funga do Brasil. Jardim Botânico do Rio de Janeiro. Disponível em: https://floradobrasil.jbrj.gov.br/FB36624. Acesso em: 23 ago. 2024.

Flora do Brasil[c] (2024). Fabaceae in Flora e Funga do Brasil. Jardim Botânico do Rio de Janeiro. Disponível em: https://floradobrasil.jbrj.gov.br/FB115. Acesso em: 23 ago. 2024.

Flora do Brasil[d] (2024). *Peltogyne* in Flora e Funga do Brasil. Jardim Botânico do Rio de Janeiro. Disponível em: https://floradobrasil.jbrj.gov.br/FB78741. Acesso em: 09 ago. 2024.

Flora do Brasil[e] (2024). *Peltogyne* in Flora e Funga do Brasil. Jardim Botânico do Rio de Janeiro. Disponível em: https://floradobrasil.jbrj.gov.br/FB78746. Acesso em: 23 ago. 2024.

FRANÇA FERREIRA, É. L.; OLIVEIRA, J. P. C.; SILVA DE ARAÚJO, M. R.; RAI, M.; CHAVES, M. H. Phytochemical profile and ethnopharmacological applications of Lecythidaceae: An overview. Journal of Ethnopharmacology, v. 267, p. 1-22, 2021.

FRANKIEBEAUTYCO. Espécime de *Allantoma* sp. [Fotografia]. Facebook, s.d. Disponível em: https://www.facebook.com/photo?fbid=122263283696208477&set=a.122099884538208477. Acesso em: 09 dez. 2025a.

FRANKIEBEAUTYCO. Foto de produto anunciado — sabonete artesanal. [Fotografia]. Facebook, s.d. Disponível em: https://www.facebook.com/photo/?fbid=122261872916208477&set=pcb.122261876864208477. Acesso em: 09 dez. 2025b.

FRANKIEBEAUTYCO. Postagem com foto de produto e um espécime de *Peltogyne* [Imagem]. Facebook, 2025. Disponível em: https://www.facebook.com/photo/?fbid=3194346860673383&set=pcb.3194346937340042. Acesso em: 09 dez. 2025.

Fundação de Vigilância Sanitária do Amazonas (2024). Boletim Epidemiológico de casos de Esporotricose. Disponível em: https://www.fvs.am.gov.br/media/publicacao/____2024_Esporotricose_humana_e_animal_FVS-RCP_28.05.2024.pdf, acessado em 23 agosto de 2024.

GAO, L.; CUI, S.; HUANG, Z.; CUI, H.; ALAHMADI, T. A.; MANIKANDAN, V. Antinociceptive and anti-inflammatory activities of butein in different nociceptive

and inflammatory mice models. Saudi Journal of Biological Sciences, v. 28, n. 12, p. 7090-7097, 2021.

GAO, S.; FENG, N.; YU, S.; YU, D.; WANG, X. Vasodilator constituents from the roots of *Lysidice rhodostega*. Planta medica, v. 70, n. 12, p. 1128-1134, 2004.

GARCIA, M. G.; NASCIMENTO, C. C.; FERREIRA, A. G.; LIMA, M. P. Identification of Isoflavonoids in Wood Residue from *Swartzia laevicarpa*, *Dipteryx odorata*, and *Andira parviflora*. Chemistry of Natural Compounds, v. 54, p. 856-859, 2018.

GARCÍA-CARNERO, L. C.; MARTÍNEZ-ÁLVAREZ, J. A. Virulence factors of *Sporothrix schenckii*. Journal of Fungi, v. 8, n. 3, p. 318-330, 2022.

GARCIA-RUBIO, R.; DE OLIVEIRA, H. C.; RIVERA, J.; TREVIJANO-CONTADOR, N. The fungal cell wall: *Candida*, *Cryptococcus*, and *Aspergillus* species. Frontiers in microbiology, v. 10, p. 1-13, 2020.

GNAT, S.; ŁAGOWSKI, D.; NOWAKIEWICZ, A.; & DYLĄG, M. A global view on fungal infections in humans and animals: opportunistic infections and microsporidioses. Journal of Applied Microbiology, v. 131, n. 5, p. 2095-2113, 2021.

GODOY, M. F.; VICTOR, S. R.; BELLINI, A. M.; GUERREIRO, G.; ROCHA, W. C.; BUENO, O. C.; PAGNOCCA, F. C. Inhibition of the symbiotic fungus of leaf-cutting ants by coumarins. Journal of the Brazilian Chemical Society, v. 16, p. 669-672, 2005.

GOTTWALD, T. R.; GRAHAM, J. H.; SCHUBERT, T. S. Citrus canker: the pathogen and its impact. Plant health progress, v. 3, n. 1, p. 15-49, 2002.

GRANATO, D.; NUNES, D. S.; MATTOS, P. P. D.; RIOS, E. D. M.; GLINSKI, A.; RODRIGUES, L. C.; JÚNIOR, G. Z. Chemical and biological evaluation of rejects from the wood industry. Brazilian Archives of Biology and Technology, v. 48, p. 237-241, 2005.

GUTIÉRREZ-MACÍAS, P.; GUTIÉRREZ-ZÚÑIGA, C. G.; GARDUÑO-SICILIANO, L.; ORDAZ-PICHARDO, C.; ARRIAGA-ALBA, M.; BARRAGÁN-HUERTA, B. E. Purple pigment from *Peltogyne mexicana* heartwood as a

potential colorant for food. Journal of food science and technology, v. 56, p. 3225-3238, 2019.

GUTIÉRREZ-MACÍAS, P.; PERALTA-CRUZ, J.; BORJA-DE-LA-ROSA, A.; BARRAGÁN-HUERTA, B. E. Peltomexicanin, a peltogynoid quinone methide from *Peltogyne Mexicana* Martínez purple heartwood. Molecules, v. 21, n. 2, p. 186-192, 2016.

Hammel, B. E., Grayum, M. H., Herrera, C., & Zamora Villalobos, N. Manual de Plantas de Costa Rica. Volume VI. Dicotiledóneas (Haloragaceae-Phytolaccaceae). Monographs in systematic botany from the Missouri Botanical Garden, v. 92-93, 2004.

HASHIDA, K.; TABATA, M.; KURODA, K.; OTSUKA, Y.; KUBO, S.; MAKINO, R.; OHARA, S. Phenolic extractives in the trunk of *Toxicodendron vernicifluum*: chemical characteristics, contents and radial distribution. Journal of wood science, v. 60, p. 160-168, 2014.

HASHIDA, K.; TABATA, M.; KURODA, K.; OTSUKA, Y.; KUBO, S.; MAKINO, R.; OHARA, S. Phenolic extractives in the trunk of *Toxicodendron vernicifluum*: chemical characteristics, contents and radial distribution. Journal of wood science, v. 60, p. 160-168, 2014.

HASSALL, C. H. & WEATHERSTON, J. The absolute configuration of the leucoanthocyanidin, peltogynol. Journal of the Chemical Society (Resumed), p. 2844-2849, 1965.

HAYASIDA, W.; SOUSA, A. S.; LIMA, M. P.; NASCIMENTO, C. C.; FERREIRA, A. G. Proposta de aproveitamento em resíduos de pau-rainha (*Brosimum rubescens*) descartados pelo setor madeireiro. Acta Amazonica, v. 38, p. 749-752, 2008.

HAYASIDA, W.; SOUSA, A. S.; LIMA, M. P.; NASCIMENTO, C. C.; FERREIRA, A. G. Resíduos madeireiros do alburno de pau-rainha (*Brosimum rubescens*): Investigação de metabólitos secundários e alguns aspectos tecnológicos. Acta Amazonica, v. 41, p. 285-288, 2011.

HELENO, S. A.; MARTINS, A.; QUEIROZ, M. J. R.; FERREIRA, I. C. Bioactivity of phenolic acids: Metabolites versus parent compounds: A review. Food chemistry, v. 173, p. 501-513, 2015.

HENDRICKSON, J. A.; HU, C.; AITKEN, S. L.; BEYDA, N. Antifungal resistance: a concerning trend for the present and future. Current infectious disease reports, v. 21, p. 1-8, 2019.

HIGUCHI, K.; KANEKO, F.; KOBAYASHI, M. Polymorphism of linoleic acid (*cis*-9, cis-12-octadecadienoic acid) and α-linolenic acid. Journal of the American Oil Chemists' Society, v. 80, n. 4, p. 325-331, abr. 2003.

HOLANDA-PINTO, S.A.; PINTO, L.M.S.; GUEDES, M.A.; CUNHA, G.M.A.; CHAVES, M.H.; SANTOS, F.A.; Rao, V.S. Antinoceptive effect of triterpenoid α, β-amyrin in rats on orofacial pain induced by formalin and capsaicin. Phytomedicine, v. 15, n. 8, p. 630-634, 2008.

HUANG, Y. Y.; MORI, S. A.; KELLY, L. M. A morphological cladistic analysis of Lecythidoideae with emphasis on *Bertholletia*, *Corythophora*, *Eschweilera,* and *Lecythis*. Brittonia, v. 63, p. 396-417, 2011.

HUANG, Y. Y.; MORI, S. A.; PRANCE, G. T. A phylogeny of *Cariniana* (Lecythidaceae) based on morphological and anatomical data. Brittonia, v. 60, p. 69-81, 2008.

HUANG, Y. Y.; MORI, S. A.; PRANCE, G. T. HUANG, Ya-Yi; MORI, Scott A.; PRANCE, Ghillean T. A phylogeny of *Cariniana* (Lecythidaceae) based on morphological and anatomical data. Brittonia, v. 60, p. 69-81, 2008.

Hughes, C. E. & Legume Phylogeny Working Group. A new subfamily classification of the Leguminosae based on a taxonomically comprehensive phylogeny. Taxon, v. 66, n. 1, p. 44-77, 2017.

IYER, K. R.; REVIE, N. M.; FU, C.; ROBBINS, N.; COWEN, L. E. Estratégias de tratamento para infecção criptocócica: desafios, avanços e perspectivas futuras. Nature Reviews Microbiology , v. 19, n. 7, p. 454-466, 2021.

JAEGER, D.; O'LEARY, M. C.; WEINSTEIN, P.; MØLLER, B. L.; SEMPLE, S. J. Phytochemistry and bioactivity of *Acacia* sensu stricto (Fabaceae: Mimosoideae). Phytochemistry Reviews, v. 18, p. 129-172, 2019.

JIAN-JUAN, L. I.; JIE, Y. A. N. G.; FANG, L. Ü.; YIN-TAO, Q. I.; YAN-QING, L. I. U.; YUN, S. U. N.; QIANG, W. A. N. G. Chemical constituents from the stems of *Celastrus orbiculatus*. Chinese Journal of Natural Medicines, v. 10, n. 4, p. 279-283, 2012.

JIU-ZHEN, D.; MINJIAN, Q.; CHUNJUN, X. Advance in studies on peltogynoids distribution in plant and their structures. Drugs and Clinic, Vol. 26, n. 3, p. 174-180, 2011.

KANG, J.; PRICE, W. E.; ASHTON, J.; TAPSELL, L. C.; JOHNSON, S. Identification and characterization of phenolic compounds in hydromethanolic extracts of *Sorghum wholegrains* by LC-ESI-MS^n. Food Chemistry, v. 211, p. 215–226, 2016.

KLOCK, U.; MUNIZ, G. I. B.; HERNANDEZ, J. A.; ANDRADE, A. S. Química da madeira. Curitiba, PR: Universidade Federal do Paraná, 2005, 22p.

KOCHANOVSKI, F. J.; SARTORI, Â. L. B.; MANSANO, V. F. *Peltogyne barbata* (Leguminosae, Detarioideae), a new species endemic to the Trombetas River area, Brazil. Kew Bulletin, v. 75, n. 1, p. 1-6, 2020.

KUMAR, A.; KORPINEN, R.; MÖTTÖNEN, V.; VERKASALO, E. Suberin fatty acid hydrolysates from outer birch bark for hydrophobic coating on aspen wood surface. Polymers, v. 14, n. 4, p. 832-846, 2022.

LANZA, F. E.; MARTI, W.; SILVA, G. J.; BEHLAU, F. Characteristics of citrus canker lesions associated with premature drop of sweet orange fruit. Phytopathology, v. 109, n. 1, p. 44–51, 2019.

LAZO, V.; HERNÁNDEZ, G.; MÉNDEZ, R. Candidiasis sistémica en pacientes críticos, factores predictores de riesgo. Horizonte Médico (Lima), v.18, n. 1, p. 75–85, 2018.

LI, M., LIAO, Y., CHEN, M., PAN, W., & WENG, L. Antifungal susceptibilities of *Cryptococcus* species complex isolates from AIDS and non-AIDS patients in

Southeast China. The Brazilian Journal of Infectious Diseases, v. 16, n. 2, p. 175-179, 2012.

Lima, J. A.; Ramos, H. G.; Chaves, J. A.; Nascimento, C. C. D.; Queiroz-Junior, L. H. K.; Silva, D. F. D.; Amaral, L. C.; Silva, M. F. G.; Lima, M. P. Chemical Compounds from *Ocotea neesiana* (Miq.) Kosterm Demolition Wood and Their Effect on the Growth of *Xanthomonas citri* subsp. *citri*. Journal of the Brazilian Chemical Society, v. 36, n. 11, p. e-20250118, 2025.

LIMA, M.; BRAGA, P. A.; MACEDO, M. L.; SILVA, M. F. G. F.; FERREIRA, A. G.; FERNANDES, J. B.; VIEIRA, P. C. Phytochemistry of *Trattinnickia burserifolia*, *T. rhoifolia*, and *Dacryodes hopkinsii*: Chemosystematic implications. Journal of the Brazilian Chemical Society, v. 15, p. 385-394, 2004.

MALAN, E. & ROUX, D. G. (+)-2,3-*trans*-pubeschin, the first catechin analogue of peltogynoids from *Peltogyne pubescens* and *P. venosa*. Phytochemistry, v. 13, n. 8, p. 1575-1579, 1974.

MALAN, J. C. S.; YOUNG, D. A.; STEYNBERG, J. P.; FERREIRA, D. Oligomeric flavanoids. Part 9. The first biflavanoids based on mopanol and peltogynol as inceptive electrophiles, Journal of the Chemical Society, Perkin Transactions 1, n. 2, p. 219-225, 1990.

MARTHA, R.; MUBAROK, M.; DARMAWAN, W.; SYAFII, W.; DUMARCAY, S.; CHARBONNIER, C. G.; GERARDIN, P. Biomolecules of interest present in the main industrial wood species used in indonesia-a review. Journal of Renewable Materials, v. 9, n. 3, p. 399-449, 2021.

MARTÍNEZ-MARTÍNEZ, M. D. L. Á.; HERNÁNDEZ-MARTÍNEZ, J.; DOMÍNGUEZ-CASTILLO, C. *Candida auris*, la nueva amenaza mundial. Microorganismos benéficos, saprófitos y patógenos. p. 182-206, 2025.

MATHEW, S.; ZHANG, K.; ZHOU, X.; MÜNCH, G.; BODKIN, F.; LI, F.; RAJU, R. Myrtinols A–F: New Anti-Inflammatory Peltogynoid Flavonoid Derivatives from the Leaves of Australian Indigenous Plant *Backhousia myrtifolia*. Molecules, v. 28, n. 5, p. 1-11, 2023.

MAYARD, R.; ALCÂNTARA SEGUNDINHO, P. G. D.; SANTOS, L. L. D.; GONÇALVES, F. G.; SILVA, J. G. M. D. Influência dos anéis de crescimento nas

propriedades mecânicas da madeira de *Pinus*. Madera y bosques, v. 28, n. 3, 2022.

MEDEIROS, D. T. D.; MELO, R. R. D.; CADEMARTORI, P. H. G. D.; BATISTA, F. G.; MASCARENHAS, A. R. P. Caracterização da madeira de espécies da Amazônia. Madera y bosques, v. 27, n. 2, p.1-12, 2021.

MELO, C. M.; MORAIS.T. C.; TOMÉ, A. R.; BRITO, G. A. C.; CHAVES, M. H.; RAO, V. S.; SANTOS, F. A. Anti-inflammatory effect of α, β-amyrin, a triterpene from *Protium heptaphyllum*, on cerulein-induced acute pancreatitis in mice. Inflammation Research, v. 60, p. 673-681, 2011.

MELO, L. E. S.; CRUZ, K. S.; SOARES, P. I. L.; NASCIMENTO, C. C.; SOUZA, J. V. B.; MARCELINO, B. M.; ANDRADE-NETO, V. F.; FERREIRA, A. G.; LIMA, M. P. Antifungal and Antiplasmodial Activity of Isolated Compounds from *Handroanthus serratifolius* (Vahl) S. Grose Sawdusts. International Journal of Advanced Research in Science, Engineering and Technology, v. 6, 2019.

MELO, L. E. S.; SIÇVA, J. B.; NASCIMENTO, C. C.; FERREIRA, A. G.; LIMA, M. P. Identification of phenolic compounds and their relationship to the natural resistance of wood from *Dipteryx polyphylla* huber and *Acacia mangium* wild. International jornal of innovation education and research, v. 8, p. 471-480, 2020.

MENEGUETTI, O. D. U.; LIMA, R. A.; MACEDO, S. R. A.; BARROS, N. B.; FACUNDO, J. B.; MILITÃO, J. S. L. T. Plantas da Amazônia brasileira com potencial leishmanicida *in vitro*. Revista de Patologia Tropical/Journal of Tropical Pathology, v. 44, n. 4, p. 359-374, 2015.

MILOSAVLJEVIC, S.; DJORDJEVIC, I.; MANDIC, B.; TESEVIC, V.; STANKOVIC, M.; TODOROVIC, N.; NOVAKOVIC, M. Flavonoids of the Heartwood of *Cotinus coggygria* Scop. Showing protective effect on human lymphocyte DNA. Natural Product Communications, v. 16, n. 12, p. 1-8, 2021.

MOHAMMED, Ruaa Adnan; AL-SHAWI, Nada N. Butein mitigates 5-FU-triggered hepatotoxicity via antioxidant, anti-inflammatory, and anti-apoptotic pathways. Toxicology Reports, p. 1-9, 2025.

MONTES, E. G. & AMARO-LUIS, J. M. Icosandrin, a novel peltogynoid from the fruits of *Phytolacca icosandra* (Phytolaccaceae). Natural product research, v. 30, n. 1, p. 89-94, 2016.

MORAIS, W. W. C.; BRITO, J. O.; LANA, A. Q.; ANDRADE, C. R.; JÚNIOR, A. F. D. Qualidade de resíduos madeireiros estocados em serrarias na Amazônia para fins energéticos. Advances in Forestry Science, v. 11, n. 1, p. 2176-2182, 2024.

MORGADO, D. S.; CASTRO, R.; RIBEIRO-ALVES, M.; CORRÊA-MOREIRA, D.; CASTRO-ALVES, J.; PEREIRA, S. A.; OLIVEIRA, M. M. E. Global distribution of animal sporotrichosis: A systematic review of *Sporothrix* sp. identified using molecular tools. Current Research in Microbial Sciences, v. 3, p. 1-12, 2022.

MORI, A. S.; SMITH, N.P.; CORNEJO, X.; PRANCE, G.T. (2010). The Lecythidaceae Pages. The New York Botanical Garden, New York. Disponivel em: <http://sweetgum.nybg.org/lp/index.php>, acessado em 23 de agosto de 2024.

MORI, S. A.; PRANCE, G. T.; DEZEEUW, C. H. Flora neotropica monograph. Lecythidaceae: 2. The zygomorphic-flowered New World genera:(*Couroupita*, *Corythophora*, *Bertholletia*, *Couratari*, *Eschweilera*, & *Lecythis*). New York, New York Botanical Garden, 1990.

MORTON, C. M.; MORI, S. A.; PRANCE, G. T.; KAROL, K. G.; CHASE, M. W. Phylogenetic relationships of Lecythidaceae: a cladistic analysis using rbcL sequence and morphological data. American Journal of Botany, v. 84, n. 4, p. 530-540, 1997.

NAKASU, C. C. T.; WALLER, S. B.; RIPOLL, M. K.; FERREIRA, M. R. A.; CONCEIÇÃO, F. R.; GOMES, A. D. R.; OSÓRIO, L. G.; FARIA, R. O.; CLEFF, M. B. Feline sporotrichosis: a case series of itraconazole-resistant *Sporothrix brasiliensis* infection. Brazilian Journal of Microbiology, v. 52, n. 1, p. 163-171, 2021.

NAZARÉ, A. C.; POLAQUINI, C. R.; CAVALCA, L. B.; ANSELMO, D. B.; SAIKI, M. D. F. C.; MONTEIRO, D. A.; REGASINI, L. O. Design of antibacterial agents: Alkyl dihydroxybenzoates against *Xanthomonas citri* subsp. *citri*. International Journal of Molecular Sciences, v. 19, n. 10, p. 3050, 2018.

NEWMAN, D. j.; CRAGG, G. M. Natural products as sources of new drugs over the nearly four decades from 01/1981 to 09/2019. Journal of natural products, v. 83, n. 3, p. 770-803, 2020.

OBISTIOIU, D.; COCAN, I.; TÎRZIU, E.; HERMAN, V.; NEGREA, M.; CUCERZAN, A.; ALEXA, E. Phytochemical profile and microbiological activity of some plants belonging to the Fabaceae family. Antibiotics, v. 10, n. 6, p. 1-20, 2021.

OLIVEIRA, D. C.; LORETO, É. S. D.; MARIO, D. A. N.; LOPES, P. G. M.; NEVES, L. V.; ROCHA, M. P. D.; ALVES, S. H. *Sporothrix schenckii* complex: susceptibilities to combined antifungal agents and characterization of enzymatic profiles. Revista do Instituto de Medicina Tropical de São Paulo, v. 57, n. 4, p. 289-294, 2015.

OLIVEIRA, P. M. C; SOUZA, J. P. B.; ALBERNAZ, L. C; ESPINDOLA, L. S. COELHO-FERREIRA, M. Natural resources used in the traditional medicine of the Marinaú Community, Caxiuna forest, Brazil. Frontiers in Pharmacology, v. 15, p. 1-17, 2024.

OMBRA, M. N.; PALIOGIANNIS, P.; STUCCI, L. S.; COLOMBINO, M.; CASULA, M.; SINI, M. C.; MANCA, A.; PALOMBA, G.; STANGANELLI, I.; MANDALÀ, M.; GANDINI, S.; LISSIA, A.; DONEDDU, V.; COSSU, A. PALMIERI, G. Dietary compounds and cutaneous malignant melanoma: Recent advances from a biological perspective. Nutrition & Metabolism, v. 16, n. 1, p. 33, 2019.

OSIRO, D.; FRANCO, R. W. A.; COLNAGO, L. A. Spectroscopic characterization of the exopolysaccharide of *Xanthomonas axonopodis* pv. *citri* in Cu^{2+} resistance mechanism. Journal of the Brazilian Chemical Society, v. 22, n. 7, p. 1339-1345, 2011.

OUATTARA, B.; ANGENOT, L.; GUISSOU, P.; FONDU, P.; DUBOIS, J.; FRÉDÉRICH, M.; TITS, M. LC/MS/NMR analysis of isomeric divanilloylquinic acids from the root bark of *Fagara zanthoxyloides* Lam. Phytochemistry, v. 65, n. 8, p. 1145-1151, 2004.

PAŠIĆ, I.; NOVAKOVIĆ, M.; TEŠEVIĆ, V.; MILOSAVLJEVIĆ, S.; PETROVIĆ, N.; STANOJKOVIĆ, T.; MATIĆ, I. Z. Exploring the anticancer potential of extracts and

compounds from the heartwood of *Cotinus coggygria* Scop. wild growing in Serbia. BMC Complementary Medicine and Therapies, v. 25-43, n. 1, p. 36, 2025.

PAYÁ, C.; VAZQUEZ, F.; GALARZA, P.; PEREZ, J.; BELLÉS A. J. M.; LISON, P. P.; LÓPEZ-GRESA, P.; VERA, S. F.; RODRIGO, I. Papel primario del metabolismo secundario em la respuesta defensiva de las plantas. Fitopatología – Sociedad Española de Fitopatología (SEF), v.6, n.27, p.27-33, 2021.

PAYÃO, G. M. Síntese e avaliação antibacteriana e antiviral de Buteína e seus análogos. Dissertação (Mestrado em Química) – Universidade Estadual Paulista (UNESP), Instituto de Biociências Letras e Ciências Exatas, São José do Rio Preto, 2024.

PINTO, R. B.; LUSA, M. G.; MANSANO, V. D. F.; TOZZI, A. M. G. D. A.; MAYER, J. L. S. Morphoanatomy of the leaflets of the Hymenaea clade (Fabaceae: Detarioideae) reveals their potential for taxonomic and phylogenetic studies. Botanical Journal of the Linnean Society, v. 187, n. 1, p. 87-98, 2018.

PROCÓPIO, L. C. & SECCO, R. S. A importância da identificação botânica nos inventários florestais: o exemplo do “tauari” (*Couratari* spp. E *Cariniana* spp. – Lecythidaceae) em duas áreas manejadas no Estado do Pará. Acta Amazonica, v. 38, p. 31-44, 2008.

PROCÓPIO, L. C.; GAYOT, M.; SIST, P.; FERRAZ, I. D. K. As espécies de tauari (Lecythidaceae) em florestas de terra firme da Amazônia: padrões de distribuição geográfica, abundâncias e implicações para a conservação. Acta Botanica Brasilica, v. 24, p. 883-897, 2010.

RAHMAN, M.M.; POLFREMAN, D.; MACGEACHAN, J.; GRAY, A. I. Antimicrobial activities of *Barringtonia acutângula.* Phytotherapy Research, v. 19, n. 6, p. 543-545, 2005.

RAMOS, W. F.; RUIVO, M. D. L. P.; JARDIM, M. A. G.; PORRO, R.; CASTRO, R. M. D. S.; SOUSA, L. M. D. Análise da indústria madeireira na Amazônia: Gestão, uso e armazenamento de resíduos. Revista Brasileira de Ciências Ambientais, n. 43, p. 1-16, 2017.

RAMOS, W. F.; RUIVO, M. D. L. P.; JARDIM, M. A. G.; SOUSA, L. M. D. Geração de resíduos madeireiros do setor de base florestal na região metropolitana de Belém, Pará. Ciência Florestal, v. 28, n. 4, p. 1823-1830, 2018.

RATHORE, S.S.; SATHIYAMOORTHY, J.; LALITHA, C.; RAMAKRISHNAN, J. A holistic review on *Cryptococcus neoformans*. Microbial pathogenesis**,** v. 166, p. 105521, 2022.

REDONDO-BLANCO, S.; FERNÁNDEZ, J.; LÓPEZ-IBÁÑEZ, S.; MIGUÉLEZ, E. M.; VILLAR, C. J.; LOMBÓ, F. Plant phytochemicals in food preservation: Antifungal bioactivity: A review. Journal of food protection, v. 83, n. 1, p. 163-171, 2020.

RÊGO, M.F.; FONTES, R.E.R; NASCIMENTO, W.S.; SILVA, H.M. Análise bibliográfica dos principais aspectos da criptococose. Brazilian Journal of Health Review, v. 2, n. 4, p. 3797-3807, 2019.

RICHARD, D.; TRIBOT, N.; BOYER, C.; TERVILLE, M.; BOYER, K.; JAVEGNY, S.; ROUX-CUVELIER, M.; PRUVOST, O.; MOREAU, A.; CHABIRAND, A.; VERNIÈRE, C. First report of copper-resistant *Xanthomonas citri* pv. *citri* pathotype a causing asiatic citrus canker in réunion, France. Plant Disease, v. 101, p. 503, 2017.

ROBINSON, G.M. & ROBINSON, R. Leuco-anthocyanins and Leucoanthocyanidins. Part I. The isolation of peltogynol and its molecular structure. Journal of the Chemical Society (Resumed), p. 744-752, 1935.

RODRIGUES, D.R.S; SANTIAGO, W.O; SANTOS, H.C; NASCIMENTO, C.C; JOÃO SOUZA, J.V.B; CORTEZ, A.C.A; BRUNO BEZERRA JENSEN, B.B; WYREPKOWSKI, C.D.C; FRANCO, A. M. R e LIMA, M.P. 2022. 5-Alkylresorcinols From *Roupala montana* Aubl. Wood Residues And Their Leishmanicidal And Antifungal Activities. Research Journal of Pharmaceutical, Biological and Chemical Sciences., v. 13, p. 145-150, 2022.

ROSE, J. P.; KLEIST, T. J.; LÖFSTRAND, S. D.; DREW, B. T.; SCHÖNENBERGER, J.; SYTSMA, K. J. Phylogeny, historical biogeography, and diversification of angiosperm order Ericales suggest ancient Neotropical and East

Asian connections. Molecular Phylogenetics and Evolution, v. 122, p. 59-79, 2018.

ROSSOW, J. A.; QUEIROZ-TELLES, F.; CACERES, D. H.; BEER, K. D.; JACKSON, B. R.; PEREIRA, J. G.; PEREIRA, S. A. A one health approach to combatting *Sporothrix brasiliensis*: narrative review of an emerging zoonotic fungal pathogen in South America. Journal of Fungi, v. 6, n. 4, p. 247-273, 2020.

RURALTEC TV. *Cancro cítrico – proteção com produto biológico*. RuraltecTV, 08 out. 2021. Disponível em: https://www.ruraltectv.com.br/cancro-citrico-protecao-produto-biologico/. Acesso em: 14 de dezembro de 2025.

SALAS, M. P.; CÉLIZ, G.; GERONAZZO, H.; DAZ, M.; RESNIK, S. L. Antifungal activity of natural and enzymatically-modified flavonoids isolated from citrus species. Food Chemistry, v. 124, n. 4, p. 1411-1415, 2011.

SALES-CAMPOS, C. & ANDRADE, M. C. N. Aproveitamento de resíduos madeireiros para o cultivo do cogumelo comestível *Lentinus strigosus* de ocorrência na Amazônia. Acta Amazonica, v. 41, p. 1-8, 2011.

SANCHOTENE, K. O.; BRANDOLT, T. M.; KLAFKE, G. B.; POESTER, V. R.; XAVIER, M. O. In vitro susceptibility of *Sporothrix brasiliensis*: comparison of yeast and mycelial phases. Medical Mycology, v. 55, n. 8, p. 869-876, 2017.

SANTANA, J. S.; SARTORELLI, P.; LAGO, J. H. G.; MATSUO, A. L. Isolamento e avaliação do potencial citotóxico de derivados fenólicos de *Schinus terebinthifolius* Raddi (Anacardiaceae). Química Nova, v. 35, p. 2245-2248, 2012.

SANTOS, A. N.; SANTOS, A.; BRITO, D. J.; LIMA, D. B. P.; SILVA, E. S.; SANTOS, J. R. R.; SILVA, R. A. Esporotricose em felino: Revisão. Pubvet, v. 16, p. 195-210, 2022.

SANTOS, F.A.; FROTA, J.T.; ARRUDA, B.R.; MELO, T.S.; SILVA, A.A.C.A.; BRITO, G.A.C.; CHAVES, M.H.; RAO, V.S. Antihyperglycemic and hypolipidemic effects of α-, β-amyrin, a triterpenoid mixture from *Protium heptaphyllum* in mice. Lipids in health and disease, v. 11, p. 1-8, 2012.

SANTOS, M. T.; NASCIMENTO, L. F. D. J.; BARBOSA, A. A. T.; MARTINS, M. P.; TUNON, G. I. L.; SANTOS, P. O. M.; DOLABELLA, S. S. *in press*. The rising incidence of feline and cat-transmitted sporotrichosis in Latin America. Zoonoses and Public Health, 2024. https://doi.org/10.1111/zph.13169

SARAF, I.; KUSHWAH, V.; WEBER, H.; MODHAVE, D.; YEOH, T.; PAUDEL, A. Quantitative chemical profiling of commercial glyceride excipients via ^{1}H NMR spectroscopy. AAPS PharmSciTech, v. 22, p. 1-9, 2021.

SARKER, S. D.; NAHAR, L.; KUMARASAMY, Y. Microtitre plate-based antibacterial assay incorporating resazurin as an indicator of cell growth, and its application in the in vitro antibacterial screening of phytochemicals. Methods, v. 42, n. 4, p. 321-324, 2007.

SARRIA-VILLA, R. A.; GALLO-CORREDOR, J. A.; PÁEZ, M. I. Isolation of catechin and gallic acid from Colombian bark of *Pinus patula*. Chemical Science Journal, v. 8, n. 4, p. 174, 2017.

SAXENA, G.; MCCUTCHEON, A. R.; FARMER, S.; TOWERS, G. H. N.; HANCOCK, R. E. W. Antimicrobial constituents of *Rhus glabra*. Journal of ethnopharmacology, v. 42, n. 2, p. 95-99, 1994.

SCHNEIDER, M.; DELTEDESCO, E.; GORFER, M.; BERGER, H.; BREINER, L.; PAUMANN, M.; SOJA, G.; MENTLER, A.; ZECHMEISTER-BOLTERNSTERN, S.; WENZEL, W. W.; ZEHETNER, F.; KEIBLINGER, K. M. Copper-based fungicide application shifts the soil bacterial community structure and the soil nitrogen cycle. Plant and Soil, v. 513, p. 1807–1825, 2025.

SILVA, D. B. D. S.; RODRIGUES, L. M. C.; ALMEIDA, A. A. D.; OLIVEIRA, K. M. P. D.; GRISOLIA, A. B. Novel point mutations in the ERG11 gene in clinical isolates of azole resistant *Candida* species. Memórias do Instituto Oswaldo Cruz, v. 111, n. 3, p. 192–199, 2016.

SILVA, H. C.; LEAL, A. L. A. B.; OLIVEIRA, M. M.; BARRETO, H. M.; COUTINHO, H. D. M.; SANTOS, H. S.; NOGUEIRA, C. E. S. Structural characterization, antibacterial activity and NorA efflux pump inhibition of flavonoid fisetinidol. South African Journal of Botany, v. 132, p. 140-145, 2020.

SILVA, L. F. F.; CASTRO, A. R. S.; OLIVEIRA, R. S.; SILVA, S. S.; PAMPLONA, V. M. S.; DE SOUZA BARROS, D.; NUMAZAWA, S. Seleção de espécie, temperatura e tempo de carbonização na produção de carvão vegetal com resíduos madeireiros da Amazônia. Pesquisa Florestal Brasileira, v. 40, e 201801737, p. 1-11, 2020.

SILVA, M. F. Revisão taxonômica do gênero *Peltogyne* Vog. (Leguminosae-Caesalpinioideae). Acta amazonica, v. 6, n. 1, p. 5-61, 1976.

SILVERSTEIN, R. M.; WEBSTER, F. X.; KIEMLE, D. J. Spectrometric Identification of Organic Compounds. 7. ed. Hoboken: John Wiley & Sons, 2005.

SIMÕES, C. M. O.; SCHENKEL, E. P.; GOSMAN, G.; MELLO, J. C. P.; MENTZ, L. A.; PETROVICK, P. R. Farmacognosia: da planta ao medicamento. Florianópolis, Editora da UFSC, 2007, 1102p.

SOUZA, F. I. B.; RODRIGUES, S.; GOMES, J.; XAVIER JUNIOR, S. R.; CONCEICAO, M.; SOUZA, H. J. R. Identificação anatômica de madeiras na xiloteca da Embrapa Amazônia Oriental, Belém, Pará, Brasil. Belém: Embrapa Amazônia Oriental, 2020. (Documentos, n. 473).

STRAGLIOTTO, M. C.; PEREIRA, B. L. C.; OLIVEIRA, A. C. Indústrias madeireiras e rendimento em madeira serrada na Amazônia Brasileira. Engenharia florestal: desafios, limites e potencialidade, p. 499-518, 2020.

TAGA, YUSUKE; YAMAUCHI, KOSEI. Anthocyanidins produced by light and oxygen in heartwood of *Peltogyne mexicana*. Wood Science and Technology, v. 59, n. 5, p. 1-12, 2025.

TAGA, YUSUKE; YAMAUCHI, KOSEI; MITSUNAGA, TOHRU. Peltogynoids contributing to discoloration in *Peltogyne mexicana* heartwood. Wood Science and Technology, v. 59, n. 1, p. 11-33, 2025.

TAO, W.; ZHOU, Z.; ZHAO, B.; WEI, T. Simultaneous determination of eight catechins and four theaflavins in green, black and oolong tea using new HPLC–MS–MS method. Journal of Pharmaceutical and Biomedical Analysis, v. 131, p. 140-145, 2016.

TEIXEIRA, R. R. C.; JÚNIOR, S. R. X.; MACEDO, E. G.; SOUZA, H. J. R. A tribo Amherstieae (Leguminosae–Detarioideae) no Herbário IAN da Embrapa Amazônia Oriental Belém Brasi. Heringeriana, v. 16, n. 1, p. 1-14, 2022.

TENG, C.M.; LI, H.L.; WU, T.S.; HUNG, S.C.; HUNG, T.F. Antiplatelet actions of some coumarin compounds isolated from plant sources. Thrombosis Research, v. 66, n. 5, p. 549-557, 1992.

Tropics[a] (2024). Mapa de distribuição da Família Lecythidaceae. Tropicos.org. Missouri Botanical Garden. https://tropicos.org/name/42000105. Acesso em: 23 ago. 2024.

Tropics[b] (2024). Mapa de distribuição da Família Fabaceae. Tropicos.org. Missouri Botanical Garden. Disponível em: https://tropicos.org/name/42000184. Acesso em: 23 ago. 2024.

TUNGALAG, T.; PARK, K. W.; YANG, D. K. Butein Ameliorates Oxidative Stress in H9c2 Cardiomyoblasts through Activation of the NRF2 Signaling Pathway. Antioxidants, v. 11, n. 8, p. 1430-1443, 2022.

UNITED STATES DEPARTMENT OF AGRICULTURE - USDA. Foreign Agricultural Service. Citrus Annual. Brasília: USDA/FAS, 2024. Report BR2024-0043. Disponível em: https://apps.fas.usda.gov/newgainapi/api/Report/DownloadReportByFileName?fileName=Citrus+Annual_Brasilia_Brazil_BR2024-0043. Acesso em: 12 dez. 2025.

VARGAS, OSCAR M. & DICK, CHRISTOPHER W. Diversification history of Neotropical Lecythidaceae, an ecologically dominant tree family of Amazon rain forest. Neotropical diversification: patterns and processes, p. 791-809, 2020.

VARGAS-ARANA, G.; RENGIFO-SALGADO, E.; SIMIRGIOTIS, M. J. Antidiabetic potential of medicinal plants from the Peruvian Amazon: A review. Boletín Latinoamericano y del Caribe de Plantas Medicinales y Aromáticas, v. 3, n. 02, p. 277-300, 2023.

VASCONCELOS, M. W.; GRUSAK, M. A.; PINTO, E.; GOMES, A.; FERREIRA, H.; BALÁZS, B.; CENTOFANTI, T.; NTATSI, G.; SAVVAS, D.; KARKANIS, A.; WILLIAMS, M.; VANDENBERG, A.; TOMA, L.; SHRESTHA, S.; AKAICHI, F.;

BARRIOS, C. O.; GRUBER, S.; JAMES, E. K.; MALUK, M.; KARLEY, A.; IANNETTA, P. The Biology of Legumes and Their Agronomic, Economic, and Social Impact. In: HASANUZZAMAN, M.; ARAÚJO, S.; GILL, S. S. The plant family fabaceae. Springer Singapore, p. 3-25, 2020.

VASQUEZ, W. V.; HERNÁNDEZ, D. M.; HIERRO, J. N.; MARTIN, D.; CANO, M. P.; FORNARI, T. Supercritical carbon dioxide extraction of oil and minor lipid compounds of cake byproduct from Brazil nut (*Bertholletia excelsa*) beverage production. The Journal of Supercritical Fluids, v. 171, p. 1-9, 2021.

VEIKO, A. G.; SEKOWSKI, S.; LAPSHINA, E. A.; WILCZEWSKA, A. Z.; MARKIEWICZ, K. H.; ZAMARAEVA, M.; ZHAO, H.; ZAVODNIK, I. B. Flavonoids modulate liposomal membrane structure, regulate mitochondrial membrane permeability and prevent erythrocyte oxidative damage. Biochimica et Biophysica Acta (BBA)-Biomembranes, v. 1862, n. 11, p. 183442, 2020.

VERONESI, R. & FOCACCIA, R. Tratado de Infectologia. 5. ed. São Paulo, Editora Atheneu, 2015.

VITOR, C. E.; FIGUEIREDO, C. P.; HARA, D. B.; BENTO, A. F.; MAZZUCO, T. L.; CALIXTO, J. B. Therapeutic action and underlying mechanisms of a combination of two pentacyclic triterpenes, α-and β-amyrin, in a mouse model of colitis. British Journal of Pharmacology, v. 157, n. 6, p. 1034-1044, 2009.

WALLER, S. B.; DALLA LANA, D. F.; QUATRIN, P. M.; FERREIRA, M. R. A.; FUENTEFRIA, A. M.; MEZZARI, A. Antifungal resistance on *Sporothrix* species: an overview. Brazilian Journal of Microbiology, v. 52, n. 1, p. 73-80, 2021.

WALLER, S. B.; DALLA LANA, D. F.; QUATRIN, P. M.; FERREIRA, M. R. A.; FUENTEFRIA, A. M.; MEZZARI, A. Antifungal resistance on *Sporothrix* species: an overview. Brazilian Journal of Microbiology, v. 52, p. 73-80, 2021.

WALLER, S. B.; MADRID, I. M.; FERRAZ, V.; PICOLI, T.; CLEFF, M. B.; FARIA, R. O.; MEIRELES, M. C. A.; MELLO, J. R. B. Cytotoxicity and anti-*Sporothrix brasiliensis* activity of the *Origanum majorana* Linn. oil. Brazilian Journal of Microbiology, v. 47, n. 4, p. 896-901, 2016.

WANG, J. F.; HUANG, R.; SONG, Z. Q.; YANG, Q. R.; LI, X. P.; LIU, S. S.; WU, S. H. Polyhydroxylated sesquiterpenes and ergostane glycosides produced by

the endophytic fungus *Xylaria* sp. from *Azadirachta indica*. Phytochemistry, v. 199, p. 113188, 2022.

WENG, J. K.; PHILIPPE, R. N.; NOEL, J. P. The rise of chemodiversity in plants. Science, v. 336, n. 6089, p. 1667-1670, 2012.

WFO[a] (2024). *Allantoma* Miers. Publicado em: http://www.worldfloraonline.org/taxon/wfo-4000001234. Acesso em: 23 ago. 2024.

WFO[b] (2024): *Allantoma decandra*. Publicado em: http://www.worldfloraonline.org/taxon/wfo-0000835006. Acesso em: 14 ago. 2024.

WFO[c] (2024). *Peltogyne* Vogel. Publicado em: http://www.worldfloraonline.org/taxon/wfo-4000028510. Acesso em: 23 ago. 2024.

WFO[d] (2024). *Peltogyne catingae* Ducke. Disponível em: http://www.worldfloraonline.org/taxon/wfo-0000168357. Acesso em: 23 ago. 2024.

WILLEMS, H. M. E.; AHMED, S. S.; LIU, J.; XU, Z.; PETERS, B. M. Vulvovaginal Candidiasis: A Current Understanding and Burning Questions. Journal of Fungi, v. 6, n. 1, p. 27-47, 2020.

WU, Y.; LV, W.; CHEN, H.; GE, Y.; LIU, C.; DING, X.; ZOU, X.; HU, J.; LI, J.; WANG, J.; ZHANG, Y.; ZHOU, X. Complete genome sequence of *Xanthomonas citri* subsp. *citri* CQ13, an alternative model strain to study citrus bacterial canker in China. PhytoFrontiers™, v. 3, n. 2, p. 484-486, 2023.

ZAMUNÉR, C. F. C.; CARHUARICRA-HUAMAN, D.; RAGUPATHY, R.; REDFERN, J.; RODRIGUEZ-CUEVA, C. L.; BEHLAU, F.; ENRIGHT, M. C.; FERREIRA, H.; SETUBAL, J. C. Evolution and spread of *Xanthomonas citri* subsp. *citri* in the São Paulo, Brazil, citrus belt inferred from 758 novel genomes. Microbial Genomics, v. 11, n. 1, p. 1-14, 2025.

ZHANG, J.; BRODBELT, J. S. Structural characterization and isomer differentiation of chalcones by electrospray ionization tandem mass spectrometry. Journal of Mass Spectrometry, v. 38, n. 5, p. 555-572, 2003.

ZHANG, LIRUI; CHEN, WEI; LI, XU. A novel anticancer effect of butein: inhibition of invasion through the ERK1/2 and NF-κB signaling pathways in bladder cancer cells. FEBS letters, v. 582, n. 13, p. 1821-1828, 2008.

10. ANEXOS

Espectros de CG-EM (EI, 70 eV) dos demais ésteres metílicos (EM) de ácidos graxos presentes dos extratos apolares de *A. decandra* (ADH) e *P. catingae* (PCH).

TR: 7,74 min. Éster metílico de ác. dodecanóico (Ác. láurico), FM: $C_{13}H_{26}O_2$, MM: 214 u, IR(Exp.): 1517, IR (KI): 1524, IS: 96%.

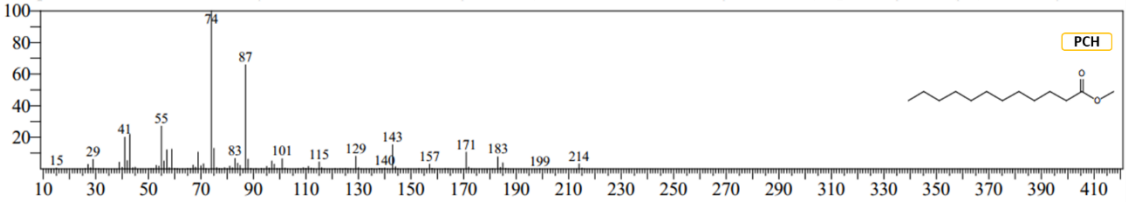


Figura A1. Espectro de massas de EM de ácido dodecanóico (TR= 7,74 min), identificado no extrato apolar de PCH.

TR: 9,08 min. Éster metílico de ác. tetradecanóico (Ác. mirístico), FM: $C_{15}H_{30}O_2$, MM: 242 u, IR(Exp.): 1716, IR (KI): 1723, IS: 96%.

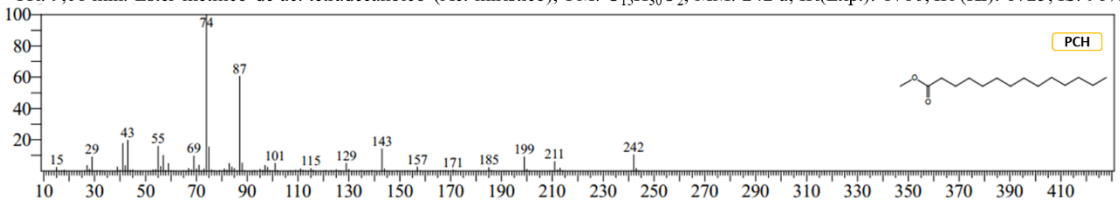


Figura A2. Espectro de massas de EM de ácido tetradecanóico (TR= 9,08 min), identificado no extrato apolar de PCH.

TR: 9,80 min. Éster metílico de ác. 5-octadecenóico, FM: $C_{19}H_{36}O_2$, MM: 296 u, IR(Exp.): 2116, IR (KI): 2125, IS: 90%.

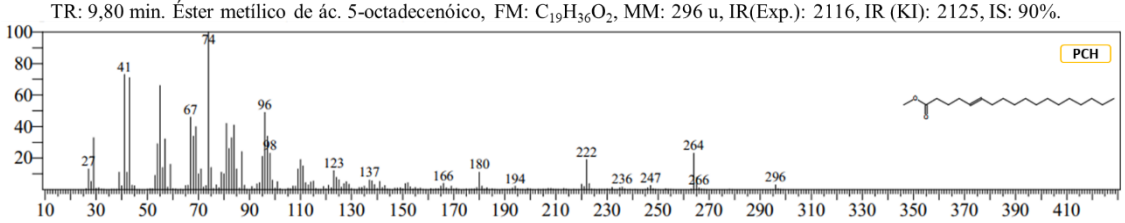


Figura A3. Espectro de massas de EM de ácido 5-octadecenóico (TR= 9,80 min), identificado no extrato apolar de PCH.

TR: 11,04 min. Éster metílico de ác. hexadecanóico (Ác. palmítico), FM: $C_{17}H_{34}O_2$, MM: 270 u. IR(Exp.): 1917, IR (KI): 1921, IS: 95%.

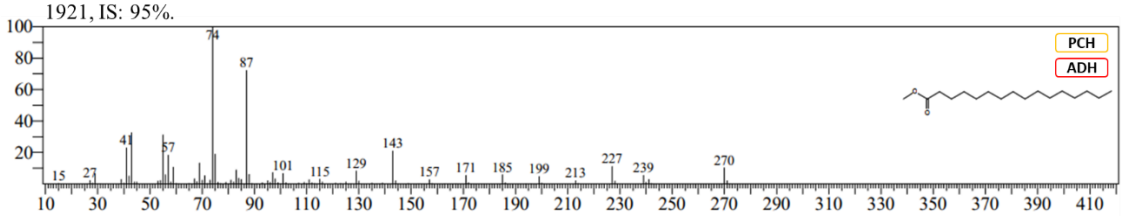


Figura A4. Espectro de massas de EM de ácido hexadecanóico (TR= 11,04 min), identificado no extrato apolar de ADH e PCH.

TR:13,82 min. Éster metílico de ác. 9,12-octadecenóico (Ác. linoleico), FM: $C_{19}H_{34}O_2$, MM: 294 u. IR(Exp.):2098, IR (KI): 2101, IS: 95%.

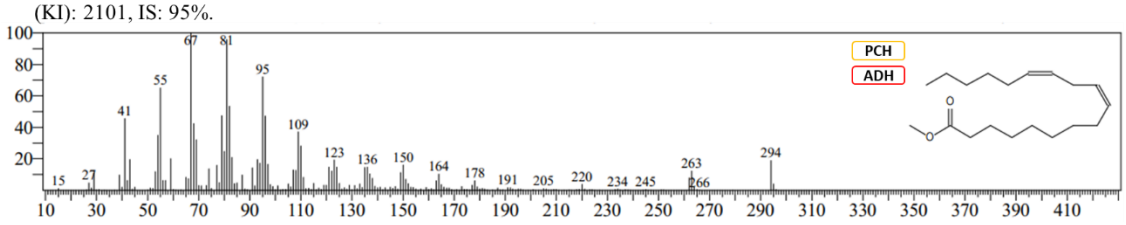


Figura A5. Espectro de massas de EM de ácido 9,12-octadecenóico (TR= 13,82 min), identificado no extrato apolar de ADH e PCH.

TR: 13,96 min. Éster metílico de ác. 6-octadecenóico, FM: $C_{19}H_{36}O_2$, MM: 296 u. IR(Exp.):2085, IR(KI): 2081, IS: 89 %.

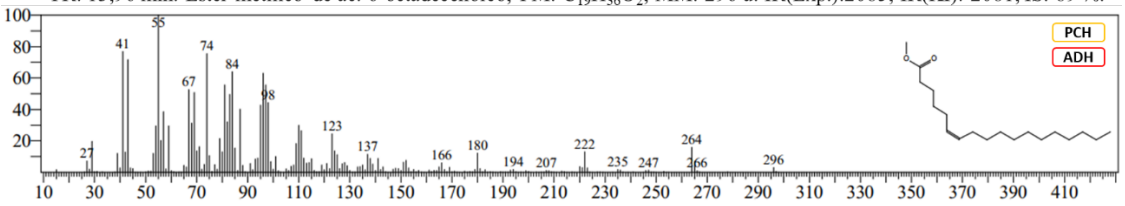


Figura A6. Espectro de massas de EM de ácido 6-octadecenóico (TR= 13,96 min), identificado no extrato apolar de ADH e PCH.

TR: 14,53 min. Éster metílico de ác. octadecanóico (Ác. esteárico), FM: $C_{19}H_{38}O_2$, MM: 298 u. IR(Exp.):2121, IR(KI): 2125, IS: 95 %.

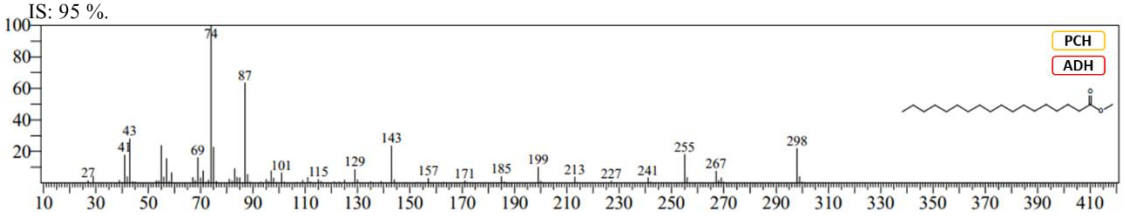


Figura A7. Espectro de massas de EM de ácido octadecanóico (TR= 14,53 min), identificado no extrato apolar de ADH e PCH.

TR: 30,25 min. Éster metílico de ác. docosanóico (Ác. behênico), FM: $C_{23}H_{46}O_2$, MM: 354 u. IR(Exp.):2487, IR(KI): 2491, IS: 92 %.

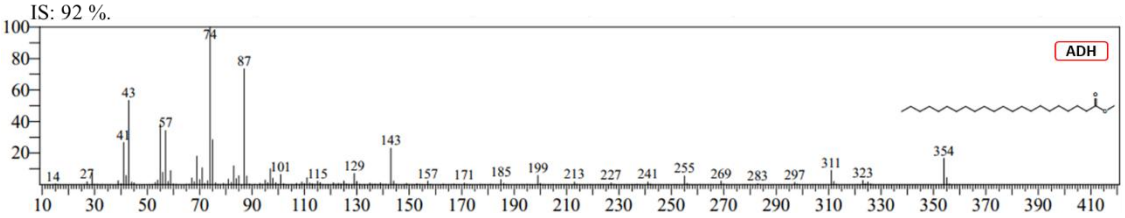


Figura A8. Espectro de massas de EM de ácido docosanóico (TR= 30,25 min), identificado no extrato apolar de ADH.

TR: 39,11 min. Éster metílico de ác. 15-tetracosenóico, FM: $C_{25}H_{48}O_2$, MM: 380 u. IR(Exp.):2698, IR(KI): 2709, IS: 91%.

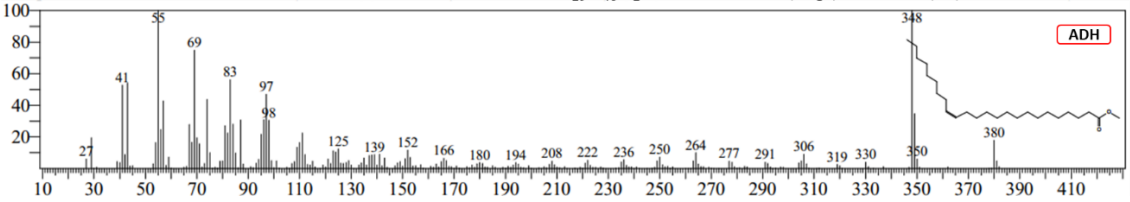


Figura A9. Espectro de massas de EM de ácido 15-tetracosenóico (TR= 39,11 min), identificado no extrato apolar de ADH.

Espectros MS^2 de CLAE-EMAR (ESI, modo negativo) dos íons moleculares presentes nas fases particionadas em DCM e AcOEt dos extratos polares de *A. decandra* (ADM) e *P. catingae* (PCM).

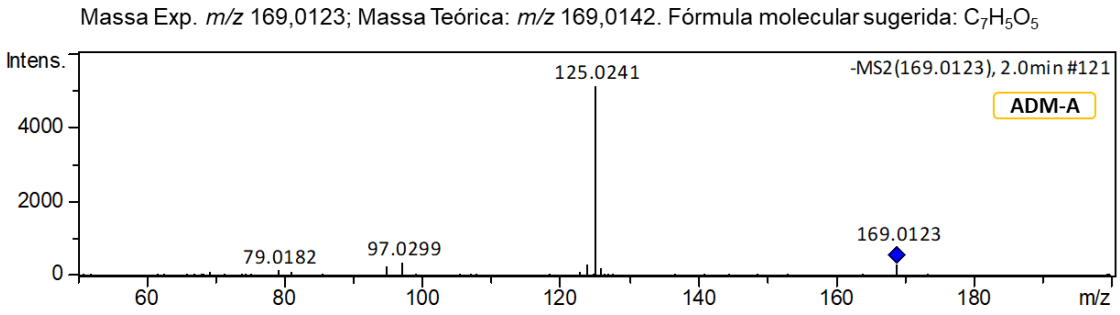


Figura A10. Espectro MS^2 do íon molecular *m/z* 169,0123 (TR= 2,0 min), identificado na fase AcOEt do extrato ADM.

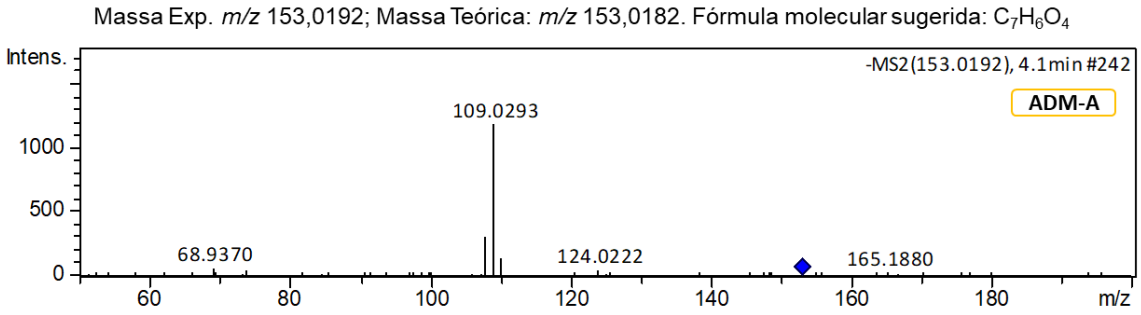


Figura A11. Espectro MS^2 do íon molecular *m/z* 153,0192 (TR= 4,1 min), identificado na fase AcOEt do extrato ADM.

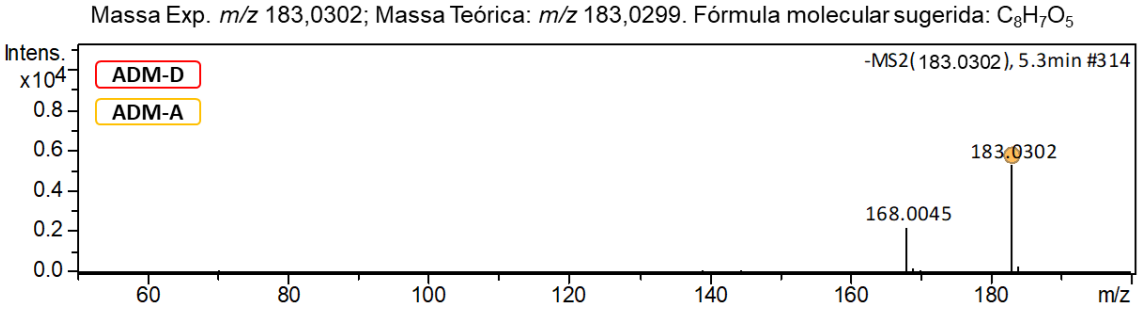


Figura A12. Espectro MS^2 do íon molecular *m/z* 183,0302 (TR= 5,3 min), identificado nas fases DCM e AcOEt do extrato ADM.

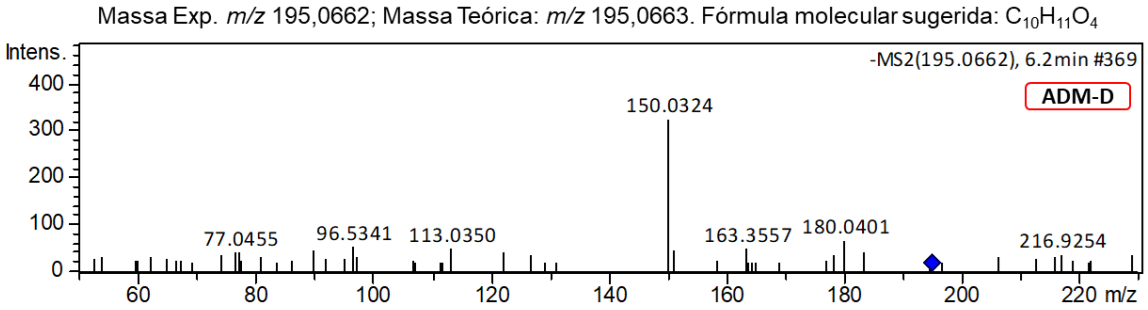


Figura A13. Espectro MS^2 do íon molecular *m/z* 195,0662 (TR= 6,2 min), identificado na fase DCM do extrato ADM.

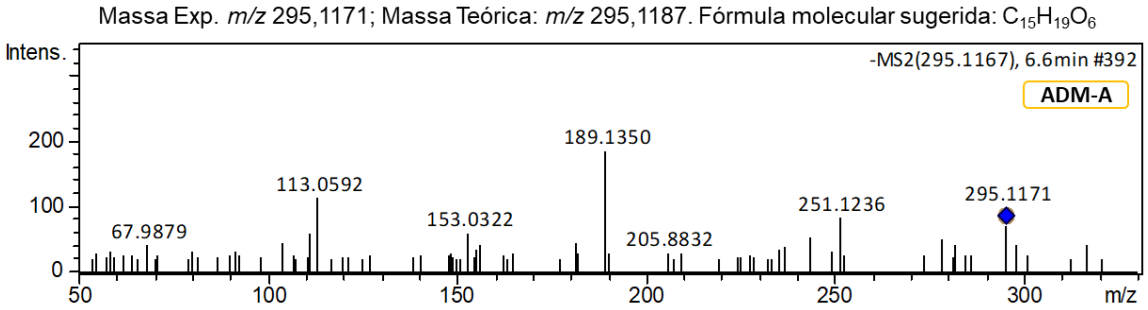


Figura A14. Espectro MS^2 do íon molecular *m/z* 295,1167 (TR= 6,6 min), identificado na fase AcOEt do extrato ADM.

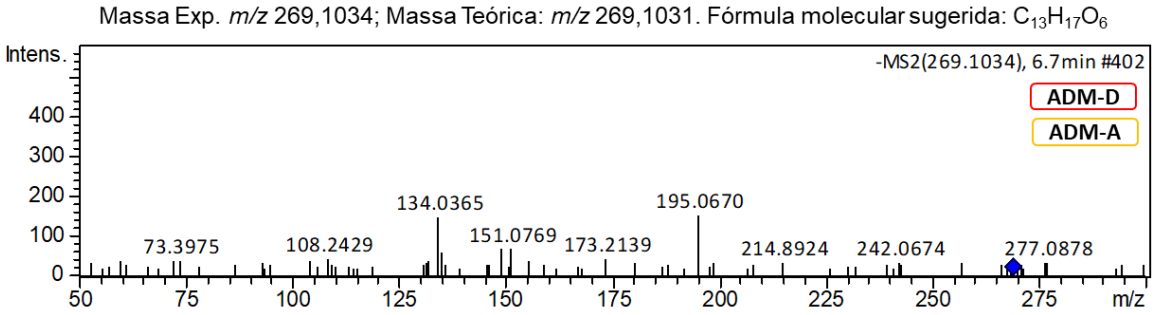


Figura A15. Espectro MS^2 do íon molecular *m/z* 269,1034 (TR= 6,7 min), identificado nas fases DCM e AcOEt do extrato ADM.

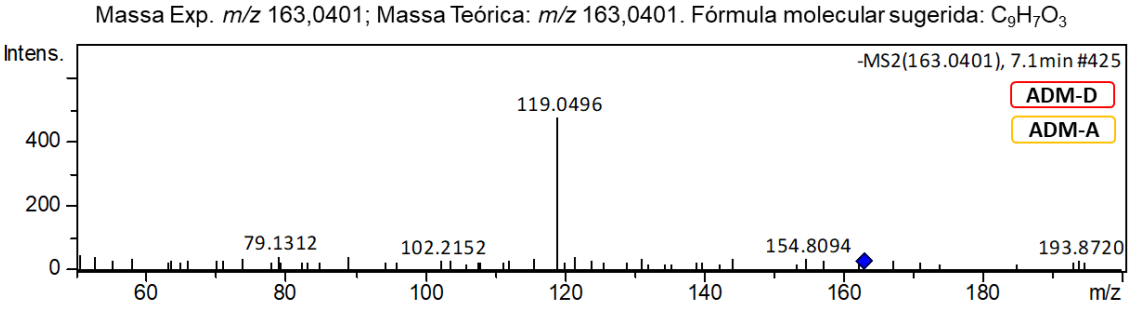


Figura A16. Espectro MS^2 do íon molecular *m/z* 163,0104 (TR= 7,1 min), identificado nas fases DCM e AcOEt do extrato ADM.

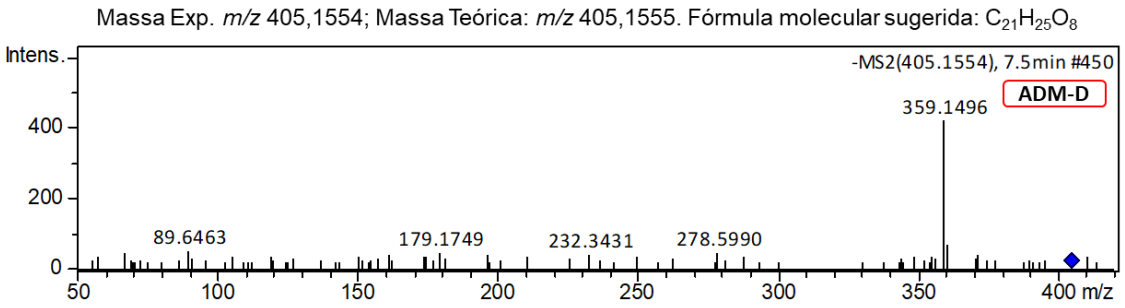


Figura A17. Espectro MS^2 do íon molecular *m/z* 405,1554 (TR= 7,5 min), identificado na fase DCM do extrato ADM.

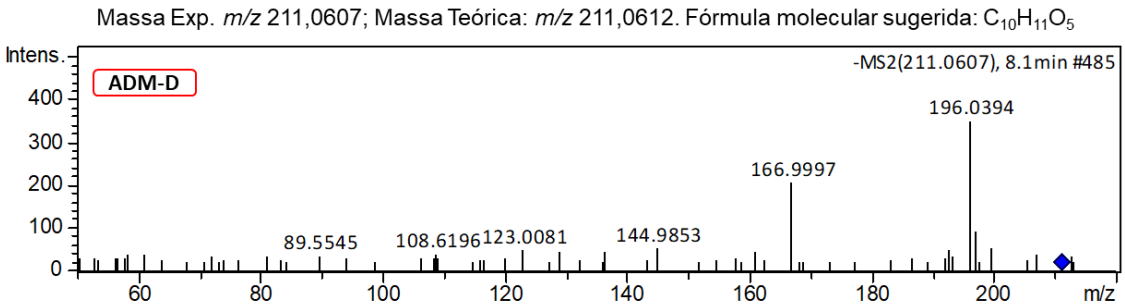


Figura A18. Espectro MS^2 do íon molecular *m/z* 211,0607 (TR= 8,1 min), identificado na fase DCM do extrato ADM.

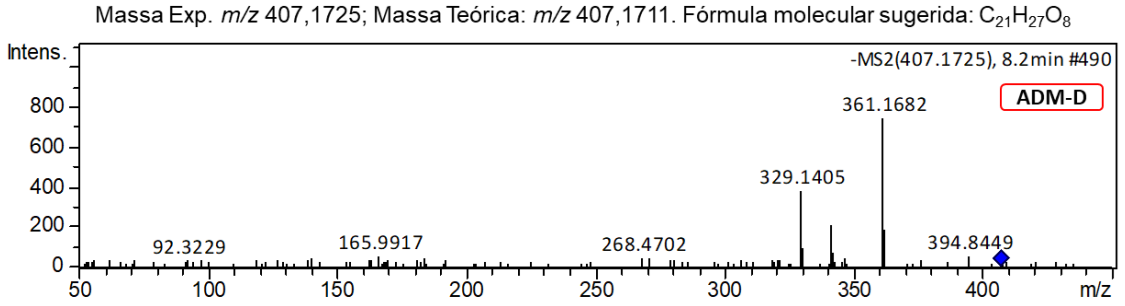


Figura A19. Espectro MS^2 do íon molecular *m/z* 407,1725 (TR= 8,2 min), identificado na fase DCM do extrato ADM.

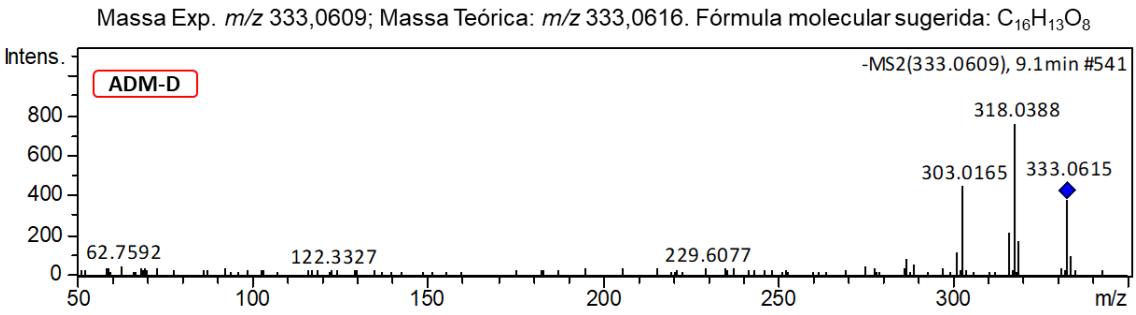


Figura A20. Espectro MS^2 do íon molecular *m/z* 333,0609 (TR= 9,1 min), identificado na fase DCM do extrato ADM.

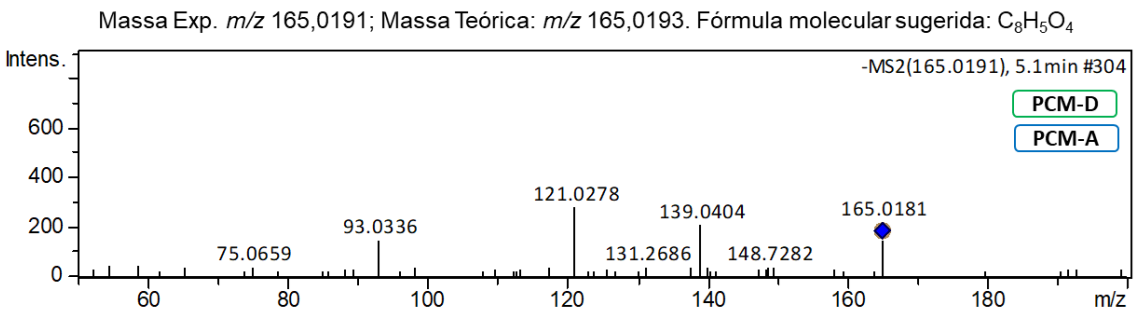


Figura A21. Espectro MS^2 do íon molecular *m/z* 165,0193 (TR= 5,1 min), identificado nas fases DCM e AcOEt do extrato PCM.

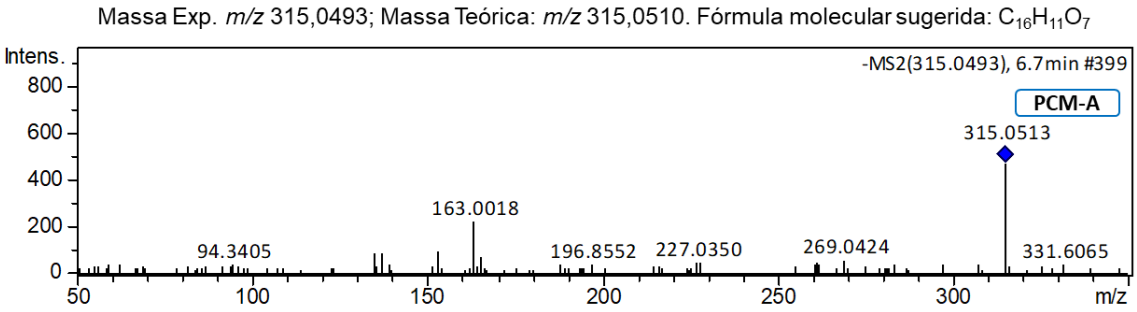


Figura A22. Espectro MS^2 do íon molecular *m/z* 315,0493 (TR= 6,7 min), identificado na fase AcOEt do extrato PCM.

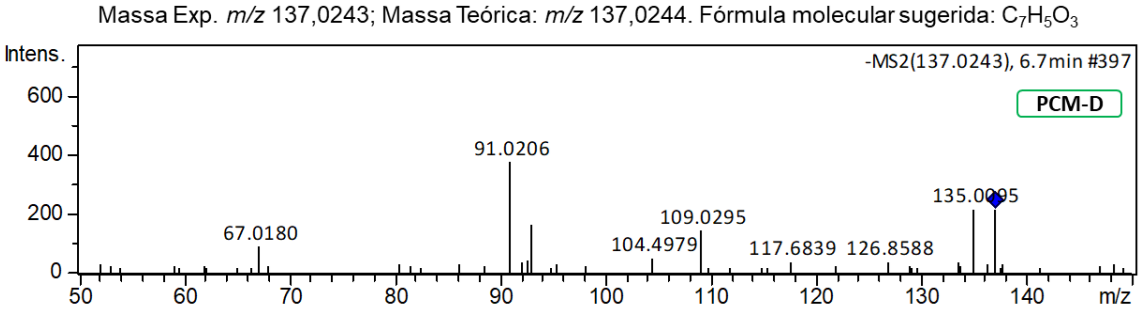


Figura A23. Espectro MS^2 do íon molecular *m/z* 137,0243 (TR= 6,7 min), identificado na fase DCM do extrato PCM.

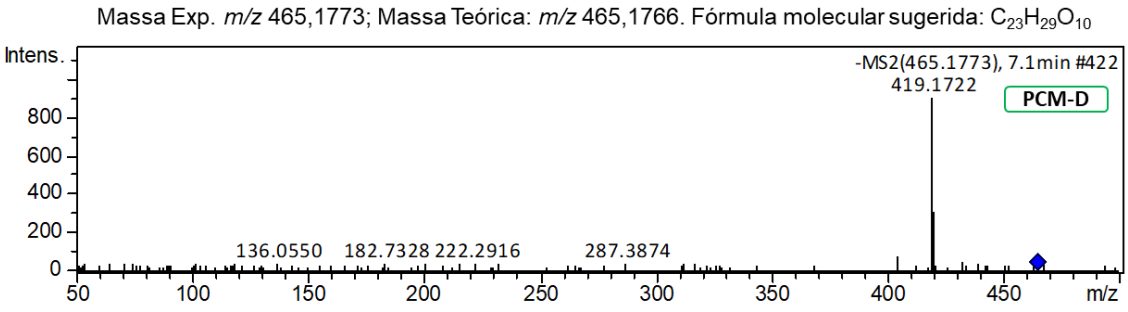


Figura A24. Espectro MS^2 do íon molecular *m/z* 465,1773 (TR= 7,1 min), identificado na fase DCM do extrato PCM.

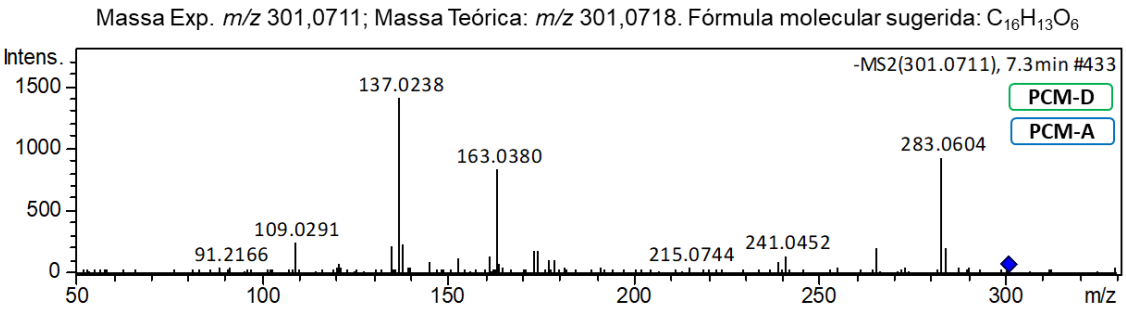


Figura A25. Espectro MS^2 do íon molecular *m/z* 301,0711 (TR= 7,3 min), identificado nas fases DCM e AcOEt do extrato PCM.

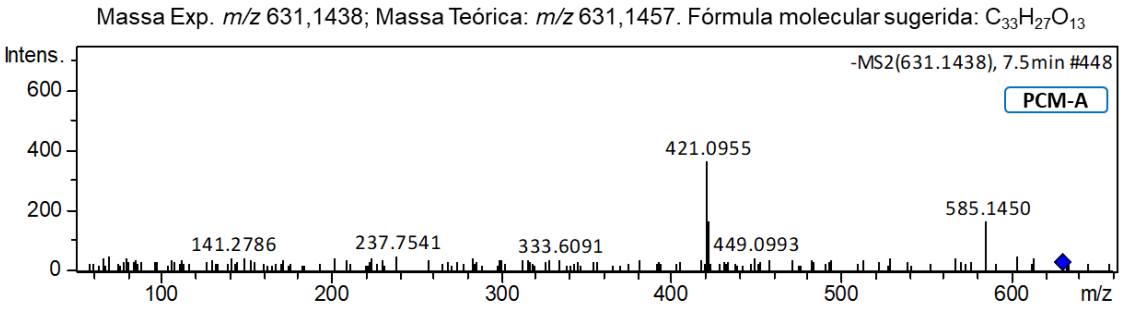


Figura A26. Espectro MS^2 do íon molecular *m/z* 631,1438 (TR= 7,5 min), identificado na fase AcOEt do extrato PCM.

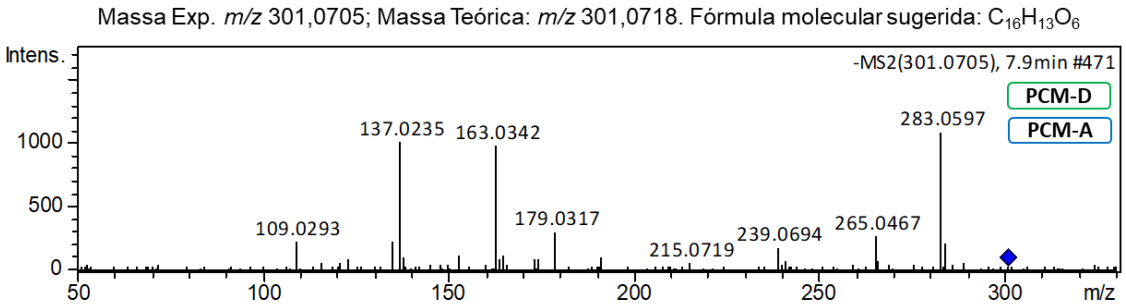


Figura A27. Espectro MS^2 do íon molecular *m/z* 301,0705 (TR= 7,9 min), identificado nas fases DCM e AcOEt do extrato PCM.

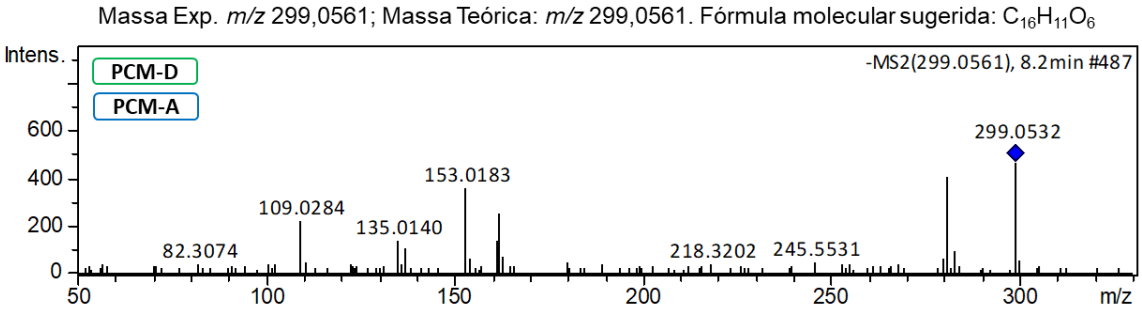


Figura A28. Espectro MS^2 do íon molecular *m/z* 299,0561 (TR= 8,2 min), identificado nas fases DCM e AcOEt do extrato PCM.

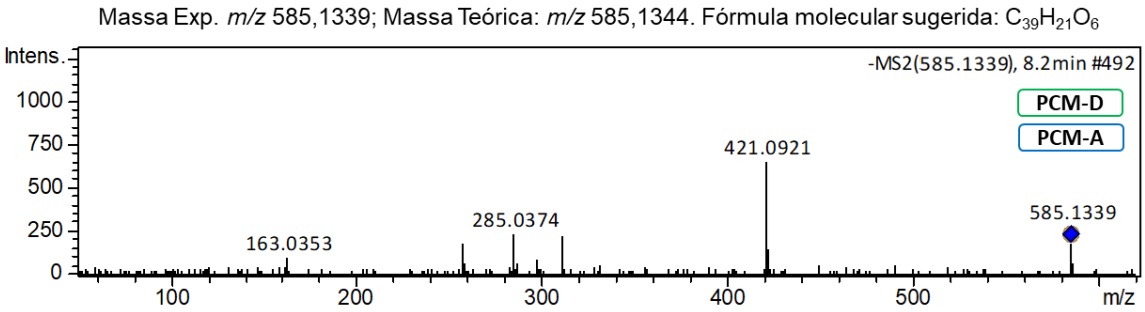


Figura A29. Espectro MS^2 do íon molecular *m/z* 585,1339 (TR= 8,2 min), identificado nas fases DCM e AcOEt do extrato PCM.

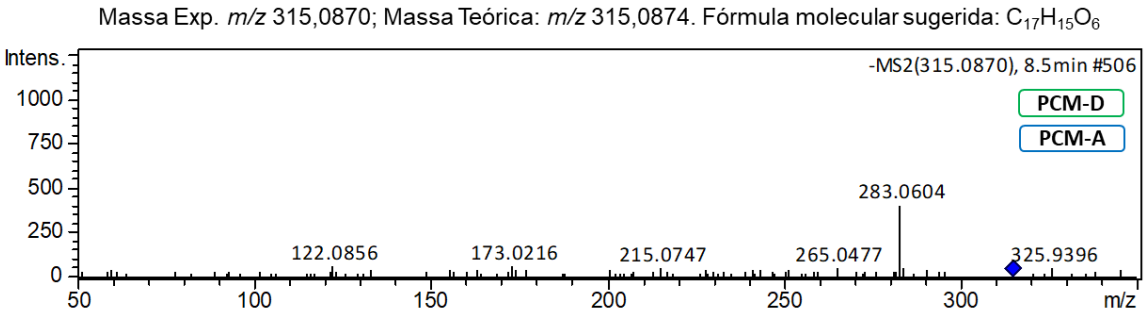


Figura A30. Espectro MS^2 do íon molecular *m/z* 315,0870 (TR= 8,5 min), identificado nas fases DCM e AcOEt do extrato PCM.

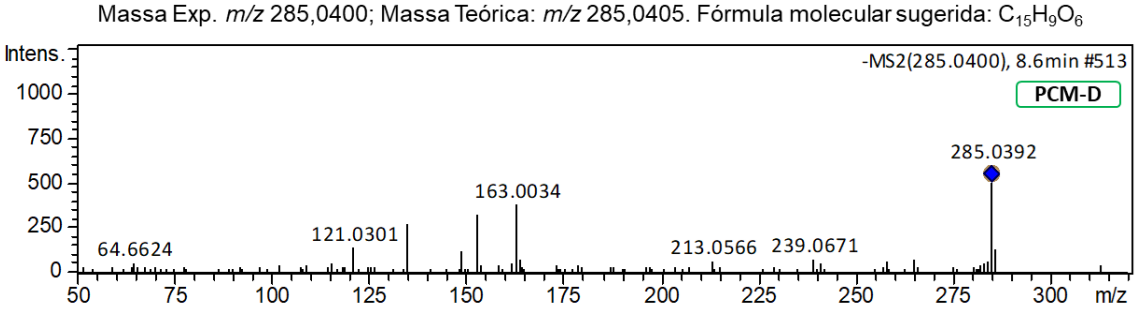


Figura A31. Espectro MS^2 do íon molecular *m/z* 285,0400 (TR= 8,6 min), identificado na fase DCM do extrato PCM.

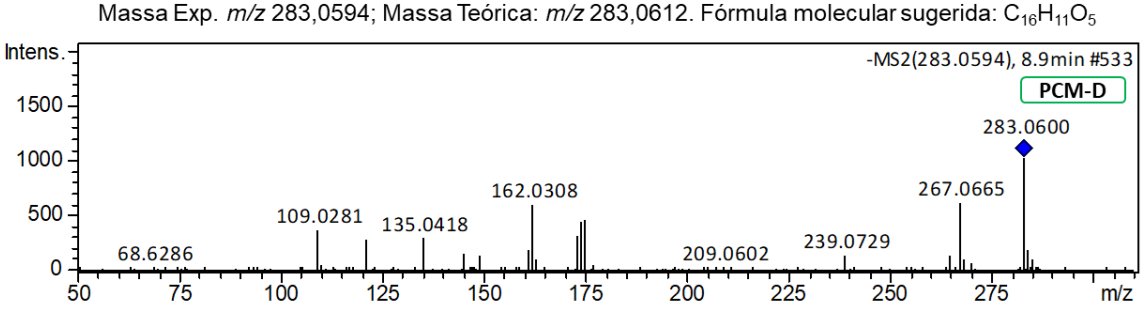


Figura A32. Espectro MS^2 do íon molecular *m/z* 283,0594 (TR= 8,9 min), identificado na fase DCM do extrato PCM.

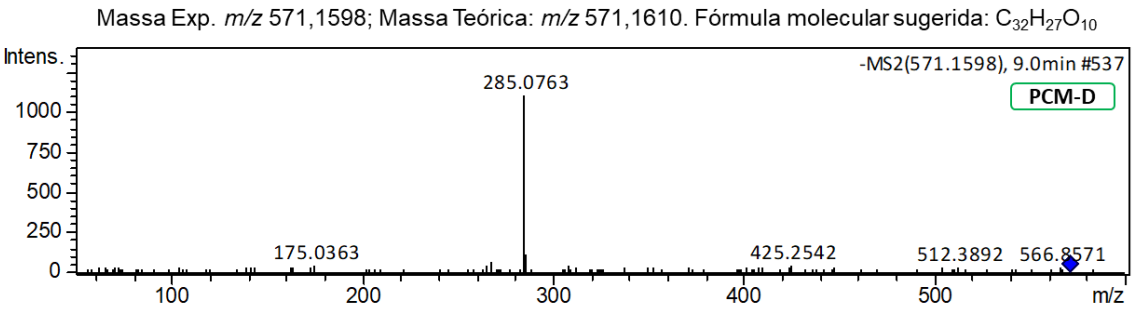


Figura A33. Espectro MS^2 do íon molecular *m/z* 571,1598 (TR= 9,0 min), identificado na fase DCM do extrato PCM.

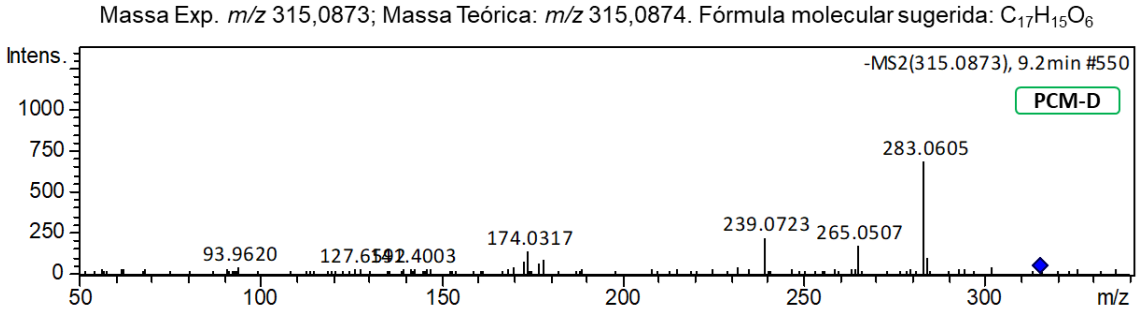


Figura A34. Espectro MS^2 do íon molecular *m/z* 315,0873 (TR= 9,2 min), identificado na fase DCM do extrato PCM.

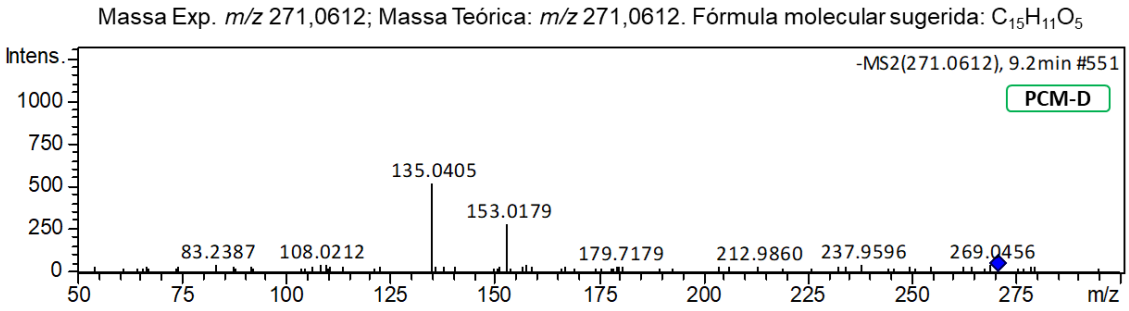


Figura A35. Espectro MS^2 do íon molecular *m/z* 271,0612 (TR= 9,2 min), identificado na fase DCM do extrato PCM.

Espectros de RMN 1D e 2D das substâncias identificadas nos extratos polares *A. decandra* (**1**-**9**) e *P. catingae* (**10**-**15**).

- Substâncias **1** e **2**

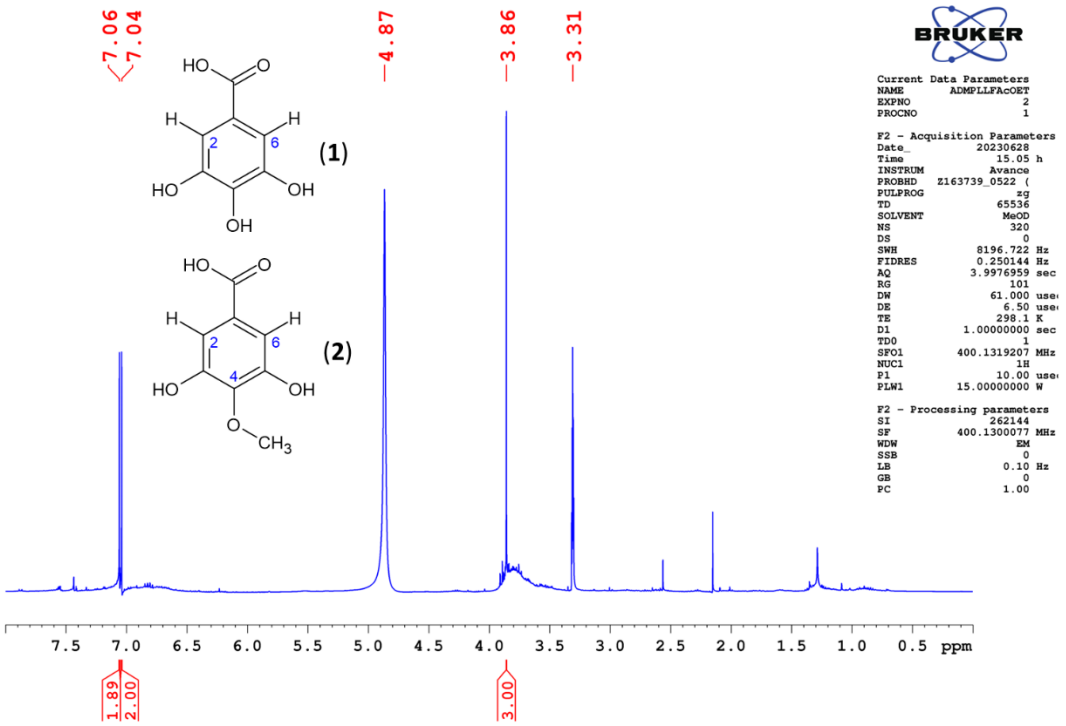


Figura A36. Espectro de RMN ^{1}H (400 MHz, CD_3OD) da substância **1** e **2**.

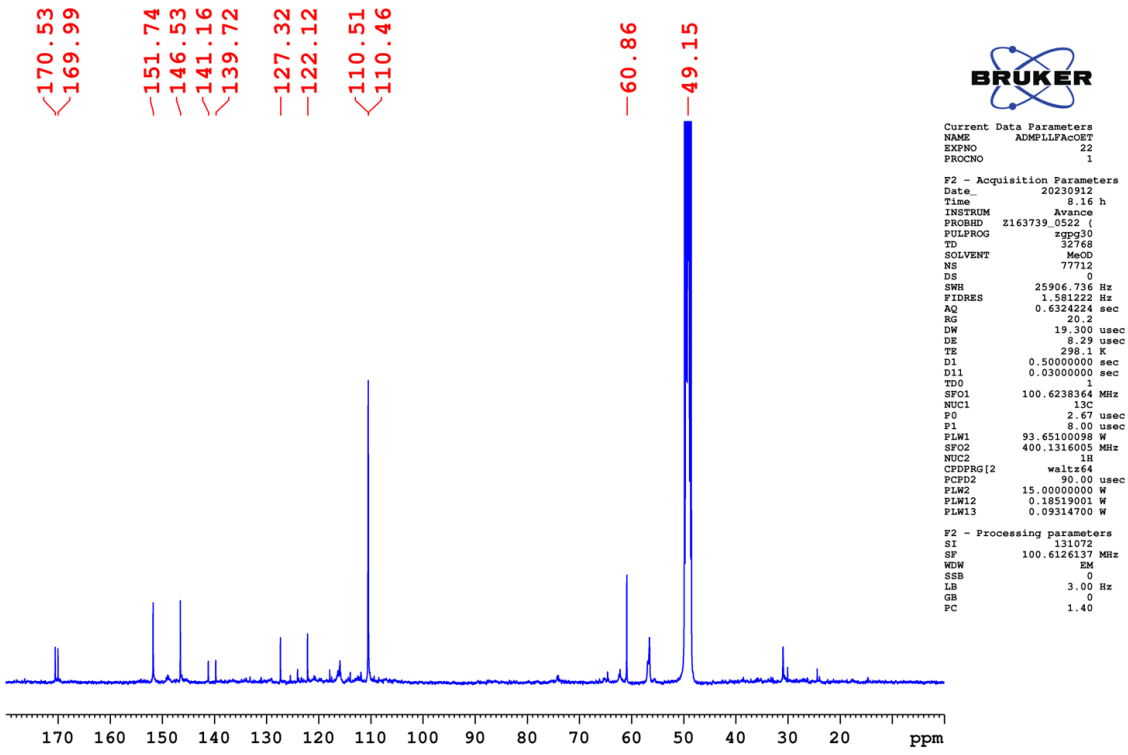


Figura A37. Espectro de RMN de ^{13}C (100 MHz; CD_3OD) da substância **1** e **2**.

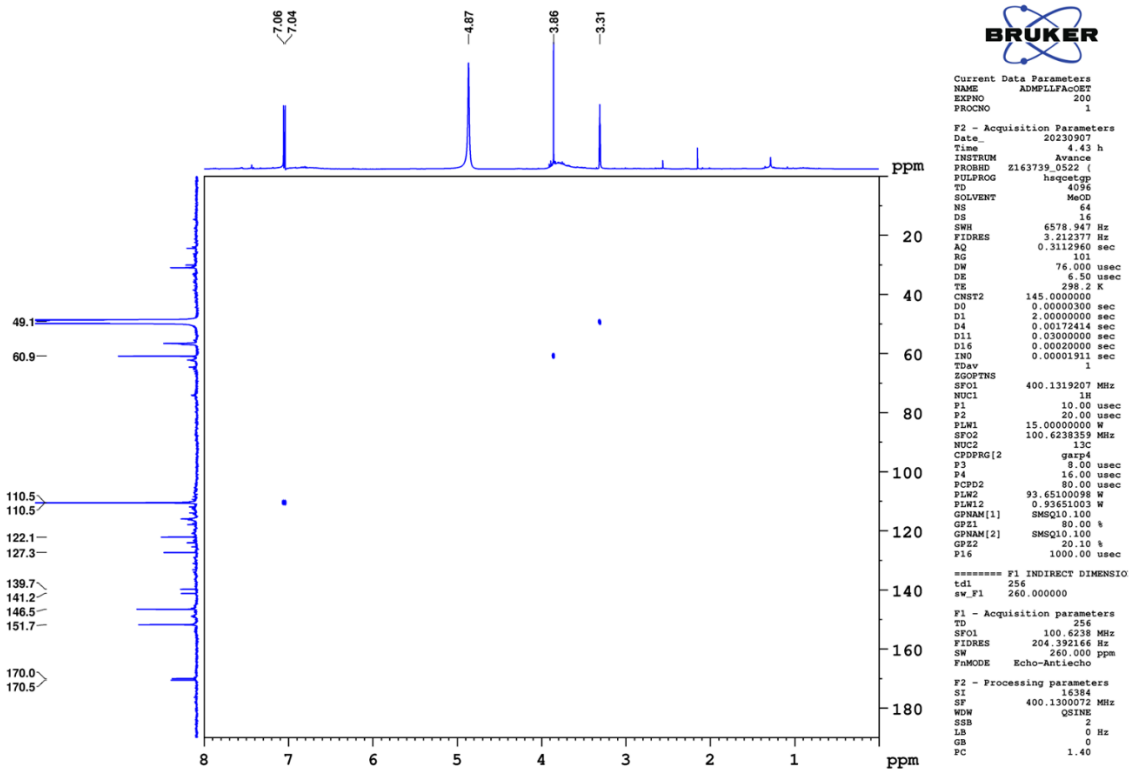


Figura A38. Mapa de contorno HSQC (400/100 MHz; CD_3OD) das substâncias **1** e **2**.

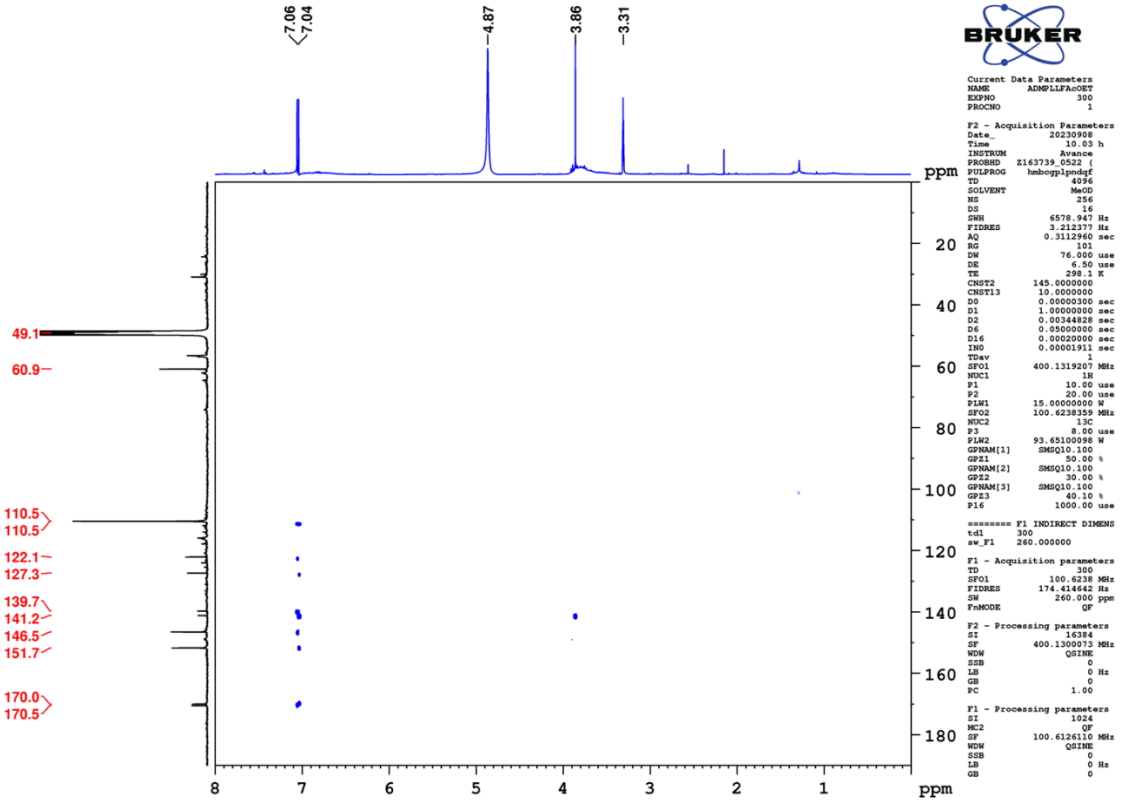


Figura A39. Mapa de contorno HMBC (400/100 MHz; CD_3OD) das substâncias **1** e **2**.

- Substâncias **3, 4** e **5**

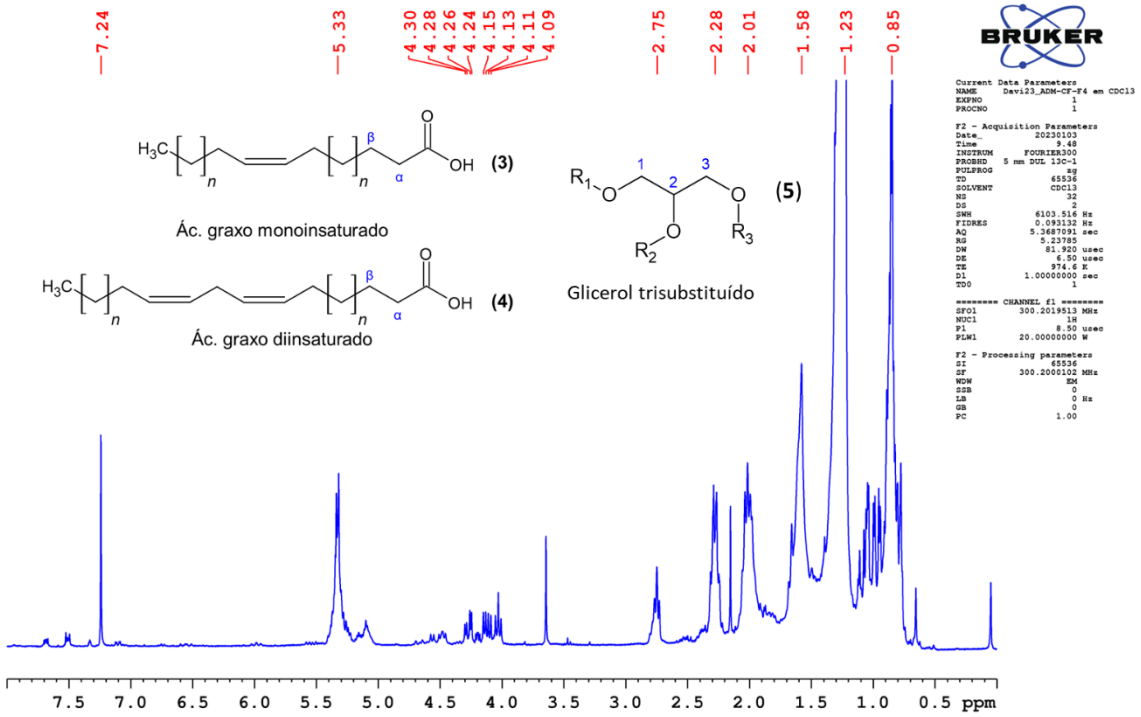


Figura A40. Espectro de RMN ^{1}H (300 MHz, $CDCl_3$) da substância **3**, **4** e **5**.

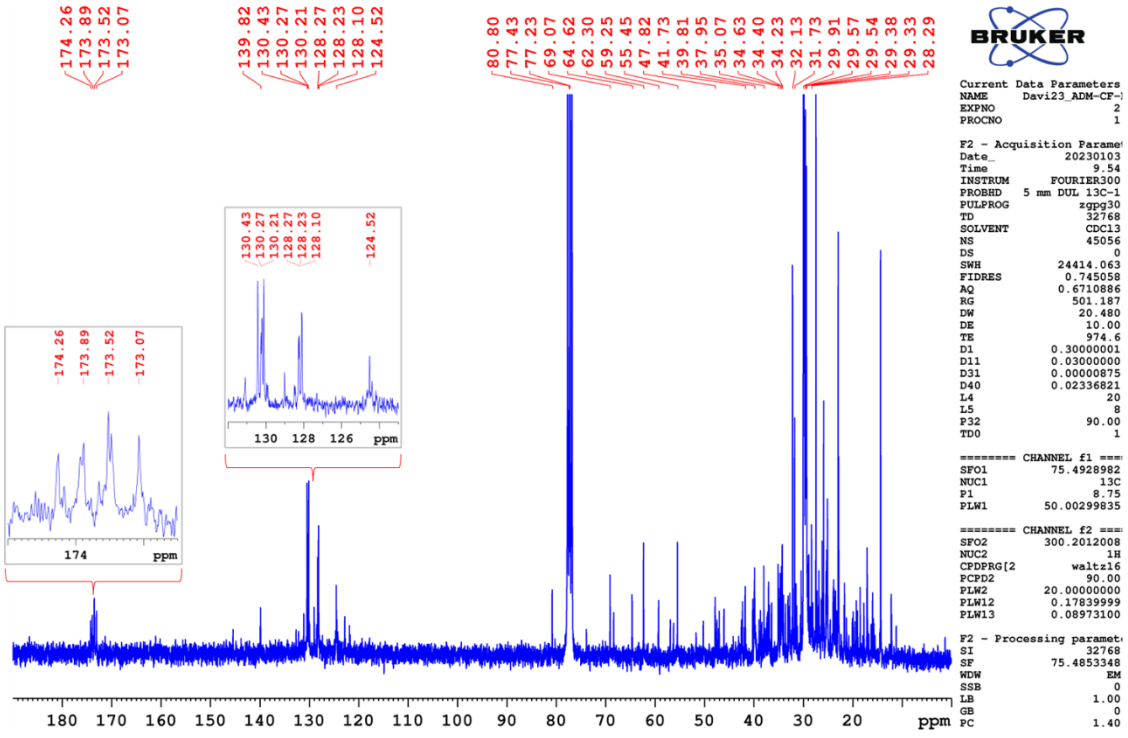


Figura A41. Espectro de RMN ^{13}C (75 MHz, $CDCl_3$) da substância **3**, **4** e **5** .

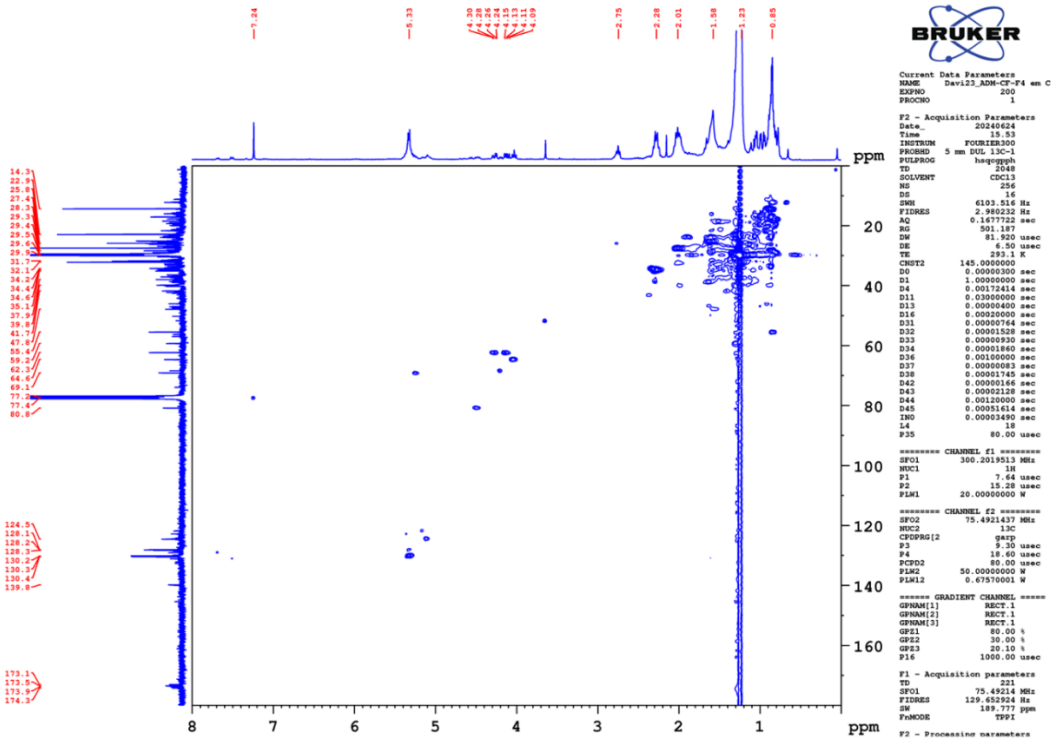


Figura A42. Mapa de contorno HSQC (300/75 MHz; $CDCl_3$) das substâncias **3, 4** e **5**.

- Substâncias **6** e **7**

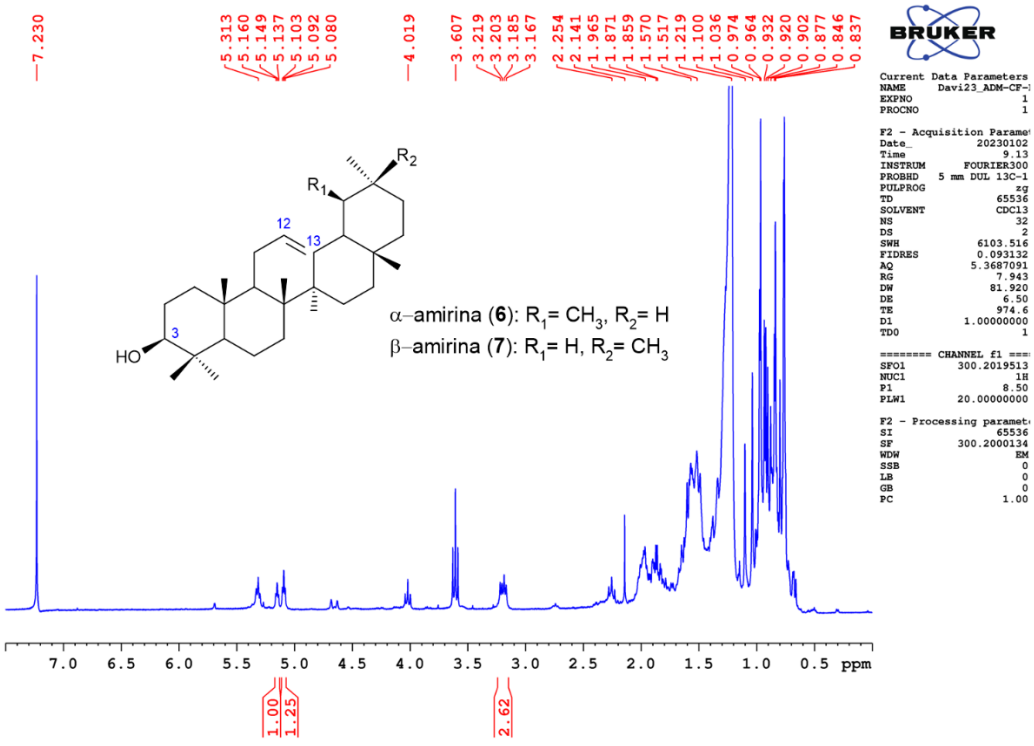


Figura A43. Espectro de RMN ^1H (300 MHz, $CDCl_3$) da substância **6** e **7**.

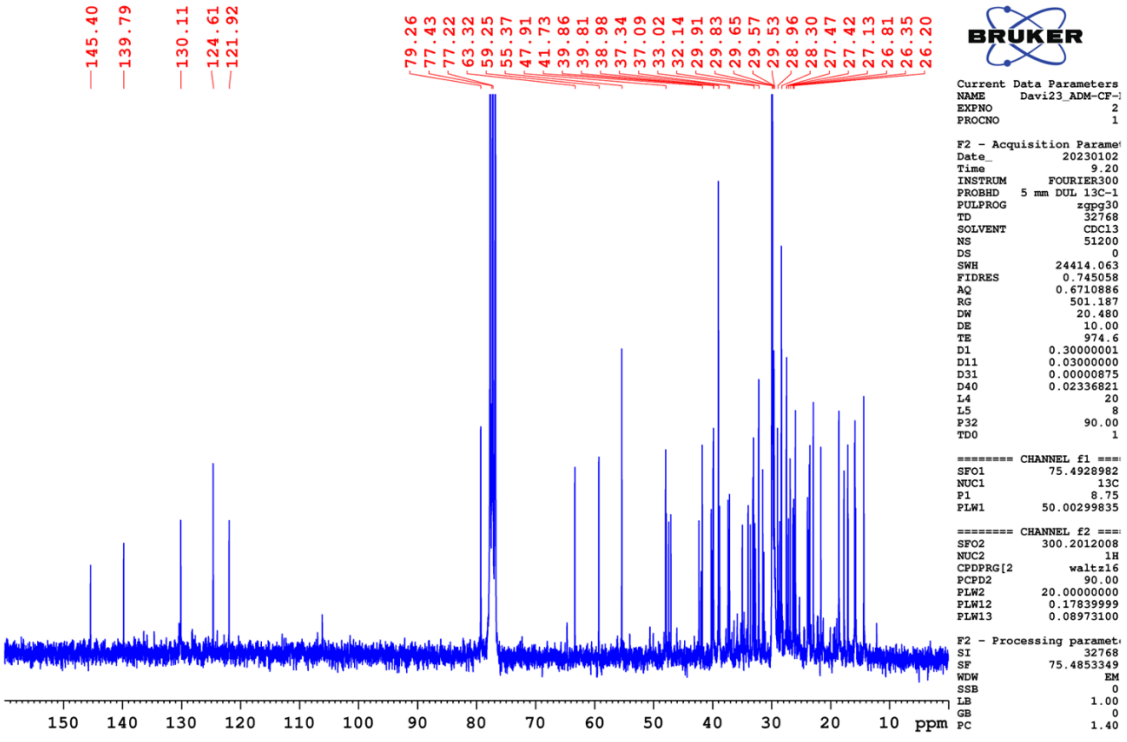


Figura A44. Espectro de RMN ^{13}C (75 MHz, $CDCl_3$) da substância **6** e **7**.

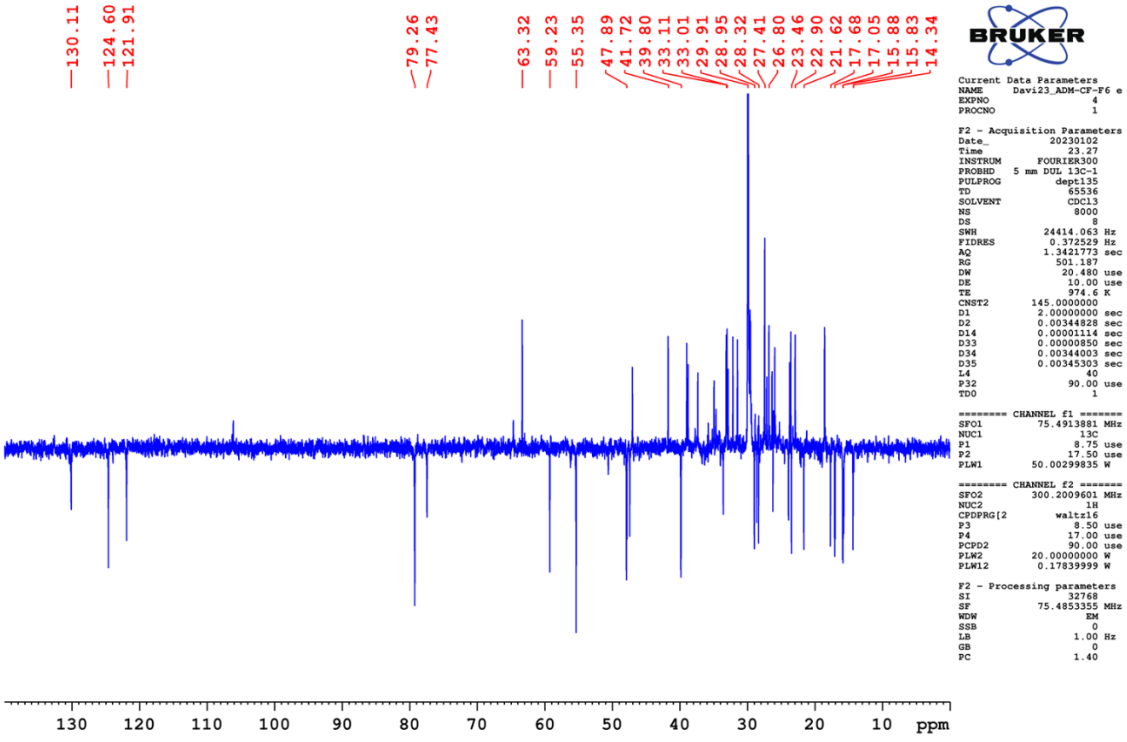


Figura A45. Espectro de DEPT-135 (75 MHz; CDCl3) das substâncias **6** e **7**.

- Substâncias **8** e **9**

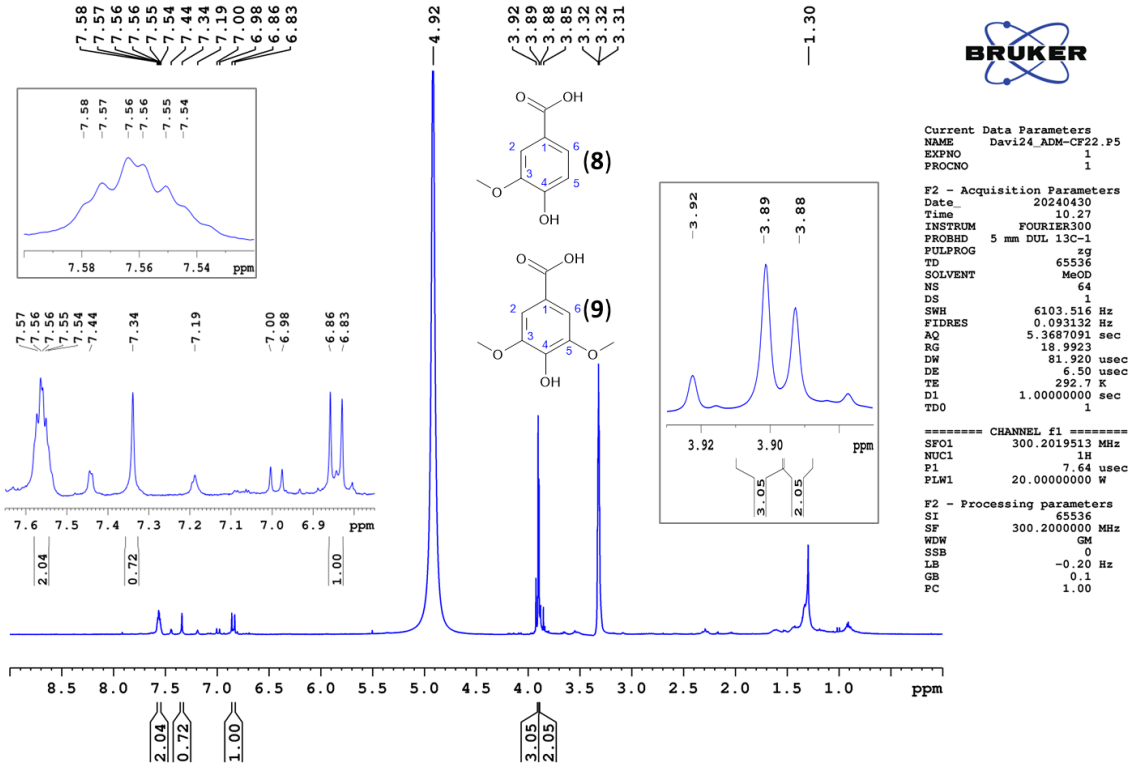


Figura A46. Espectro de RMN ^{1}H (300 MHz, CD_3OD) das substâncias **8** e **9**.

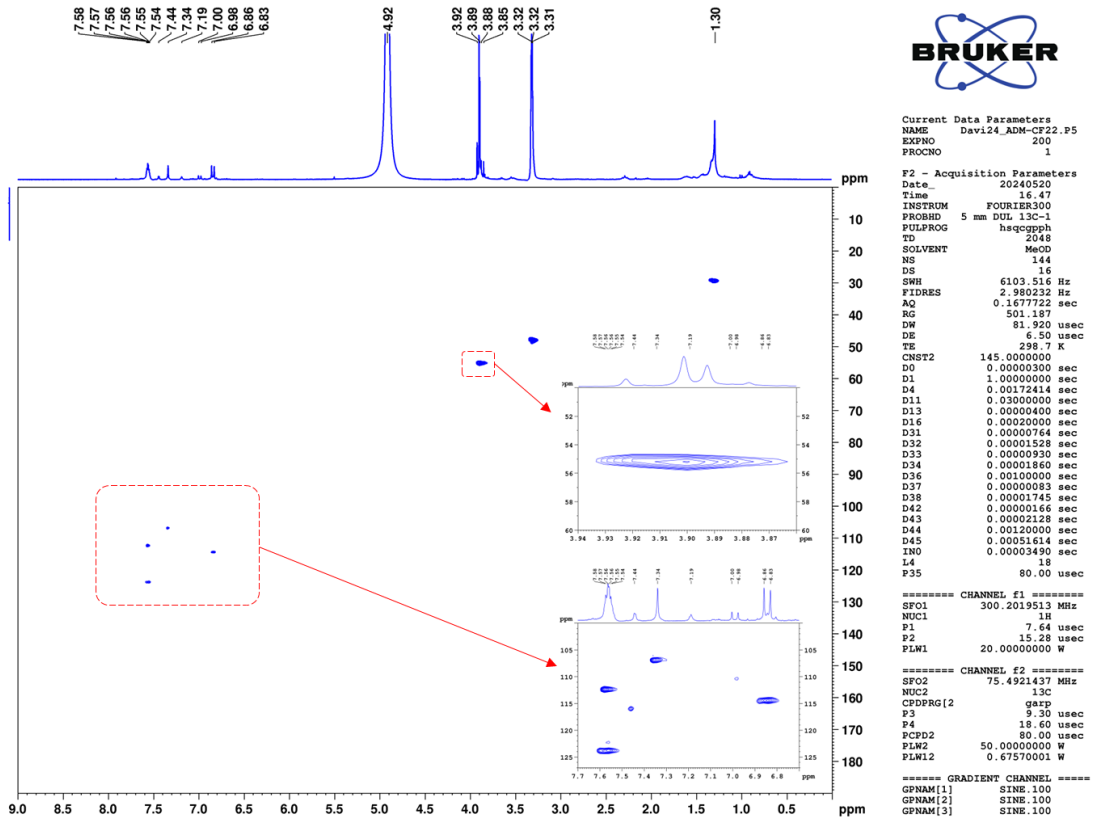


Figura A47. Mapa de contorno HSQC (300/75 MHz; CD_3OD das substâncias **8** e **9**).

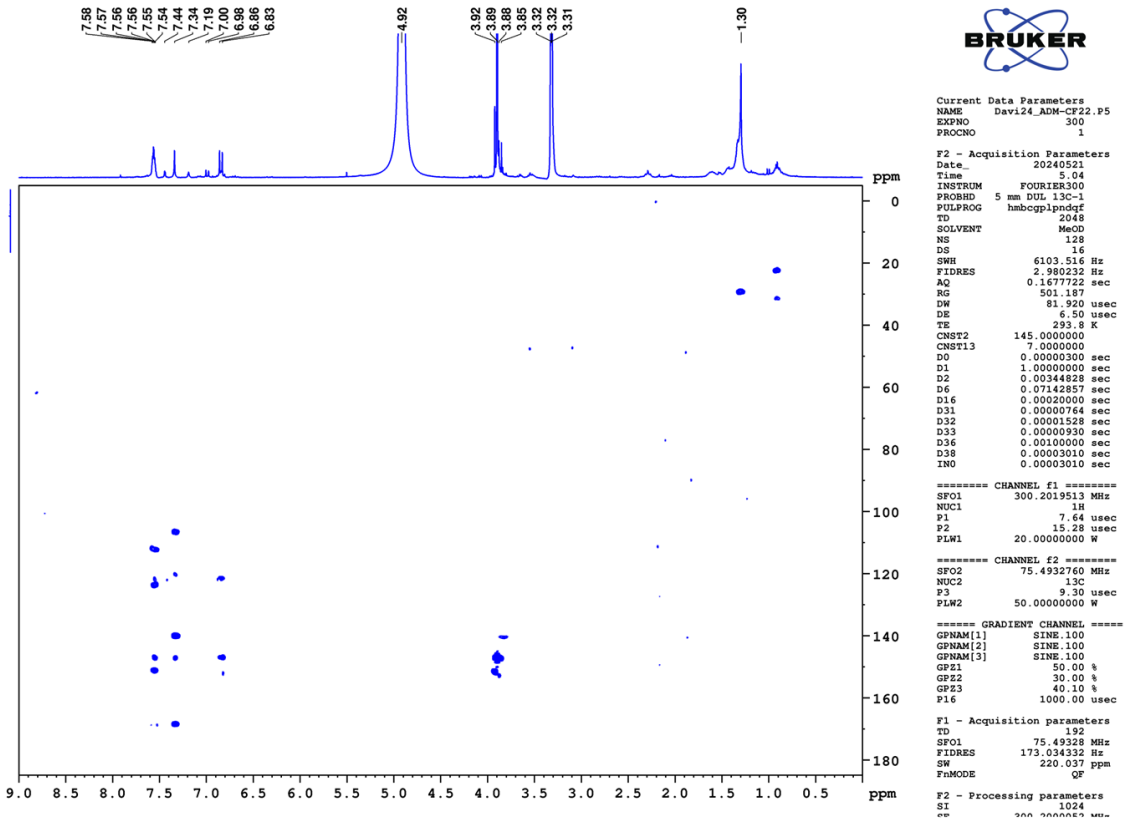


Figura A48. Mapa de contorno HMBC (300/75 MHz; CD_3OD) das substâncias **8** e **9**.

- Substâncias **10a**, **10b**, **10c** e **10d**.

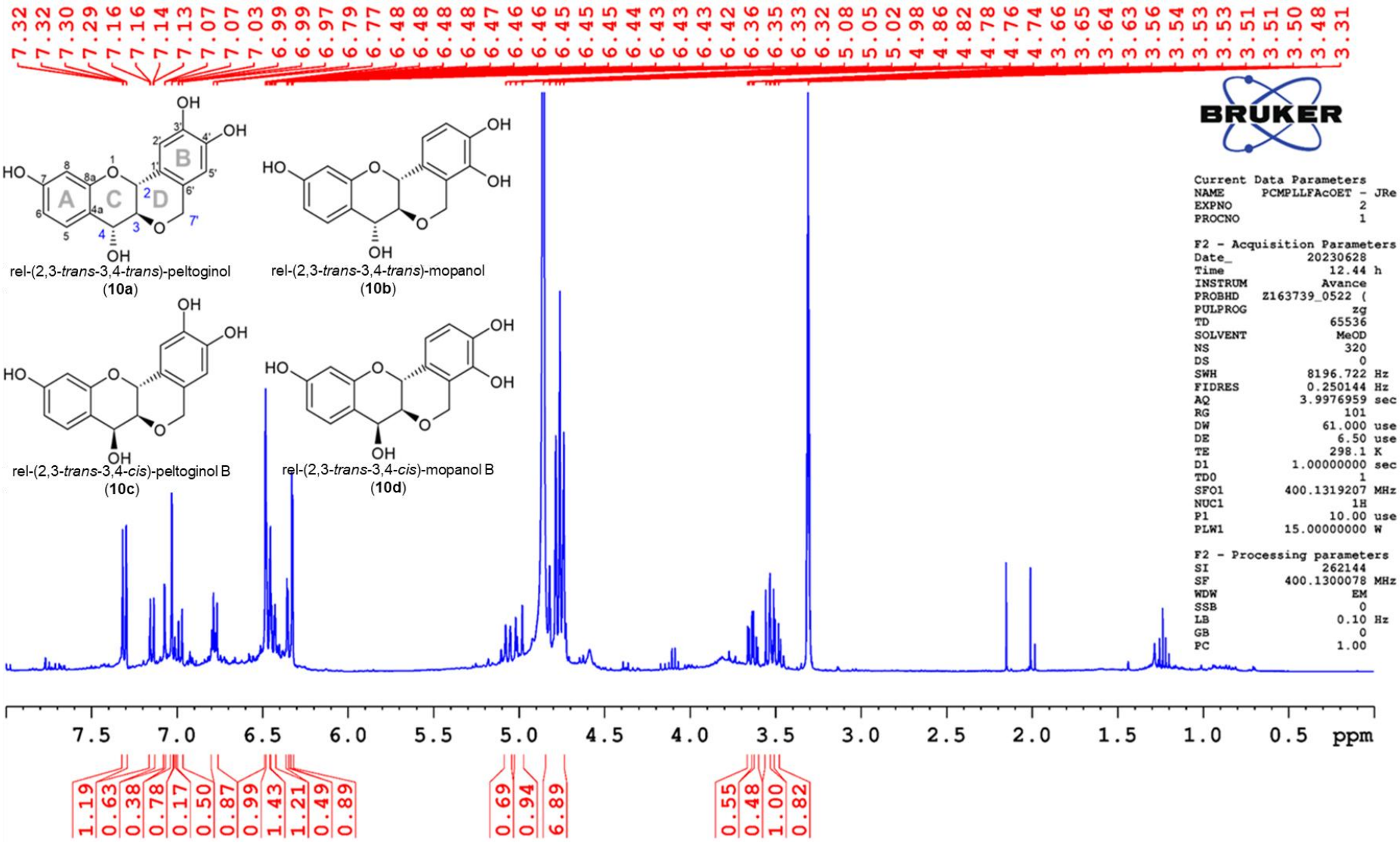


Figura A49. Espectro de RMN ^{1}H (400 MHz, CD_3OD) das substâncias **10a, 10b, 10c** e **10d**.

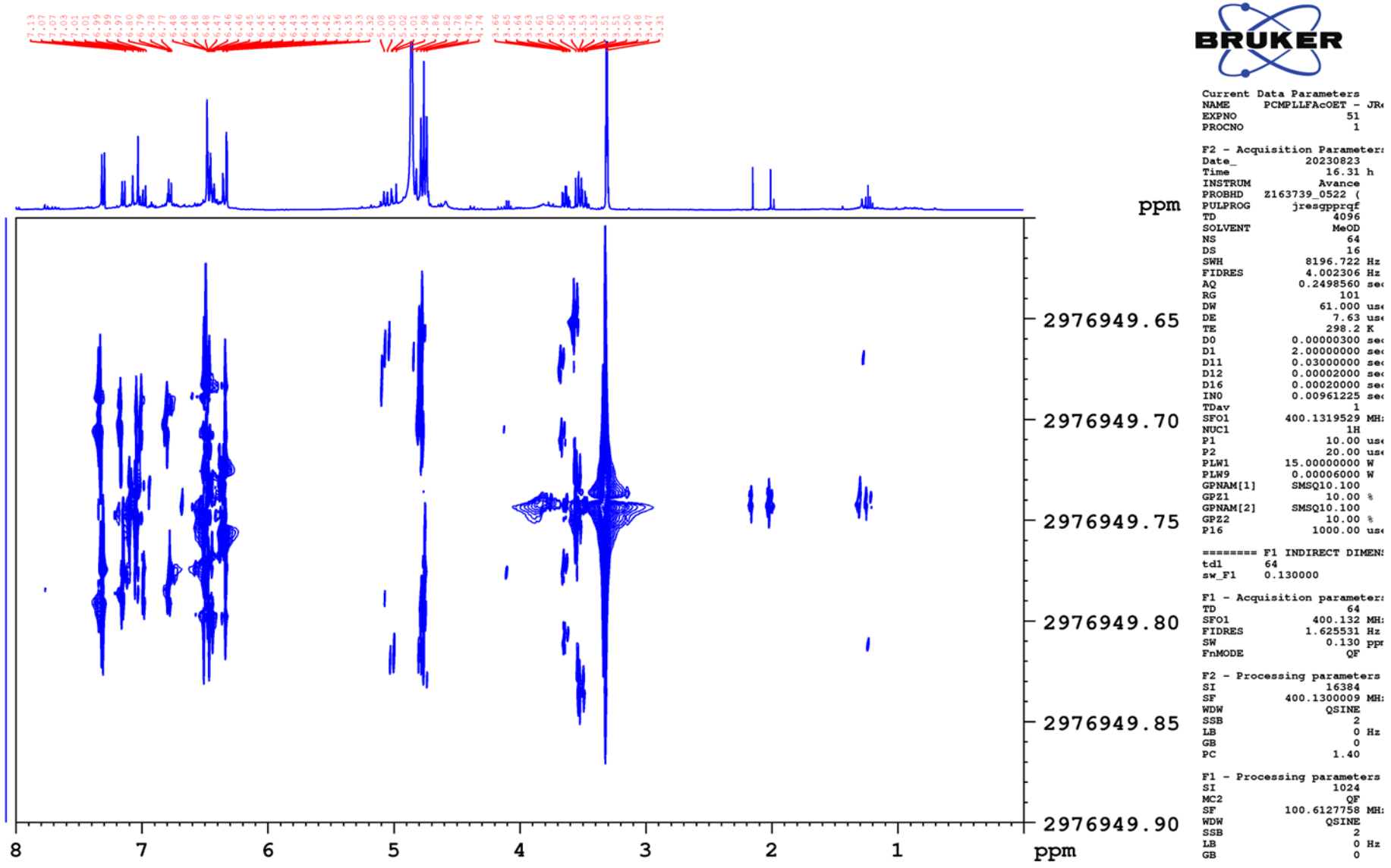


Figura A50.Espectro de *J*-Res (400 MHz, CD_3OD) das substâncias **10a, 10b, 10c** e **10d**.

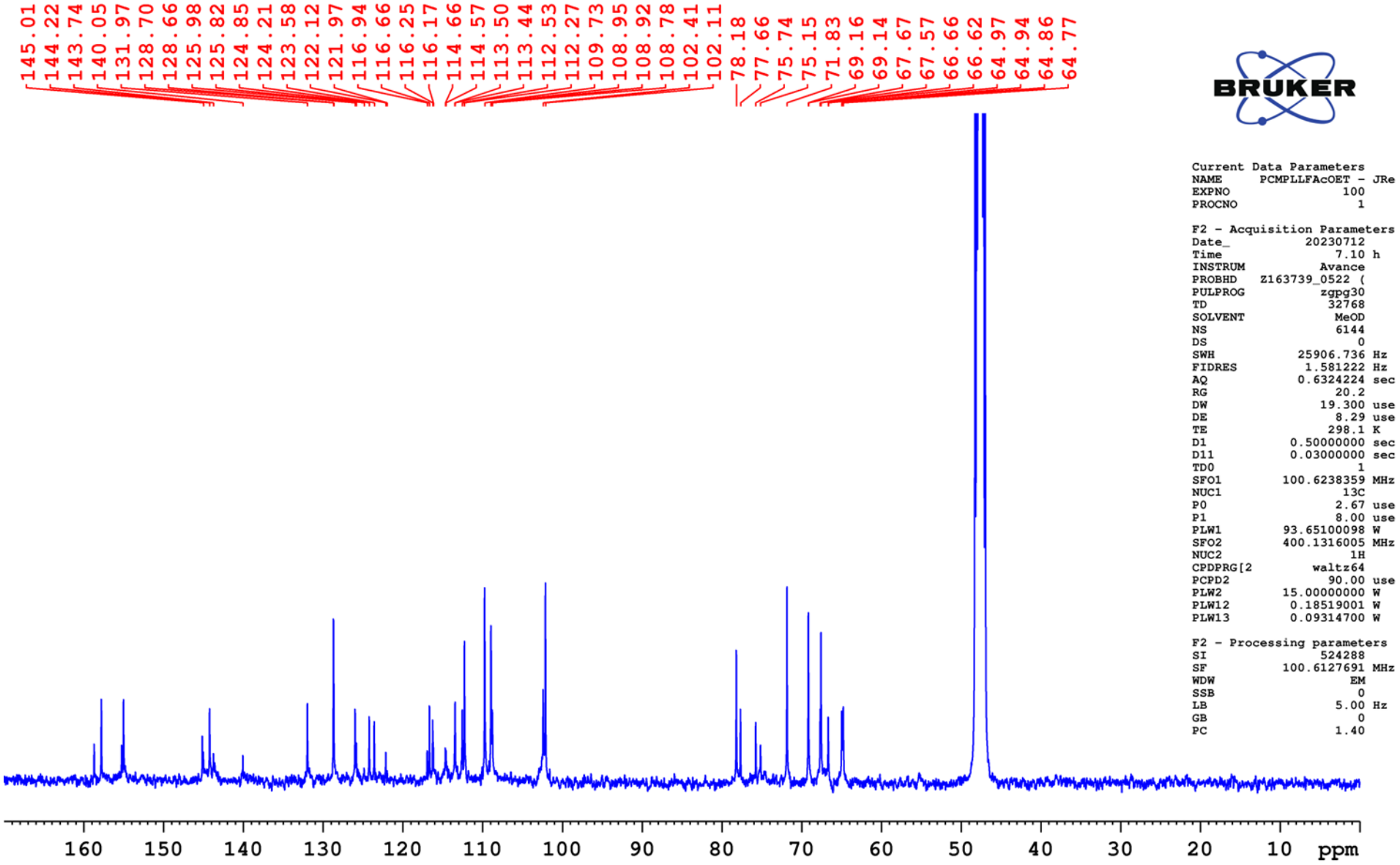
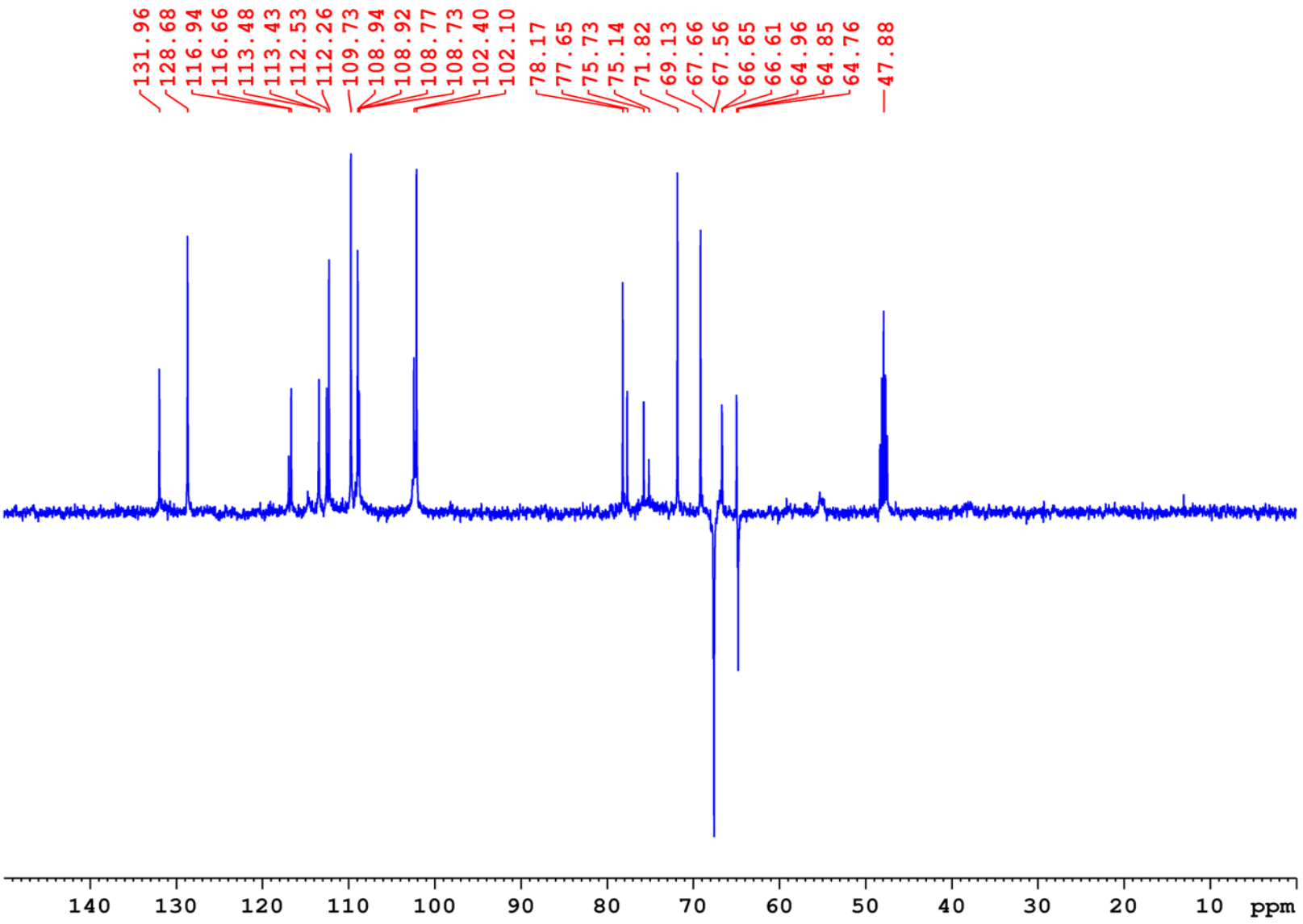


Figura A51. Espectro de RMN ^{13}C (100 MHz, CD_3OD) das substâncias **10a, 10b, 10c** e **10d**.

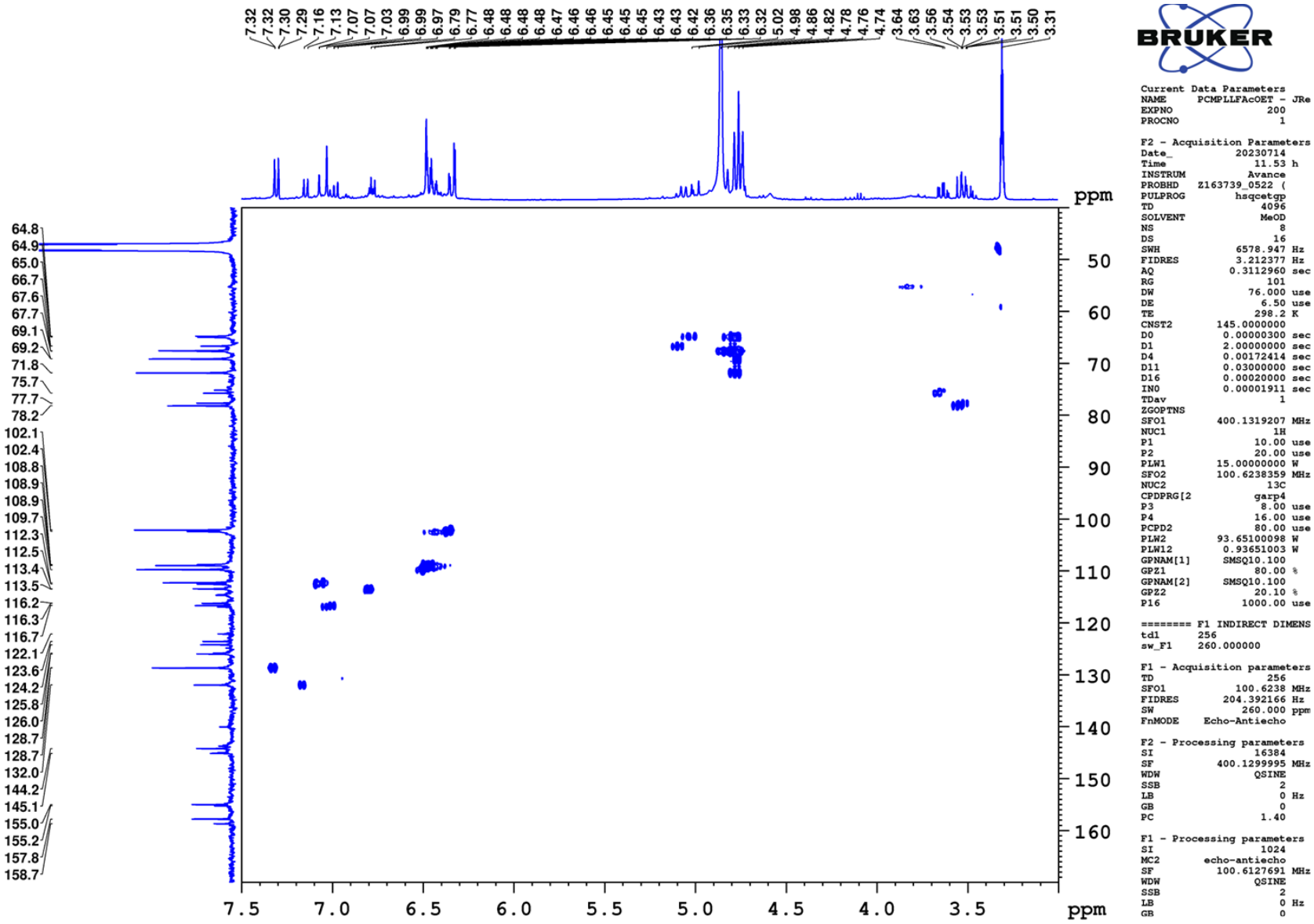



```
Current Data Parameters
NAME      PCMPLLFAcOET - JRe
EXPNO                  150
PROCNO                   1

F2 - Acquisition Parameters
Date_             20230711
Time                21.19 h
INSTRUM             Avance
PROBHD    Z163739_0522 (
PULPROG         deptsp135
TD                  32768
SOLVENT               MeOD
NS                    4096
DS                       8
SWH             21739.131 Hz
FIDRES           1.326851 Hz
AQ               0.7536640 sec
RG                      16
DW                  23.000 use
DE                   9.28 use
TE                  298.2 K
CNST2          145.0000000
D1               2.00000000 sec
D2               0.00344828 sec
D12              0.00002000 sec
TD0                      1
SFO1           100.6228298 MHz
NUC1                   13C
P1                    8.00 use
P13                2000.00 use
PLW0                     0 W
PLW1           93.65100098 W
SPNAM[5]      Crp60comp.4
SPOAL5              0.500
SPOFFS5                  0 Hz
SPW5           9.15769958 W
SFO2           400.1320007 MHz
NUC2                   1H
CPDPRG[2           waltz65
P3                   10.00 use
P4                   20.00 use
PCPD2                90.00 use
PLW2           15.00000000 W
PLW12           0.18519001 W

F2 - Processing parameters
SI                  262144
SF             100.6127700 MHz
WDW                    EM
SSB                      0
LB                    3.00 Hz
GB                       0
PC                    1.40
```

Figura A52. Espectro de DEPT-135 (100 MHz; CD_3OD) das substâncias **10a, 10b, 10c** e **10d**.




```
Current Data Parameters
NAME      PCMPLLFAcOET - JRe
EXPNO                  200
PROCNO                   1

F2 - Acquisition Parameters
Date_               20230714
Time                   11.53 h
INSTRUM                Avance
PROBHD    Z163739_0522 (
PULPROG            hsqcetgp
TD                     4096
SOLVENT                MeOD
NS                        8
DS                       16
SWH                6578.947 Hz
FIDRES             3.212377 Hz
AQ                 0.3112960 sec
RG                       101
DW                    76.000 use
DE                     6.50 use
TE                   298.2 K
CNST2             145.0000000
D0                 0.00000300 sec
D1                 2.00000000 sec
D4                 0.00172414 sec
D11                0.03000000 sec
D16                0.00020000 sec
IN0                0.00001911 sec
TDav                     1
ZGOPTNS
SFO1              400.1319207 MHz
NUC1                      1H
P1                     10.00 use
P2                     20.00 use
PLW1              15.00000000 W
SFO2              100.6238359 MHz
NUC2                     13C
CPDPRG[2                 garp4
P3                      8.00 use
P4                     16.00 use
PCPD2                  80.00 use
PLW2              93.65100098 W
PLW12              0.93651003 W
GPNAM[1]           SMSQ10.100
GPZ1                   80.00 %
GPNAM[2]           SMSQ10.100
GPZ2                   20.10 %
P16                  1000.00 use

======== F1 INDIRECT DIMENS
td1      256
sw_F1    260.000000

F1 - Acquisition parameters
TD                       256
SFO1                100.6238 MHz
FIDRES           204.392166 Hz
SW                  260.000 ppm
FnMODE     Echo-Antiecho

F2 - Processing parameters
SI                     16384
SF                400.1299995 MHz
WDW                    QSINE
SSB                        2
LB                         0 Hz
GB                         0
PC                      1.40

F1 - Processing parameters
SI                      1024
MC2            echo-antiecho
SF                100.6127691 MHz
WDW                    QSINE
SSB                        2
LB                         0 Hz
GB                         0
```

Figura A53. Mapa de contorno HSQC (400/100 MHz; CD_3OD) das substâncias **10a, 10b, 10c** e **10d**.

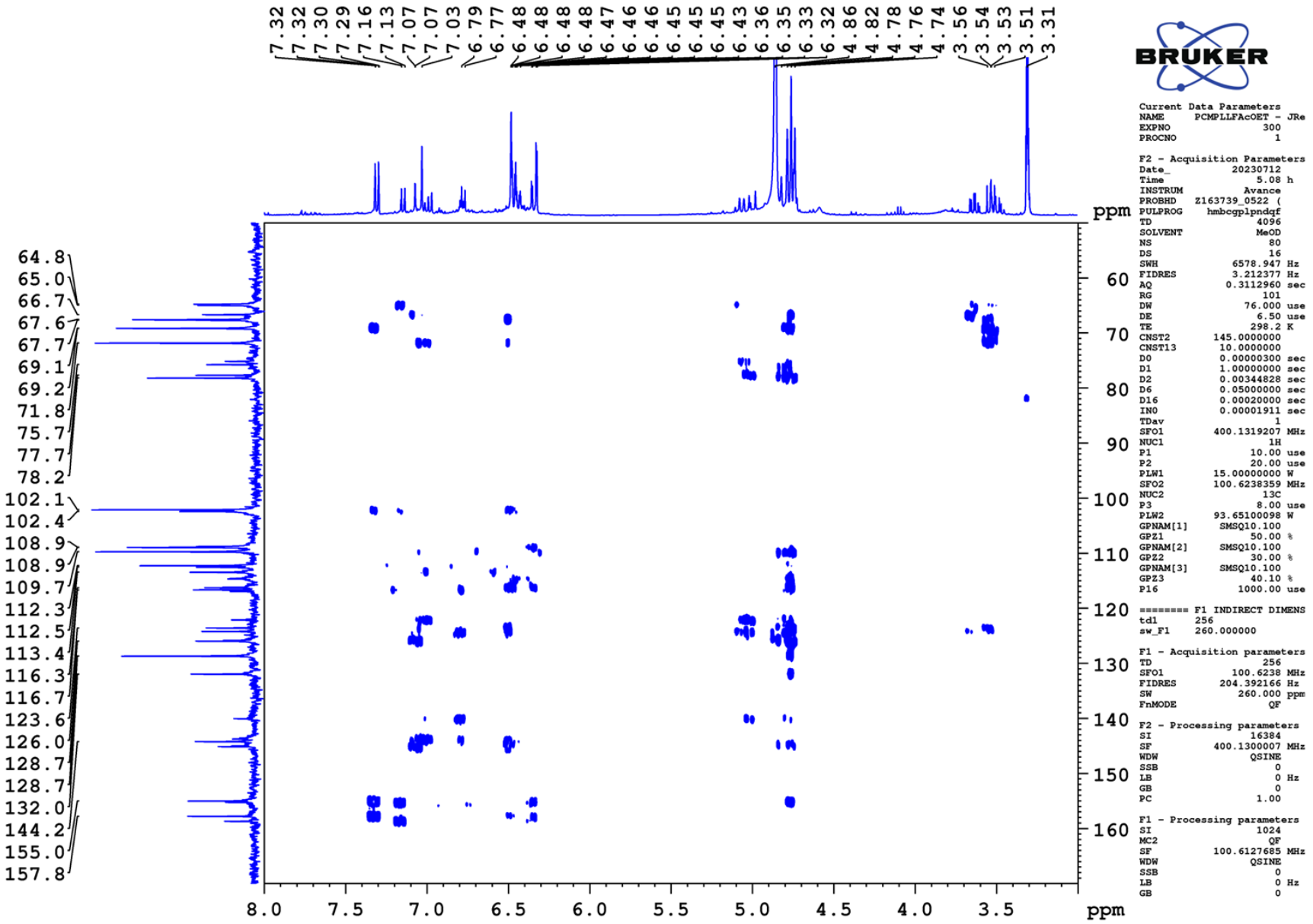


Figura A54. Mapa de contorno HMBC (400/100 MHz; CD_3OD) das substâncias **10a, 10b, 10c** e **10d.**

- **Substância 10a**

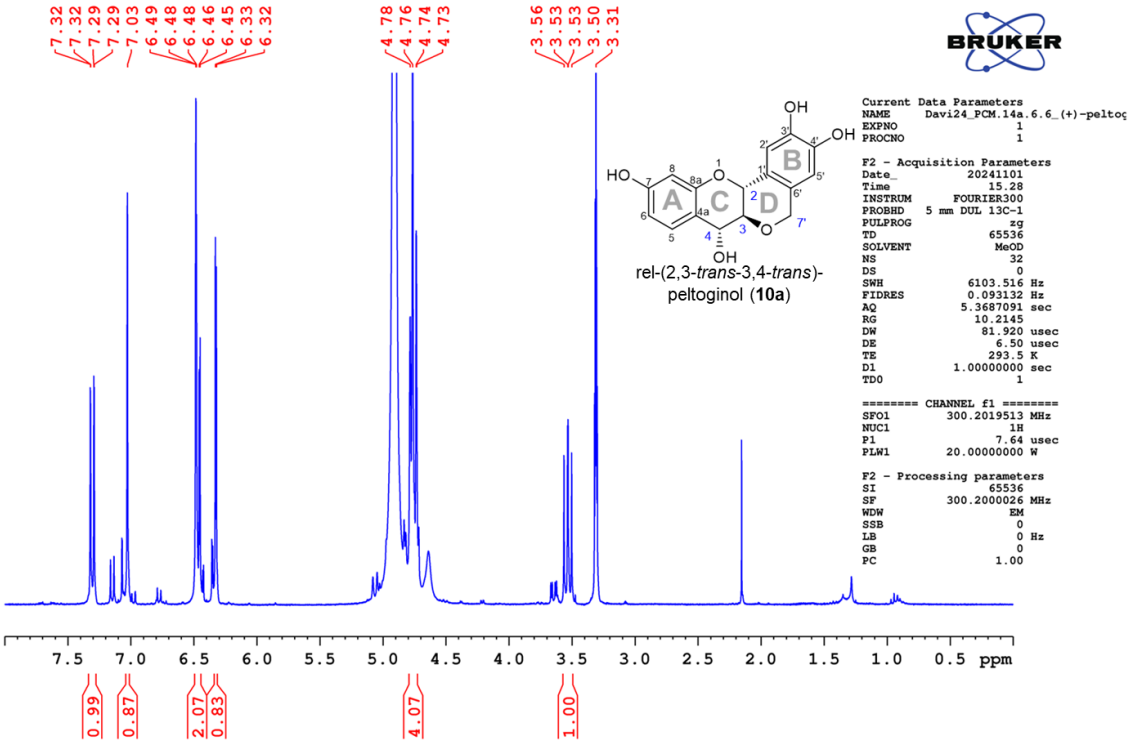


Figura A55. Espectro de RMN ^{1}H (300 MHz, CD_3OD) das substâncias **10a**.

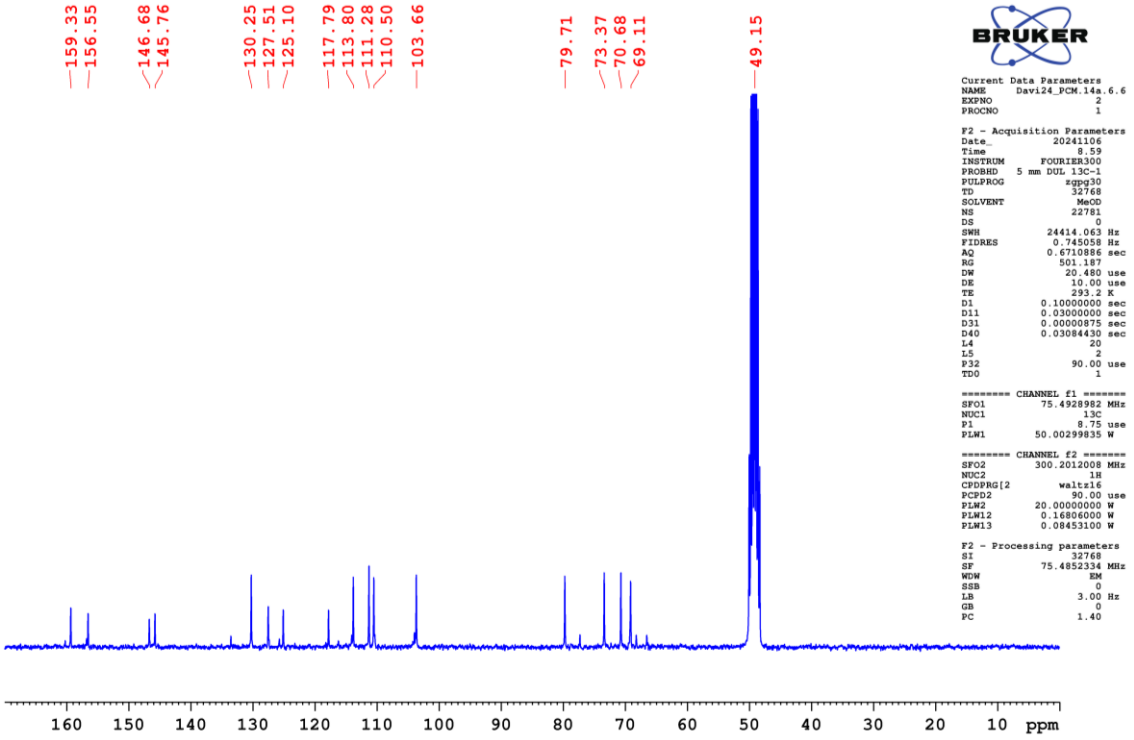


Figura A56. Espectro de RMN ^{13}C (75 MHz, CD_3OD) da substância **10a**.

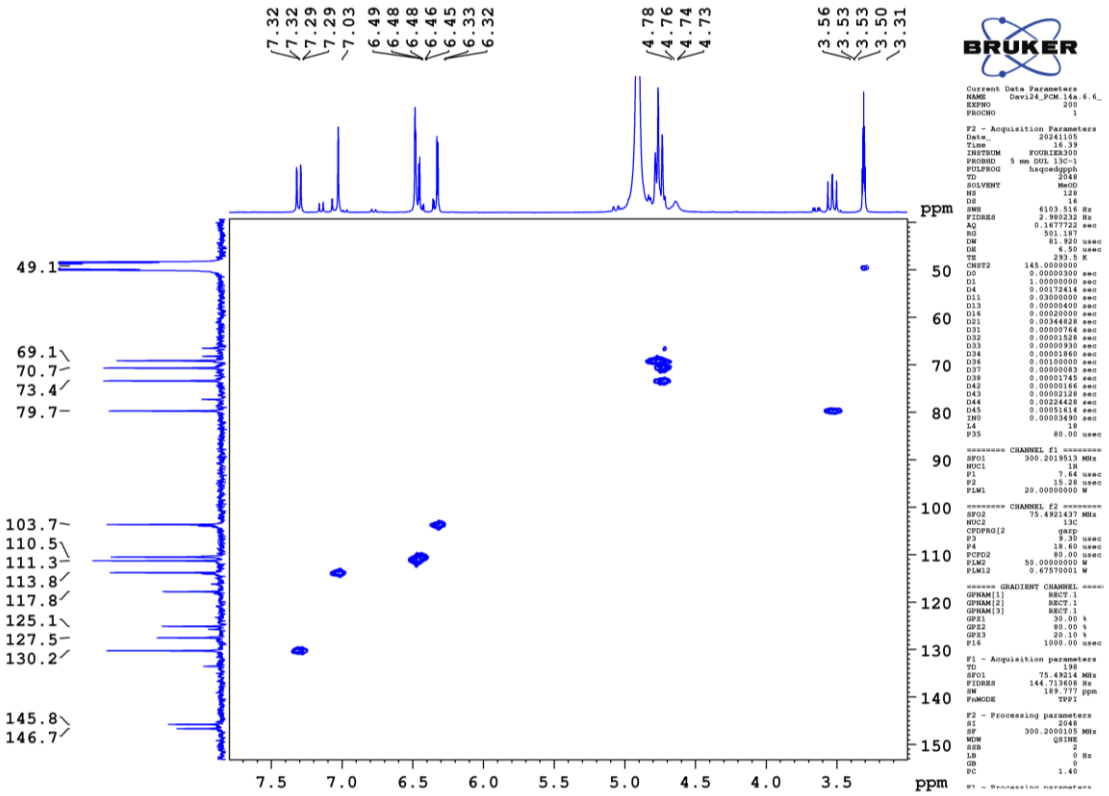


Figura A57. Mapa de contorno HSQC (300/75 MHz; CD_3OD) da substância **10a**.

- **Substância 10c**

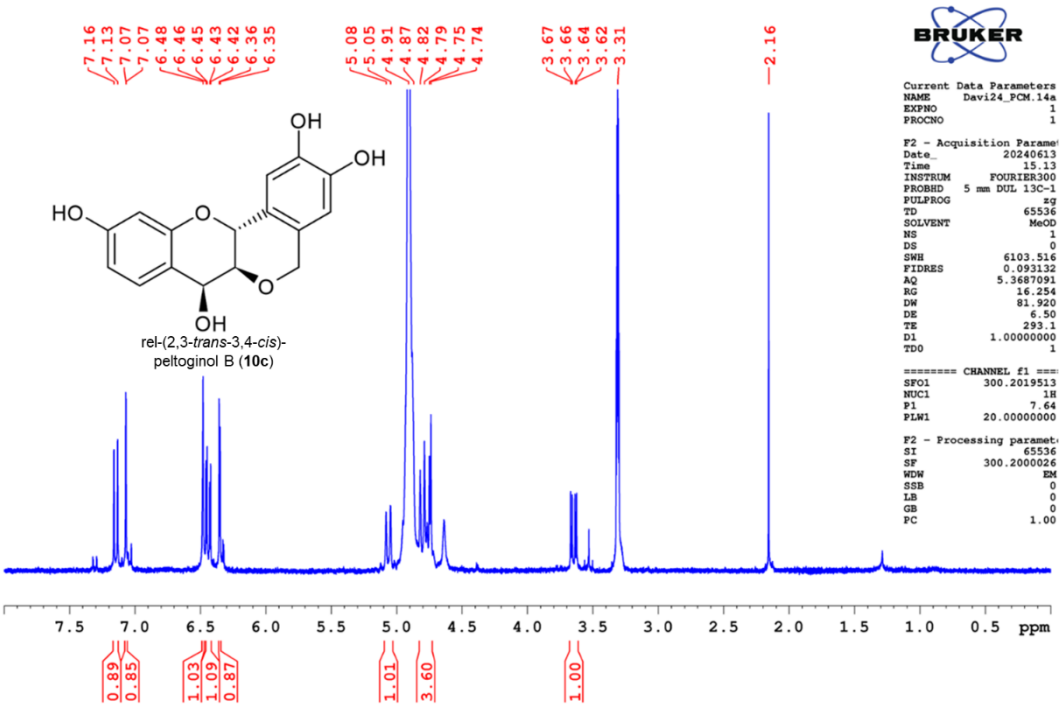


Figura A58. Espectro de RMN ^1H (300 MHz, CD_3OD) da substância **10c**.

- **Substâncias 10a e 10c**

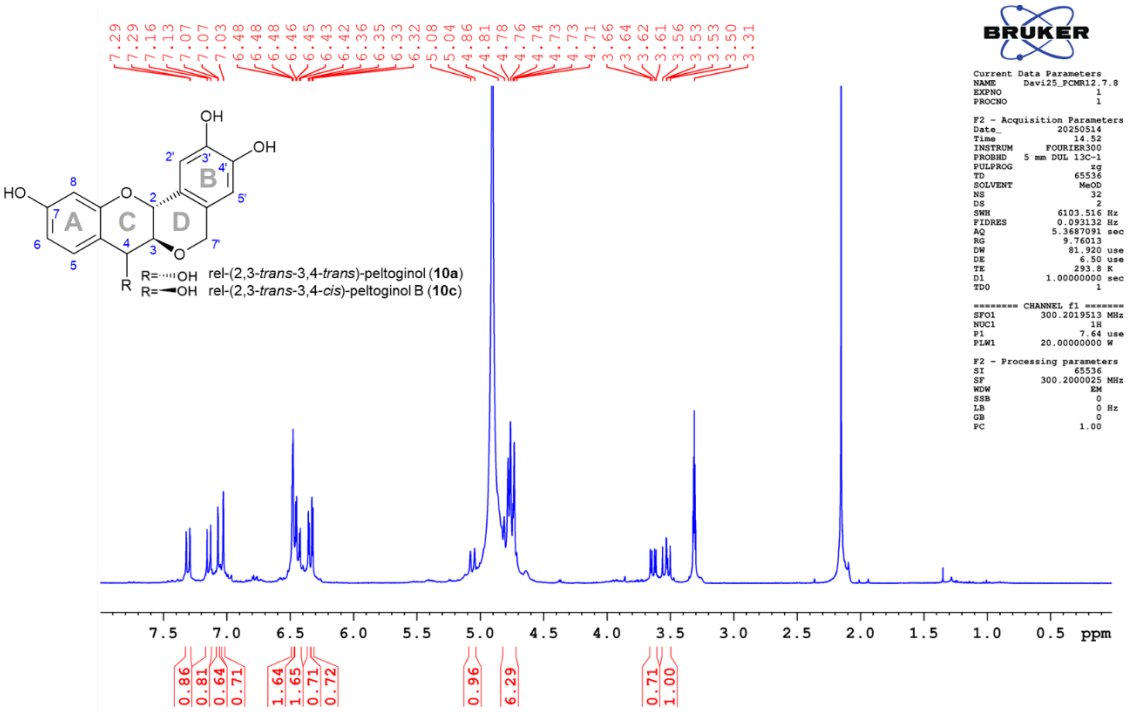


Figura A59. Espectro de RMN ^{1}H (300 MHz, CD_3OD) dos pares de substâncias **10a/10c**.

- **Substâncias 10b e 10d**

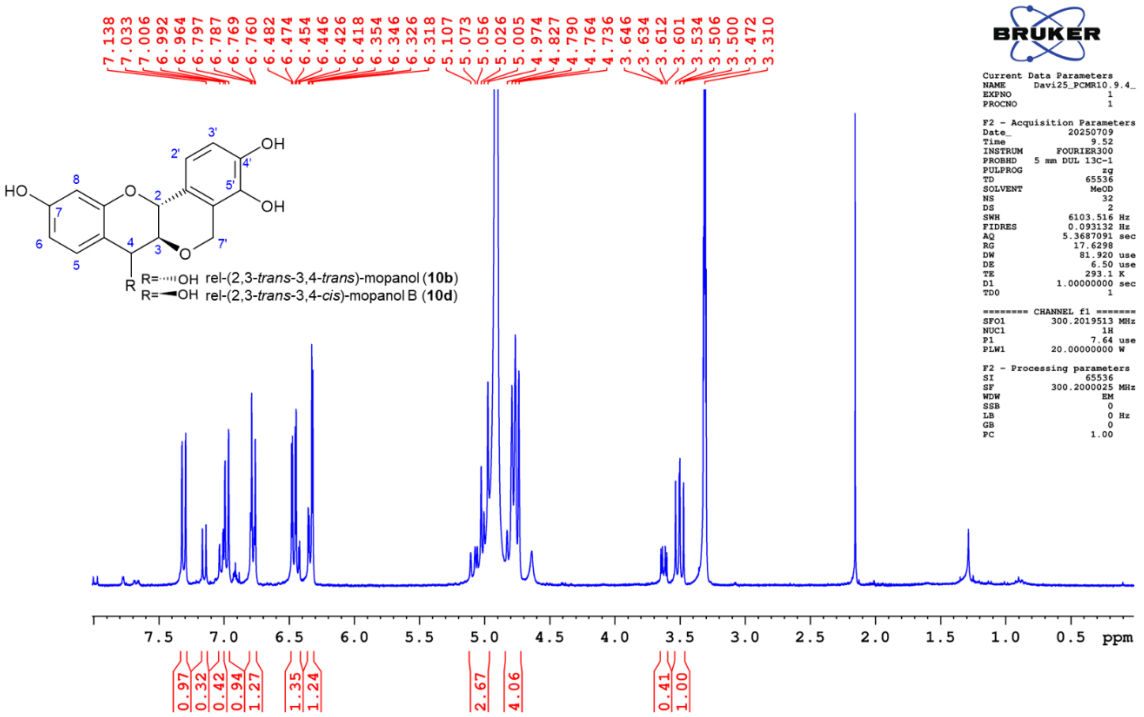


Figura A60. Espectro de RMN ^{1}H (300 MHz, CD_3OD) dos pares de substâncias **10b/10d**.

- **Substâncias 11**

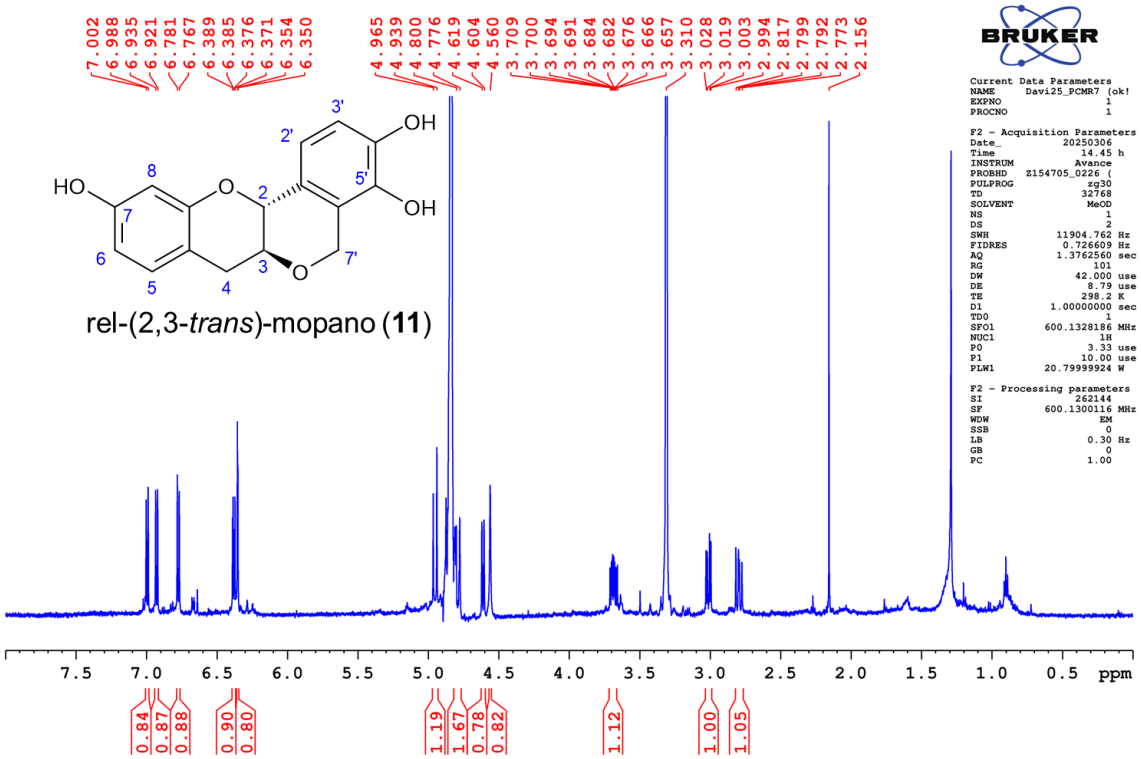


Figura A61. Espectro de RMN ^{1}H (600 MHz, CD_3OD) da substância **11**.

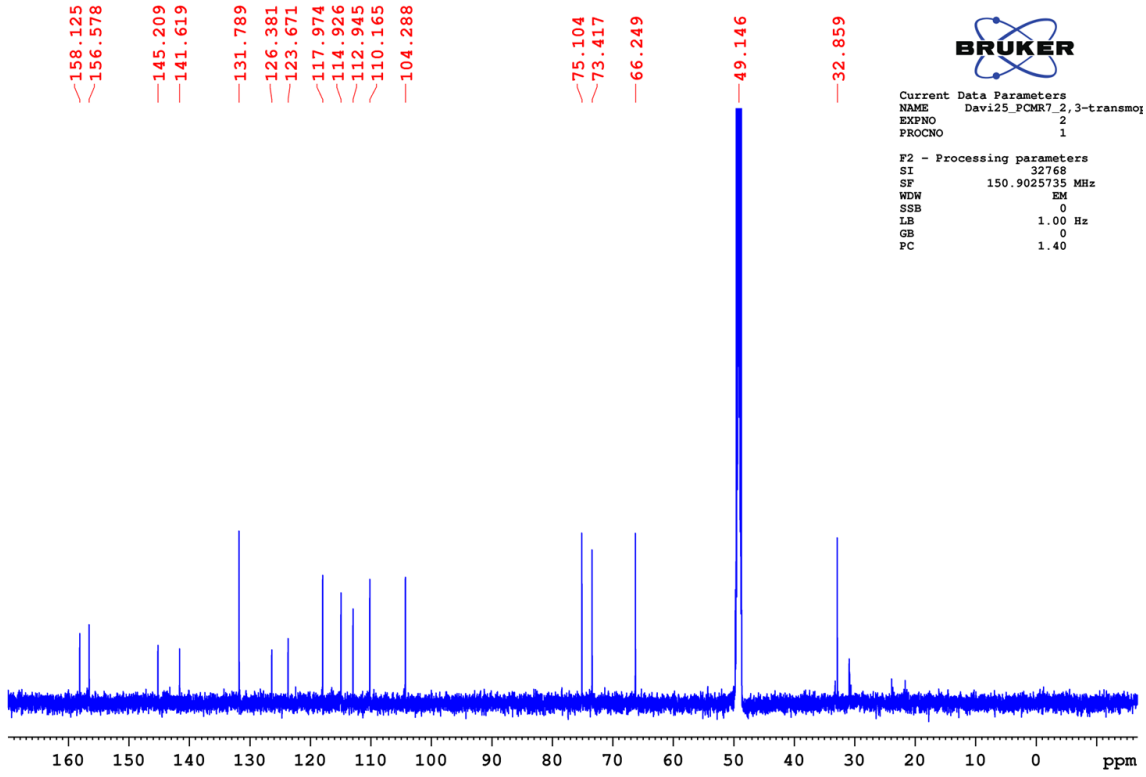


Figura A62. Espectro de RMN ^{13}C (150 MHz, CD_3OD) da substância **11**.

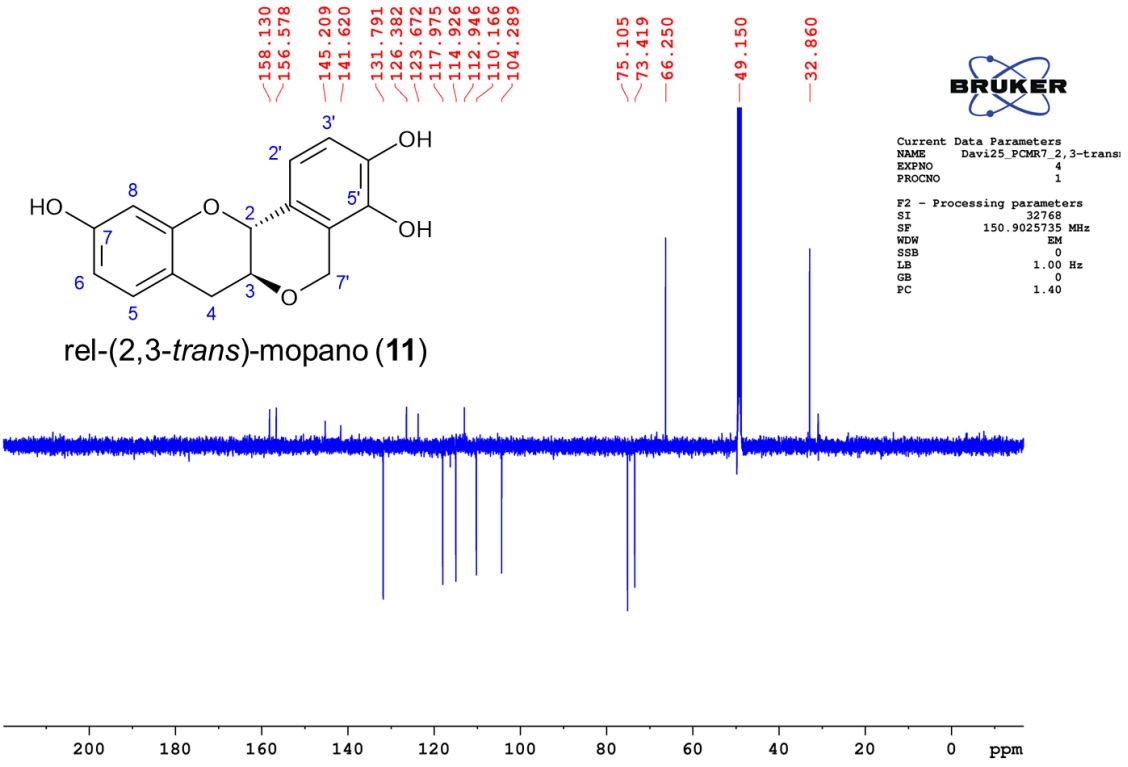


Figura A63. Espectro de DEPTQ (150 MHz; CD_3OD) da substância **11**.

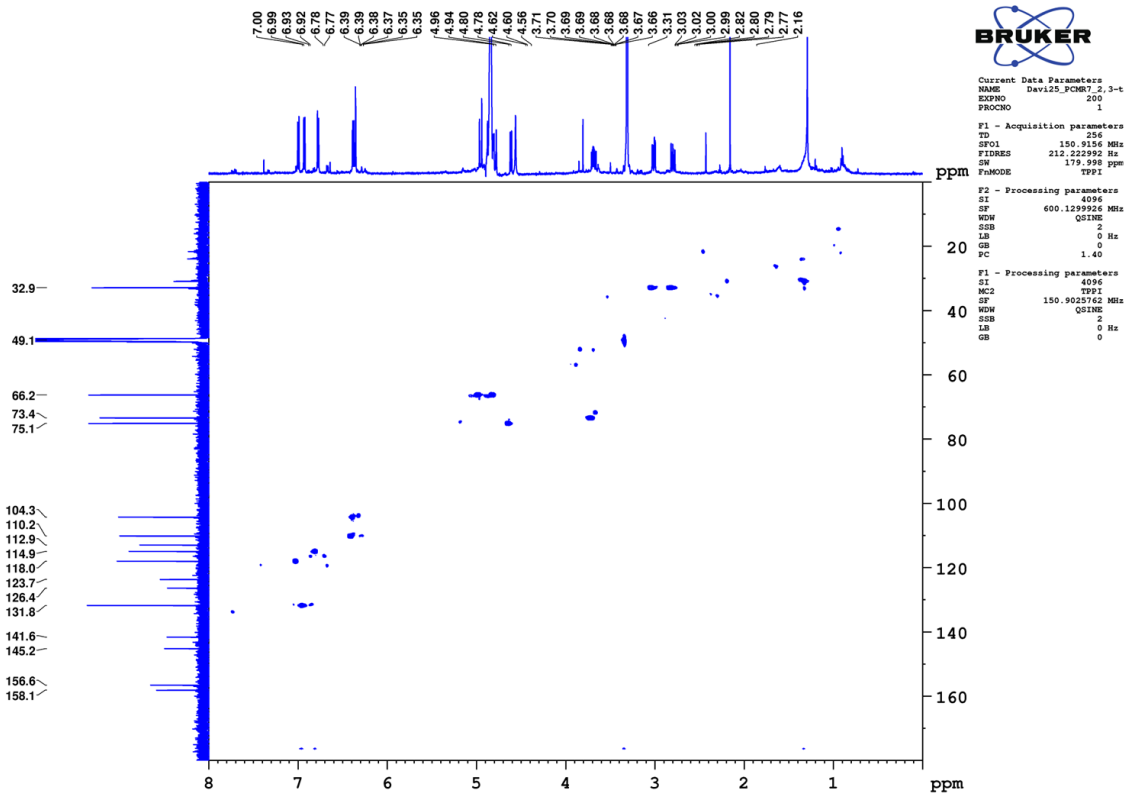


Figura A64. Mapa de contorno HSQC (600/150 MHz; CD_3OD) da substância **11**.

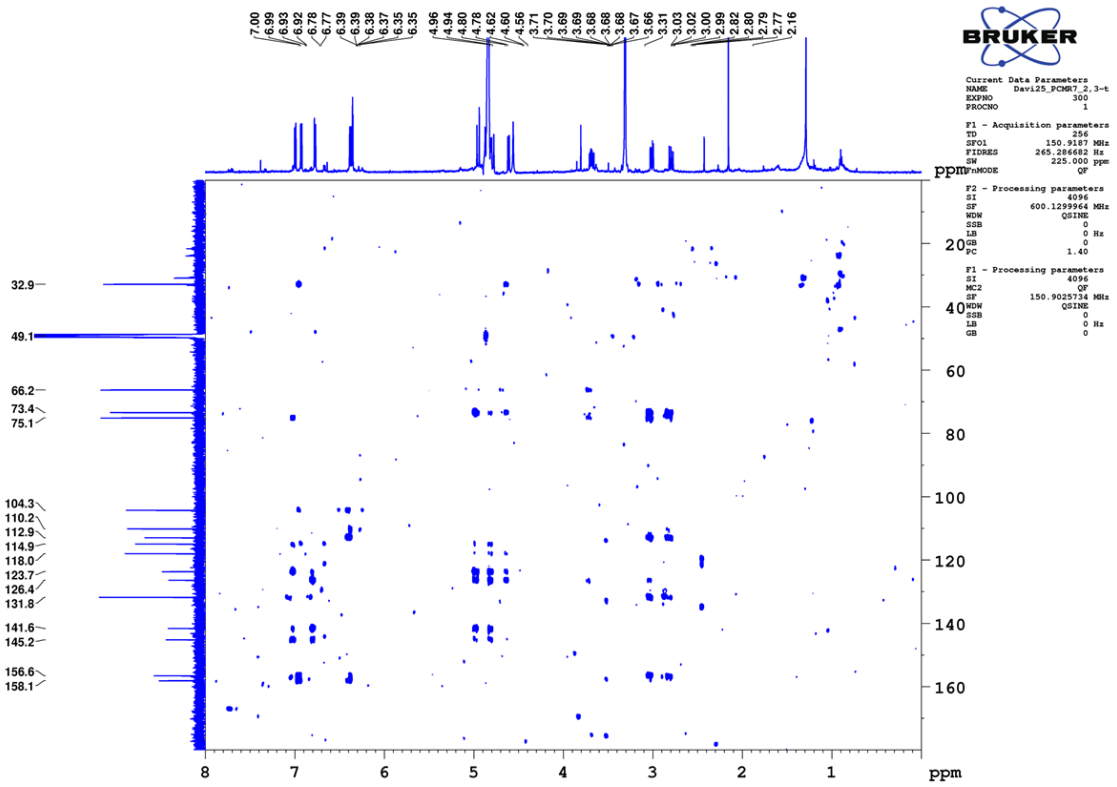


Figura A65. Mapa de contorno HMBC (600/150 MHz; CD_3OD) da substância **11**.

- **Substâncias 13**

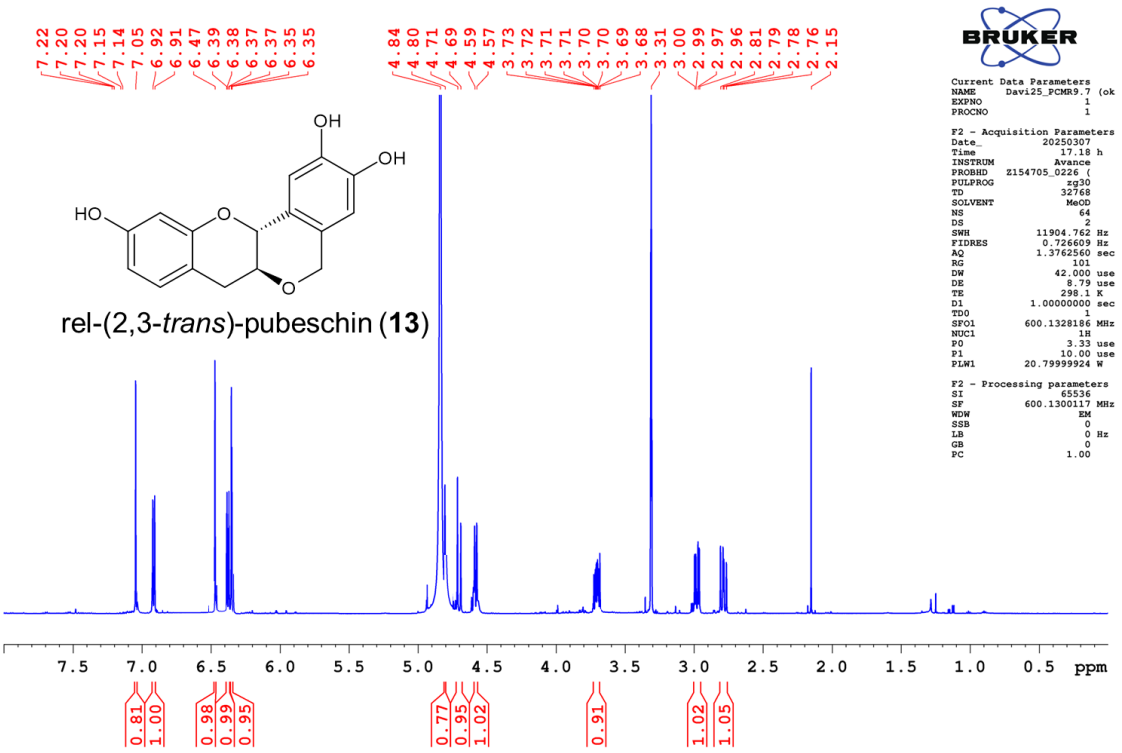


Figura A66. Espectro de RMN ^1H (600 MHz, CD_3OD) da substância **13**.

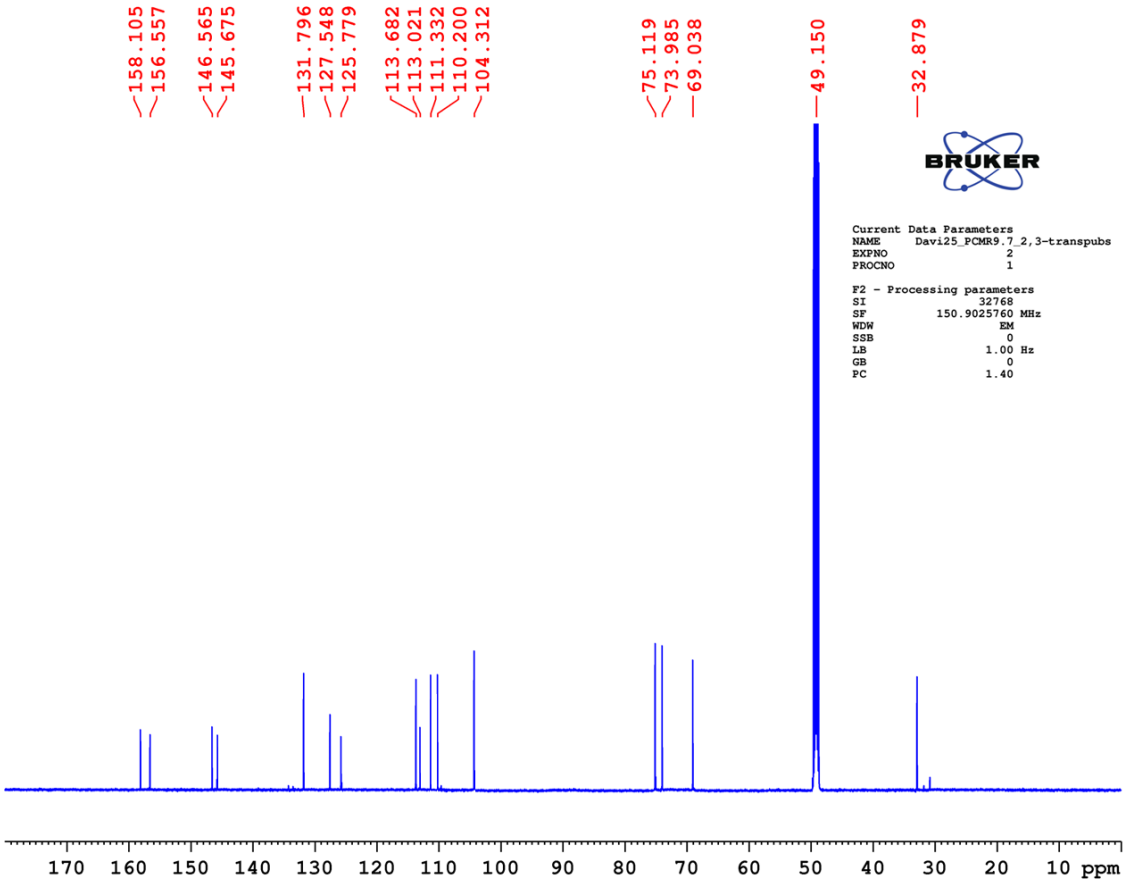


Figura A67. Espectro de RMN ^{13}C (150 MHz, CD_3OD) da substância **13**.

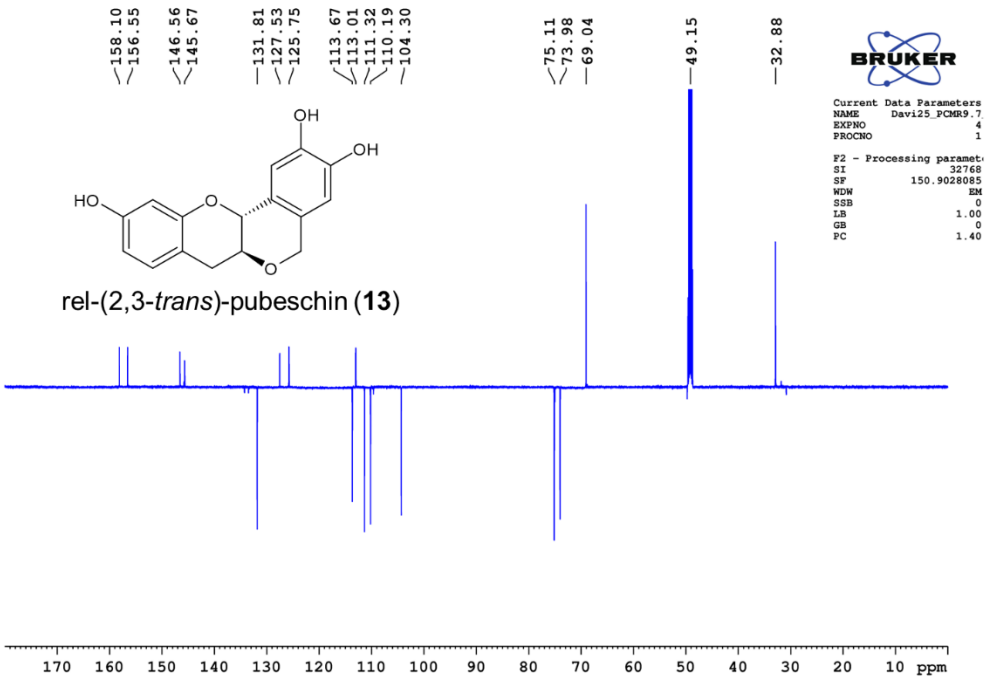


Figura A68. Espectro de DEPTQ (150 MHz; CD_3OD) da substância **13**.

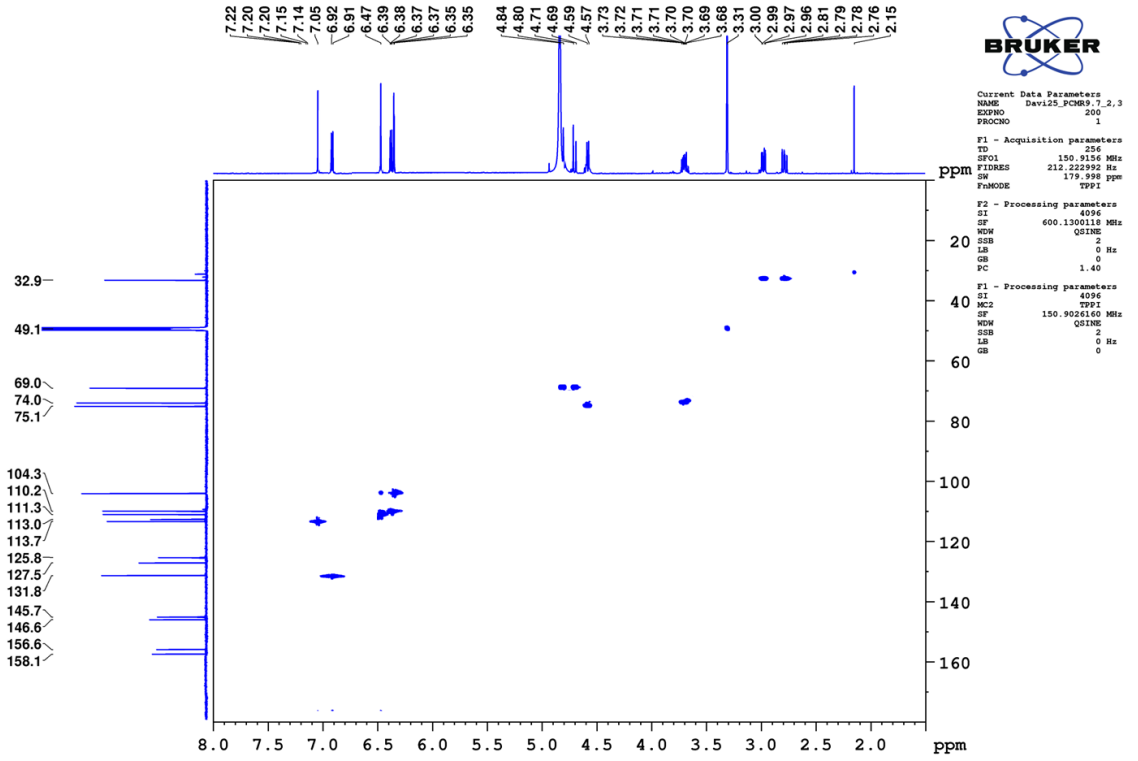


Figura A69. Mapa de contorno HSQC (600/150 MHz; CD_3OD) da substância **13**.

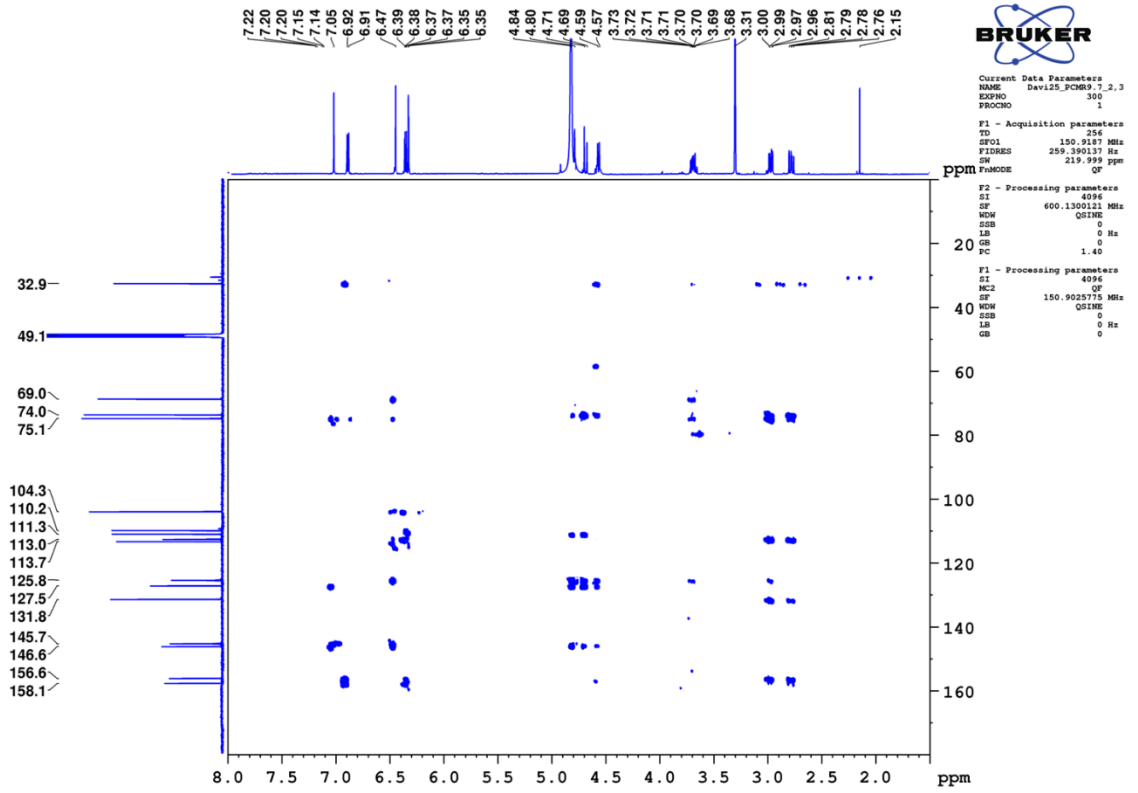


Figura A70. Mapa de contorno HMBC (600/150 MHz; CD_3OD) da substância **13**.

- **Substâncias 12a e 12b**

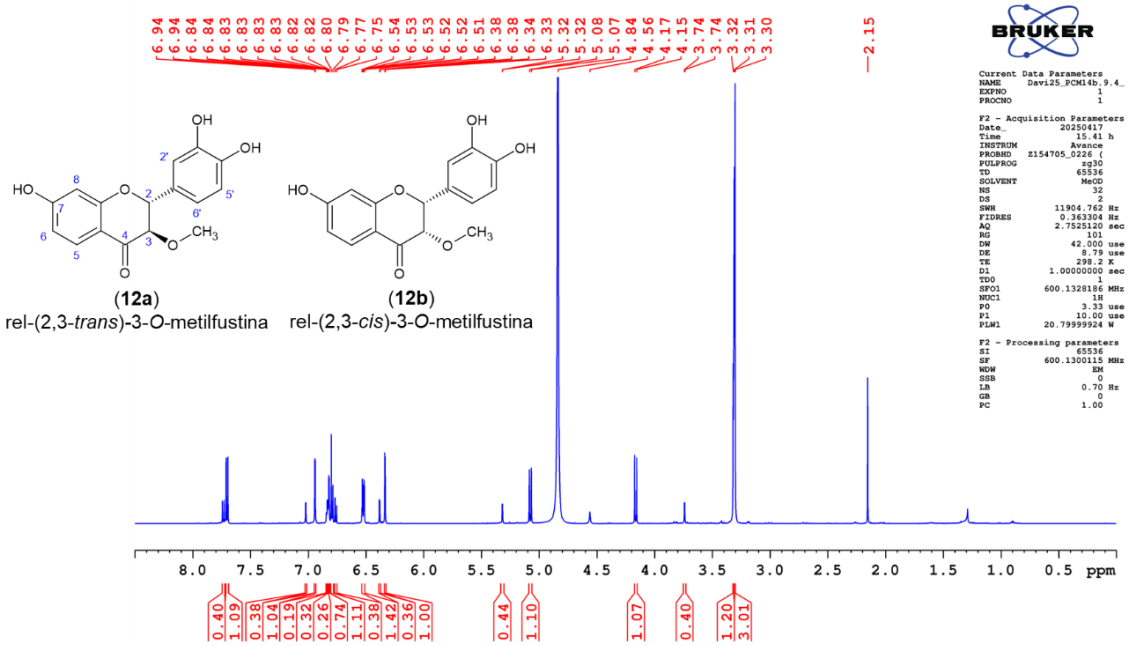


Figura A71. Espectro de RMN ^{1}H (600 MHz, CD_3OD) das substâncias **12a** e **12b**.

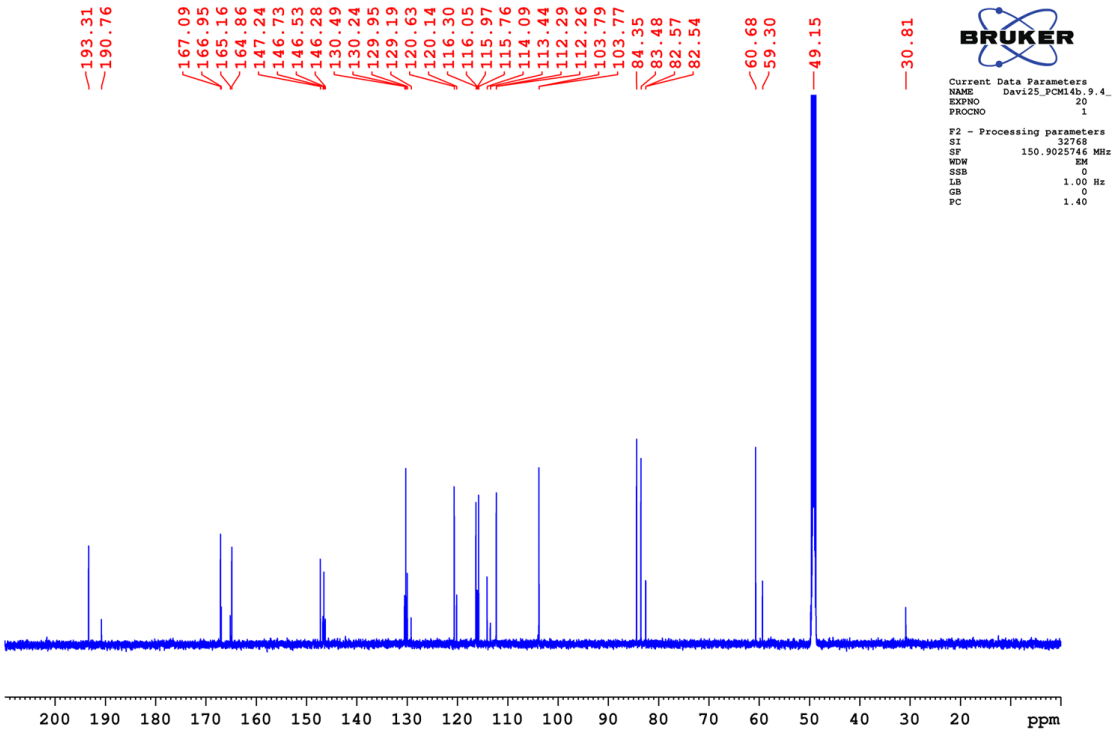


Figura A72. Espectro de RMN ^{13}C (150 MHz, CD_3OD) das substâncias **12a** e **12b**.

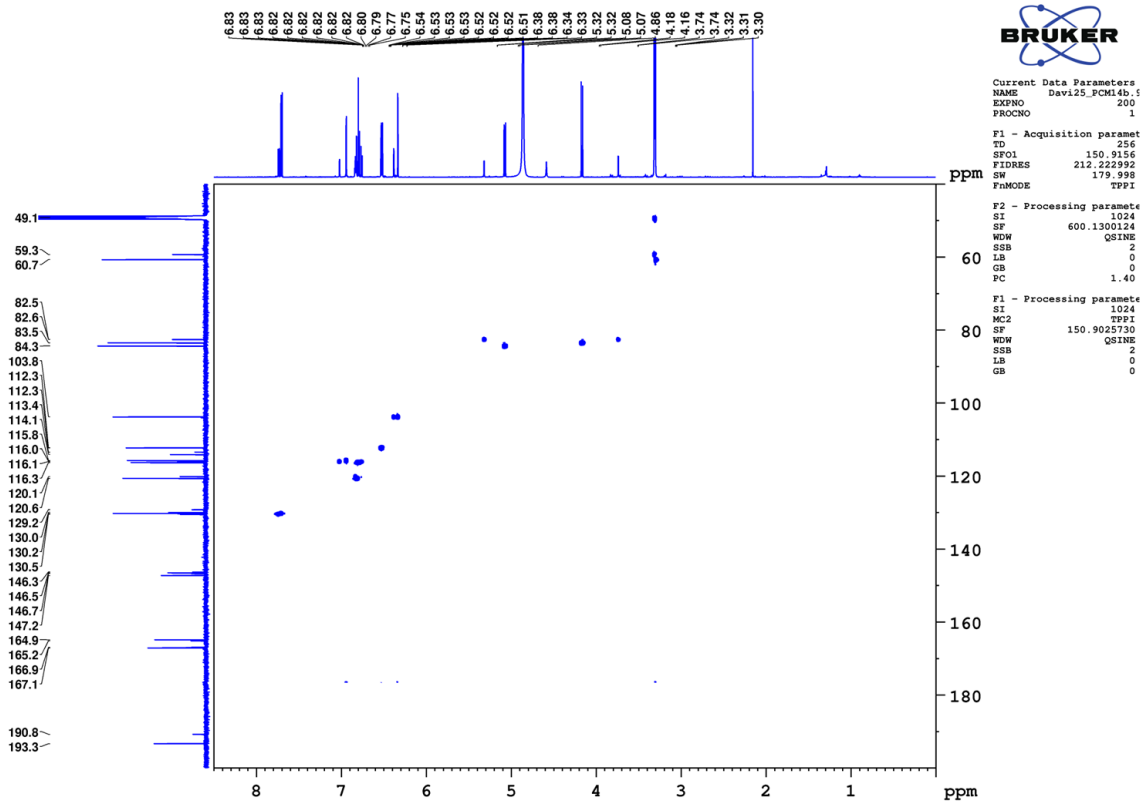


Figura A73. Mapa de contorno HSQC (600/150 MHz; CD_3OD) das substâncias **12a** e **12b**.

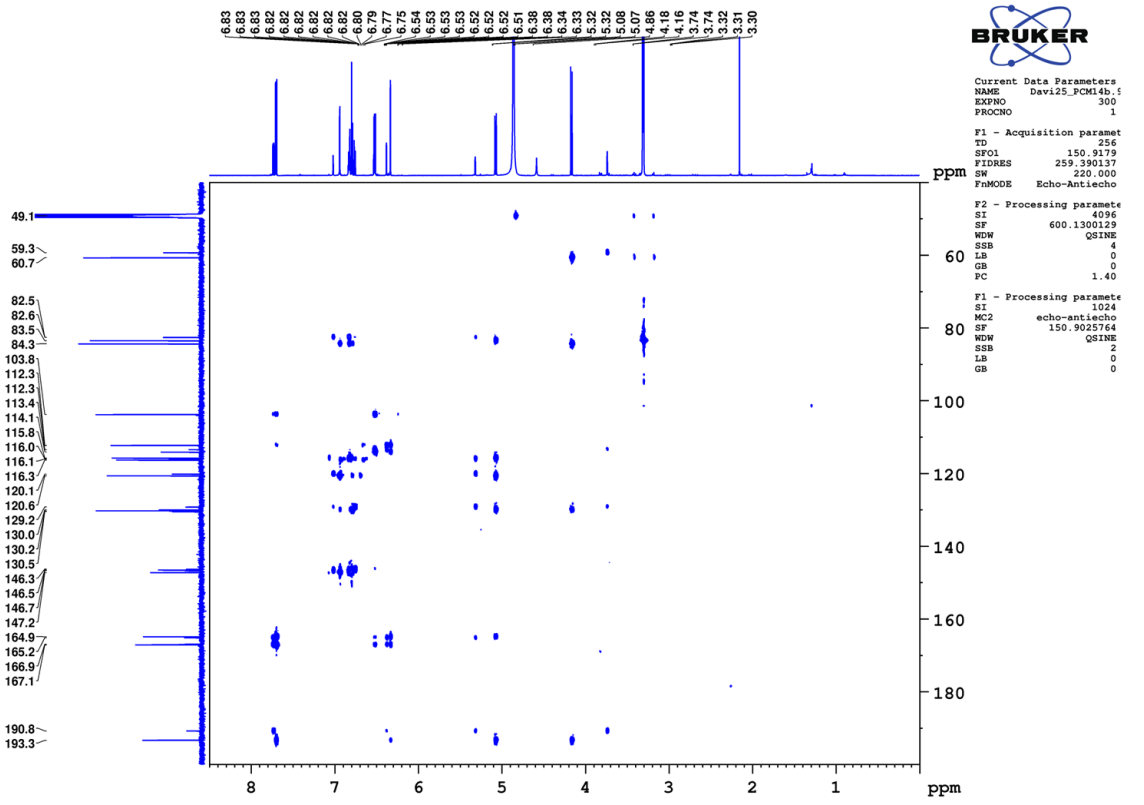


Figura A74. Mapa de contorno HMBC (600/150 MHz; CD_3OD) das substâncias **12a** e **12b**.

- **Substâncias 11 e 14**

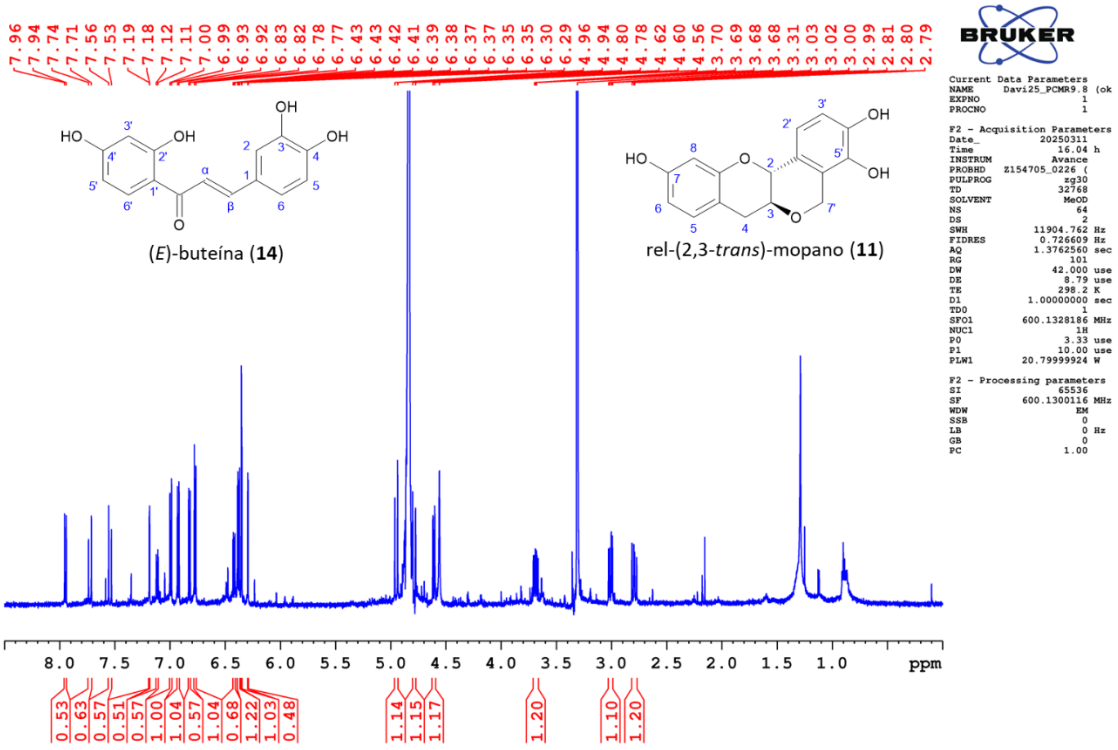


Figura A75. Espectro de RMN ^{1}H (600 MHz, CD_3OD) das substâncias **11** e **14**.

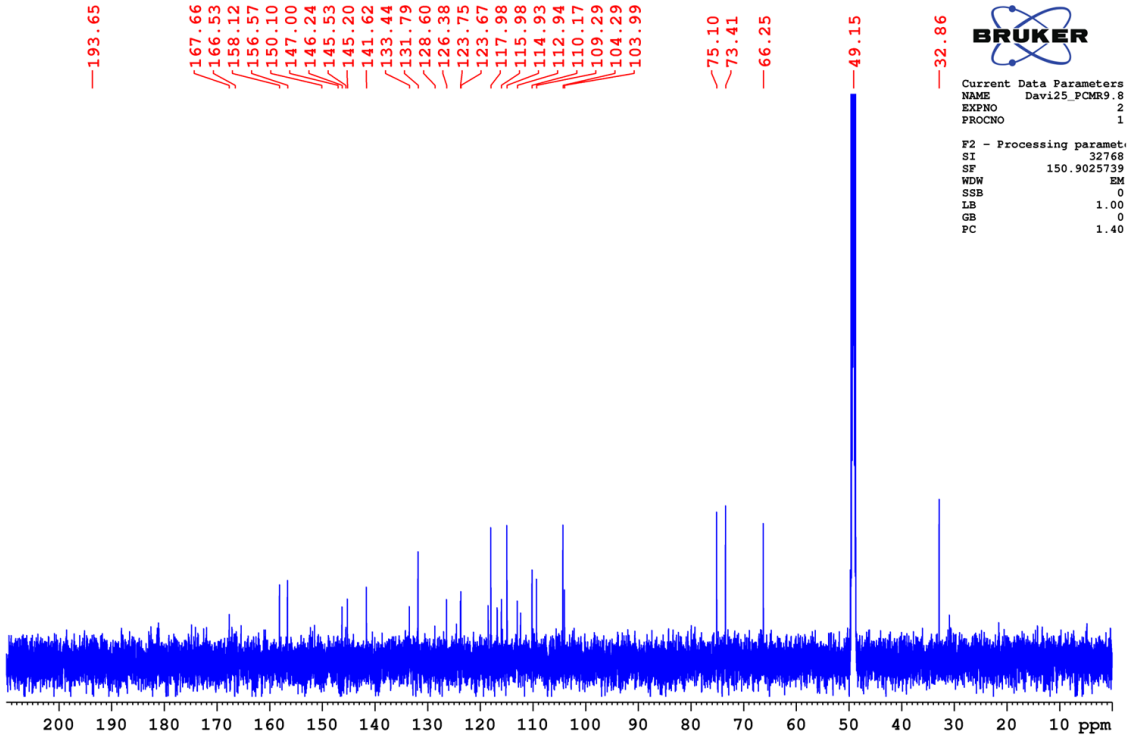


Figura A76. Espectro de RMN ^{13}C (150 MHz, CD_3OD) das substâncias **11** e **14**.

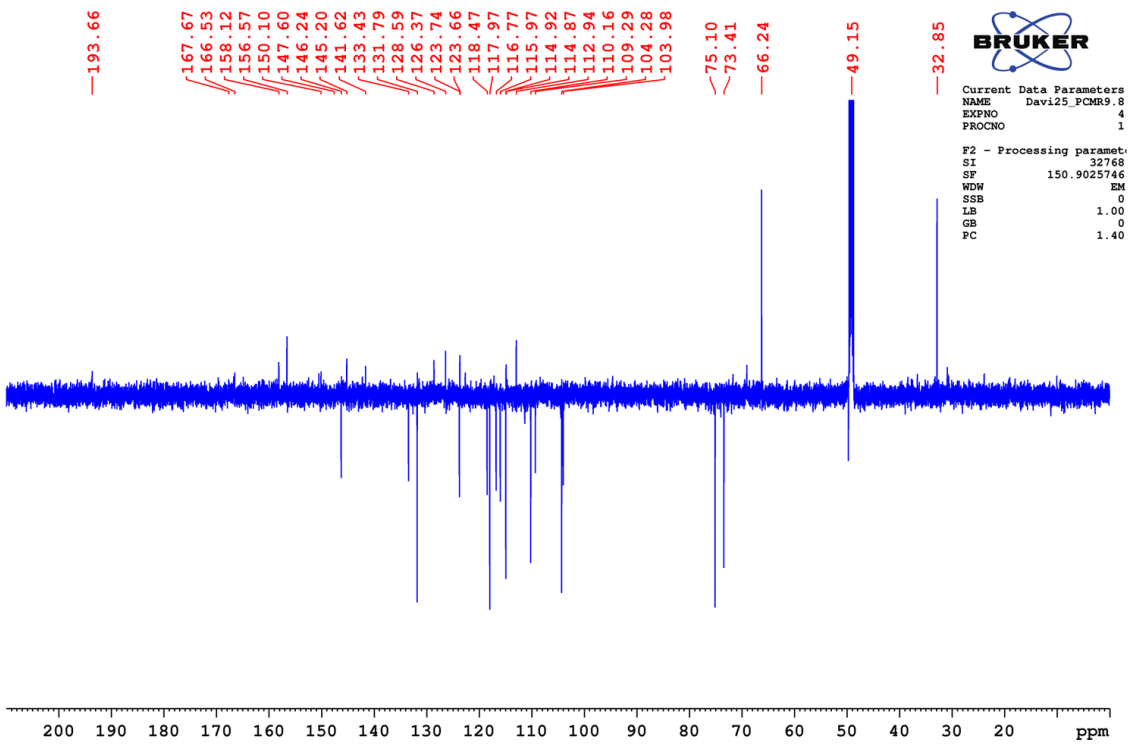


Figura A77. Espectro de DEPTQ (150 MHz; CD_3OD) das substâncias **11** e **14**.

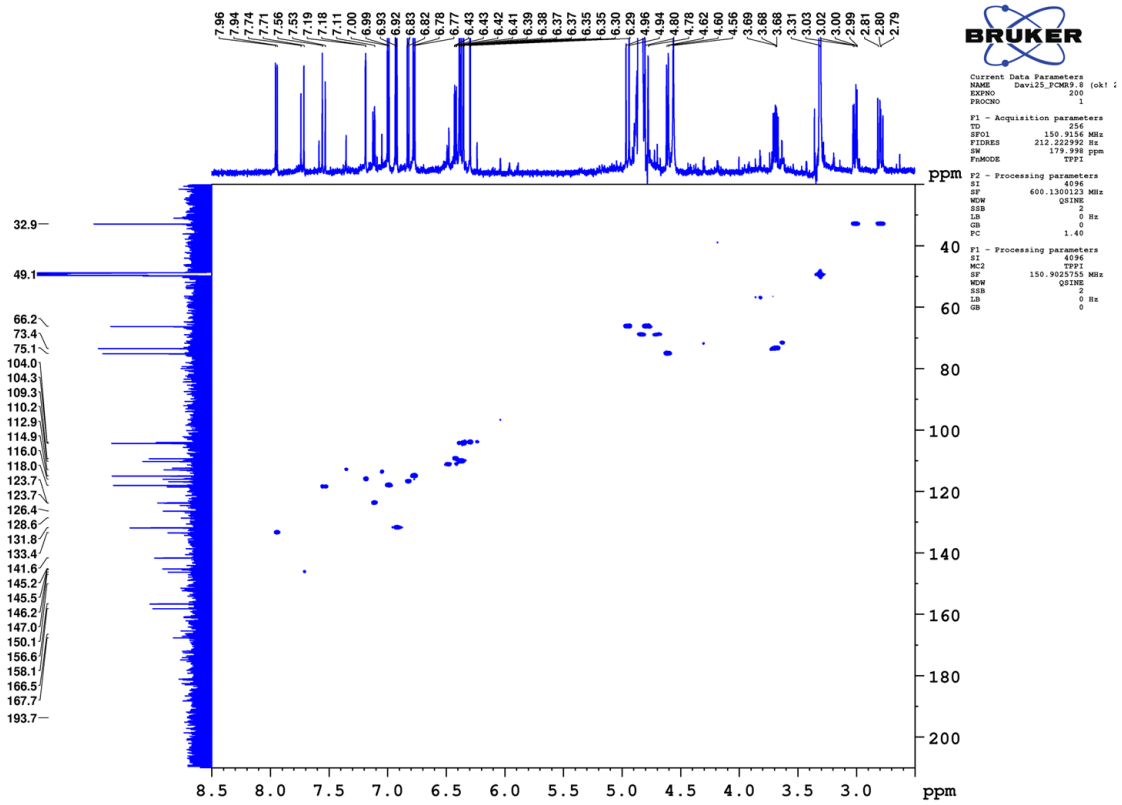


Figura A78. Mapa de contorno HSQC (600/150 MHz; CD_3OD) das substâncias **11** e **14**.

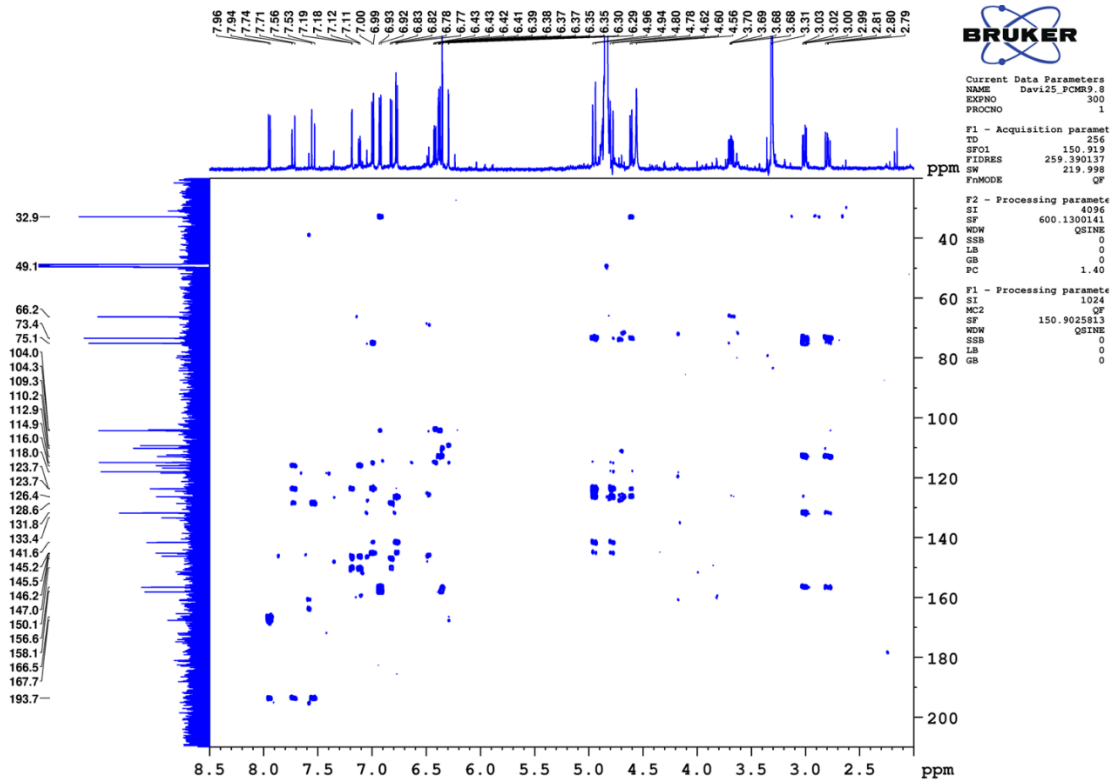


Figura A79. Mapa de contorno HMBC (600/150 MHz; CD_3OD) das substâncias **11** e **14**.

- **Substâncias 15**

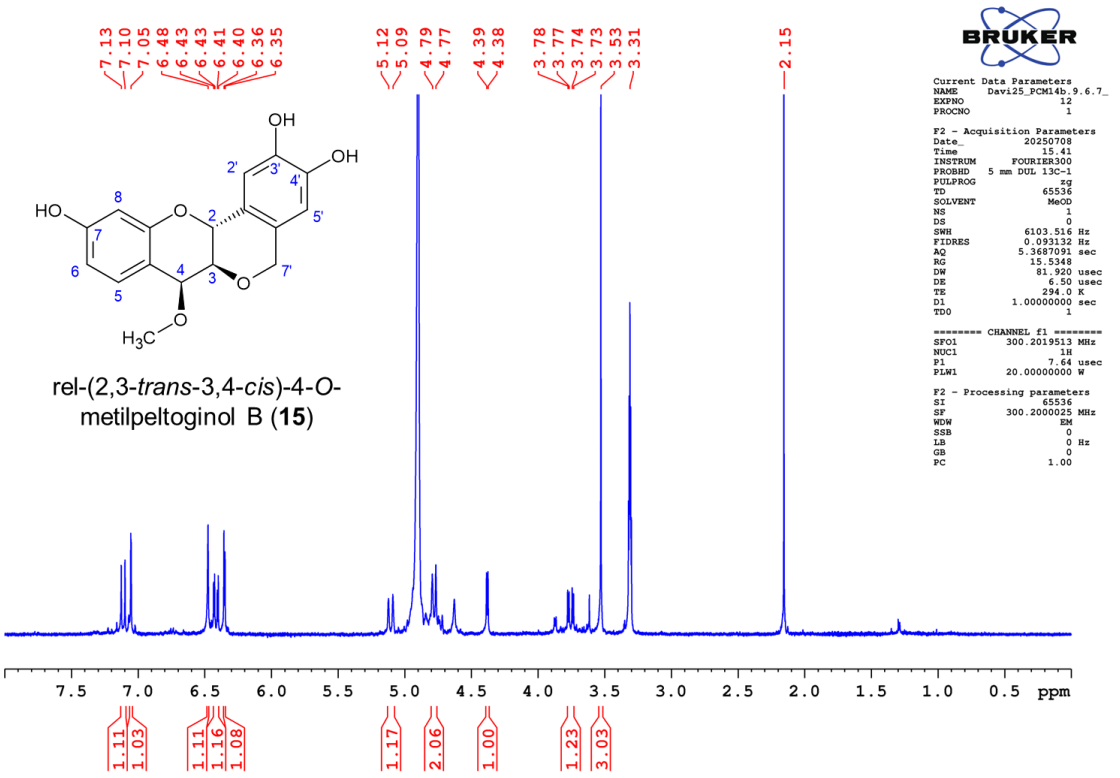


Figura A80. Espectro de RMN ^1H (300 MHz, CD_3OD) da substância **15**.

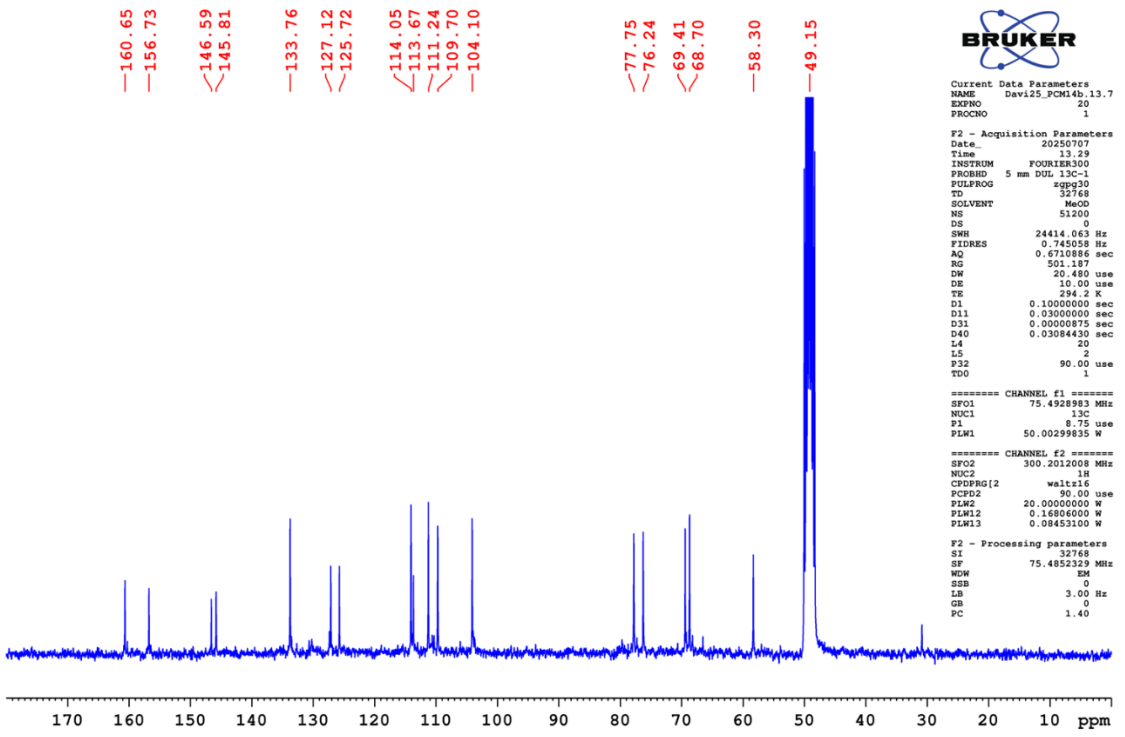


Figura A81. Espectro de RMN ^{13}C (150 MHz, CD_3OD) da substância **15**.

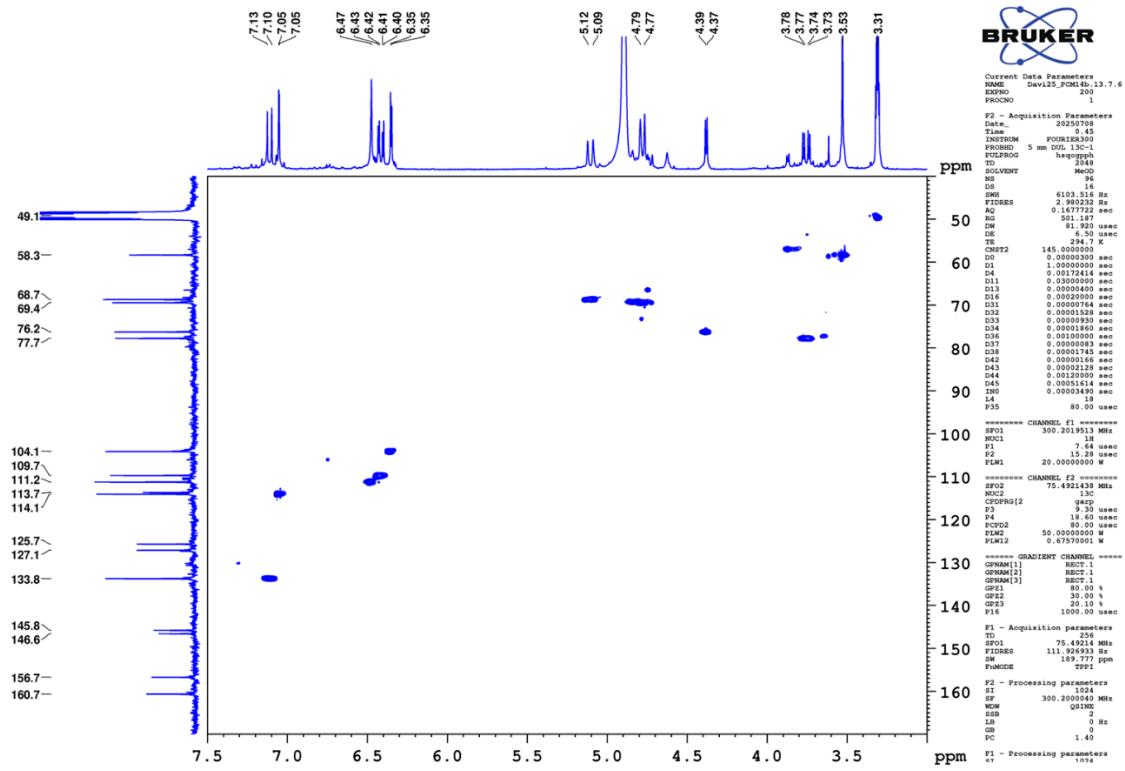


Figura A82. Mapa de contorno HSQC (600/150 MHz; CD_3OD) da substância **15**.

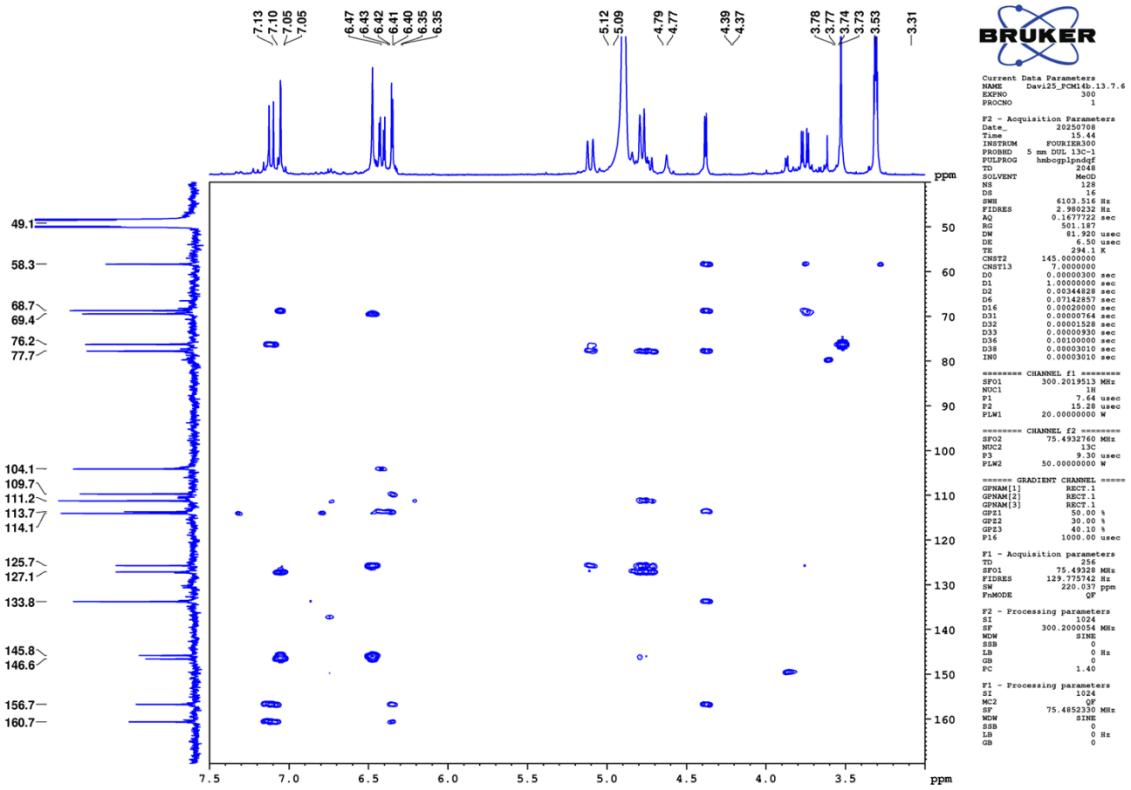


Figura A83. Mapa de contorno HMBC (600/150 MHz; CD_3OD) da substância **15**.