

UNIVERSIDADE FEDERAL DE UBERLÂNDIA
INSTITUTO DE QUÍMICA

RAPHAEL ERNANE MATOS GUIMARÃES

**AVALIAÇÃO DA COMPOSIÇÃO QUÍMICA DO EXTRATO ETANÓLICO DE
PARTES AÉREAS E XILOPÓDIO DE *Mandevilla velame***

UBERLÂNDIA/MG

2025

RAPHAEL ERNANE MATOS GUIMARÃES

**AVALIAÇÃO DA COMPOSIÇÃO QUÍMICA DO EXTRATO ETANÓLICO DE
PARTES AÉREAS E XILOPÓDIO DE *Mandevilla velame***

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado ao curso de Licenciatura em Química da Universidade Federal de Uberlândia como requisito para a obtenção do título de Licenciado em Química.

Orientadora: Profa. Dra. Raquel Maria Ferreira de Sousa

UBERLÂNDIA/MG

2025

AGRADECIMENTOS

Em primeiro lugar, agradeço aos meus pais Fábio e Vanusa, que sempre foram a base de tudo em minha vida. Pelo apoio, pelo carinho em cada gesto e por acreditarem em meu potencial mesmo nos momentos em que eu mesmo tive dúvidas. Foram eles que me ensinaram o valor da dedicação, da honestidade e da perseverança, princípios que carreguei ao longo desta jornada acadêmica.

Aos meus amigos, Andrezza, Ana Carolina, João Paulo e Lorena, que estiveram presentes nos momentos de descontração e nos períodos mais difíceis. Obrigado pela paciência diante das minhas ausências, pela compreensão quando precisei me dedicar integralmente a este trabalho e, sobretudo, pelas palavras de incentivo e pela amizade verdadeira que sempre me motivaram a continuar.

Ao meu namorado Lucas, pela presença constante em todos os momentos, pelo apoio inabalável nos dias difíceis e pela forma como celebra comigo cada conquista. Pelo amor incondicional, pela paciência e por acreditar em mim. Nada disso seria possível sem a tua companhia, incentivo e carinho, que tornou cada etapa dessa caminhada mais leve e especial.

Aos colegas de laboratório Dayane, Diego, Karinne e Yasmin, que dividiram comigo não apenas conhecimentos técnicos, mas também experiências e aprendizados do dia a dia. O trabalho em grupo, as conversas, as risadas e até os momentos de dificuldade se tornaram parte fundamental desta trajetória. Sem essa convivência, este percurso teria sido muito mais árduo e solitário.

Agradeço especialmente à Débora, que me proporcionou não apenas valiosos conhecimentos acadêmicos, mas também importantes aprendizados pessoais. Com ela, compreendi de forma mais profunda o valor da dedicação, da paciência e do esforço. Sempre a terei como uma fonte de inspiração!

Aos professores, deixo minha profunda gratidão por todo o conhecimento compartilhado, pela paciência ao guiar cada etapa da minha formação e pelo exemplo de dedicação à educação e à pesquisa. Cada aula, orientação e conselho foram fundamentais não apenas para a realização deste TCC, mas também para a construção do profissional e da pessoa que estou me tornando. Agradeço especialmente às três professoras, Raquel, Amanda e Viviani, com elas aprendi a ser aluno, professor e pesquisador. Acima de tudo, foi com seus ensinamentos e exemplos que aprendi a valorizar o que significa ser humano.

À FAPEMIG, CAPES e CNPq pelo apoio financeiro ao projeto.

A todos vocês, meu sincero e profundo obrigado!

*“A vida só pode ser compreendida olhando-se para trás; mas só
pode ser vivida olhando-se para frente.”*

(Søren Kierkegaard)

RESUMO

Mandevilla velame (velame-branco), planta nativa do Cerrado, tem sido tradicionalmente utilizada na medicina popular por suas propriedades anti-inflamatórias. Contudo, grande parte das investigações científicas concentra-se em sua estrutura subterrânea lenhosa, o xilopódio, cuja extração acarreta a morte da planta. Com o objetivo de propor alternativas sustentáveis de uso, este estudo avaliou a composição química e a atividade antioxidante dos extratos etanólicos obtidos das partes aéreas e das raízes de *M. velame*, por meio de análises fitoquímicas, espectrofotométricas e cromatográficas (HPLC-ESI-QTOF-MS/MS). A prospecção fitoquímica revelou a presença de compostos fenólicos, flavonoides, taninos, saponinas e açúcares, com maior predominância de fenóis nos extratos etanólicos das partes aéreas. As análises quantitativas indicaram elevados teores de fenóis totais (155,9 mg EAG g⁻¹), flavonoides (14,5 mg EQ g⁻¹) e taninos condensados (32,0 mg EC g⁻¹) nesses extratos, os quais também apresentaram significativa atividade antioxidante, com destaque para os resultados nos ensaios DPPH (CE₅₀ = 4,25 µg mL⁻¹) e FRAP (224,69 µmol Trolox g⁻¹). Em contrapartida, os extratos hexânicos exibiram baixos teores de compostos fenólicos e ausência de atividade antioxidante relevante. A análise por HPLC-ESI-QTOF-MS/MS permitiu a anotação de diversos metabólitos, incluindo ácidos fenólicos (quínico, clorogênico, cafeoilquínico), flavonoides glicosilados (quercetina-3-O-glicuronídeo), taninos (proantocianidina A2) e ácidos graxos. Observou-se maior complexidade e diversidade química nos extratos etanólicos das folhas, reforçando seu potencial farmacológico e sua viabilidade como alternativa sustentável ao uso do xilopódio. Dessa forma, os resultados obtidos apontam para a eficácia dos extratos etanólicos das partes aéreas de *Mandevilla velame* como fontes ricas em compostos bioativos, com propriedades antioxidantes promissoras, além de contribuírem para estratégias de conservação e uso racional da espécie.

PALAVRAS-CHAVE: *Mandevilla velame*, atividade antioxidante, taninos, flavonóides.

ABSTRACT

Mandevilla velame (velame-branco), a plant native to the Cerrado, has traditionally been used in folk medicine for its anti-inflammatory properties. However, most scientific investigations have focused on its underground woody structure, the xylopodium, whose extraction results in the death of the plant. Aiming to propose more sustainable alternatives, this study evaluated the chemical composition and antioxidant activity of ethanolic extracts obtained from the aerial parts and roots of *M. velame*, through phytochemical screening, spectrophotometric assays, and chromatographic analyses (HPLC-ESI-QTOF-MS/MS). Phytochemical screening revealed the presence of phenolic compounds, flavonoids, tannins, saponins, and sugars, with a predominance of phenolics in the ethanolic extracts of the aerial parts. Quantitative analyses indicated high levels of total phenolics (155.9 mg GAE g⁻¹), flavonoids (14.5 mg QE g⁻¹), and condensed tannins (32.0 mg CE g⁻¹) in these extracts, which also exhibited significant antioxidant activity, as demonstrated by DPPH (EC₅₀ = 4.25 µg mL⁻¹) and FRAP (224.69 µmol Trolox g⁻¹) assays. In contrast, hexane extracts showed low levels of phenolic compounds and no relevant antioxidant activity. HPLC-ESI-QTOF-MS/MS analysis enabled the annotation of several metabolites, including phenolic acids (quinic, chlorogenic, and caffeoylquinic acids), glycosylated flavonoids (quercetin-3-O-glucuronide), tannins (proanthocyanidin A2), and fatty acids. A greater chemical complexity and diversity were observed in the ethanolic extracts of the leaves, reinforcing their pharmacological potential and viability as a sustainable alternative to the use of the xylopodium.

Overall, the results highlight the efficacy of ethanolic extracts from the aerial parts of *M. velame* as rich sources of bioactive compounds with promising antioxidant properties, while also supporting conservation strategies and the rational use of the species.

KEYWORDS: *Mandevilla velame*, antioxidant activity, tannins, flavonoids.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1: Imagem das placas CCD: extrato etanólico das folhas (F) e extrato etanólico das raízes (R) aplicados na mesma placa CCD.....	20
Figura 2: Reação do metal molibdênio com o ácido gálico.....	21
Figura 3: Reação do radical DPPH [•] com o ácido gálico.....	22
Figura 4: Redução do Complexo Ferroso ao Férrico.....	23
Figura 5: Complexação da quercetina com AlC ₃	24
Figura 6: Estrutura química do Pentagaloil-glicose.....	25
Figura 7: Estrutura química da Proantocianidina B2.....	25
Figura 8: Reação entre a Vanilina e a Catequina em meio ácido.....	26
Figura 9: Reação entre o KIO ₃ e os grupos fenólicos.....	27
Figura 10: Estrutura dos compostos anotados por HPLC-ESI-QTOF-MS/MS para os extratos etanólicos (EEF: linha vermelha; EER: linha azul; ambos os extratos: linha roxa).....	32

LISTA DE TABELAS

Tabela 1: Prospeção Fitoquímica do extrato etanólico das folhas e raízes de <i>Mandevilla velame</i>	20
Tabela 2: Resultado das análises dos extratos de <i>M. velame</i>	27
Tabela 3: Resultados experimentais reportados na literatura.....	28
Tabela 4: Compostos anotados por HPLC-ESI-QTOF-MS/MS para os extratos etanólicos....	30

LISTA DE ABREVIATURAS

CCD - Cromatografia em Camada Delgada

DPPH - 2,2-difenil-1-picril-hidrazil.

BHT - 2,6-di-*terc*-butil-4-metilfenol

FRAP - Ferric Reducing Antioxidant Power

EEF - Extrato Etanólico das Folhas (partes aéreas)

EER - Extrato Etanólico das Raízes

UV - Luz ultravioleta

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO.....	10
2. REFERENCIAL TEÓRICO.....	11
3. OBJETIVO.....	12
4. MATERIAIS DE MÉTODOS.....	13
4.1 Equipamentos.....	13
4.2 Reagentes.....	13
4.3 Material Vegetal.....	13
4.4 Preparação dos extratos.....	13
4.5 Prospecção fitoquímica.....	14
4.6 Teor de Fenóis Totais.....	15
4.7 Sequestro de Radical Livre DPPH.....	15
4.8 Poder Antioxidante Redutor Férrico – FRAP.....	16
4.9 Teor de Flavonoides Totais.....	17
4.10 Teor de Taninos Totais.....	17
4.11 Análise por cromatografia líquida acoplada à espectrometria de massas.....	18
5. RESULTADOS E DISCUSSÕES.....	19
5.1. Prospecção fitoquímica.....	19
5.2 Teor de Fenóis Totais.....	21
5.3 Sequestro de Radical Livre DPPH.....	22
5.4 Poder Antioxidante Redutor Férrico – FRAP.....	22
5.5 Teor de Flavonoides Totais.....	23
5.6 Teor de Taninos Totais.....	24
5.7 Comparação dos valores obtidos com a literatura.....	27
5.8. Cromatografia líquida de alta eficiência acoplada a espectrometria de massas.....	28
6. CONCLUSÕES.....	33
7. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	35

1. INTRODUÇÃO

A química de produtos naturais tem ganhado destaque pelo avanço científico e pela descoberta de diversas classes de compostos e suas aplicações, tanto no uso popular quanto em setores específicos da indústria. O Brasil se sobressai nesse cenário devido à sua vasta biodiversidade (Berlinck et al. 2017).

Assim como outros organismos, as plantas passam por processos de produção e degradação de componentes químicos essenciais ao seu desenvolvimento, organizados em dois grupos: metabolismo primário e metabolismo secundário. O metabolismo primário gera compostos vitais, como açúcares, aminoácidos, ácidos graxos e macromoléculas, além de realizar fotossíntese, respiração celular e absorção de nutrientes, já o metabolismo secundário produz substâncias que favorecem a sobrevivência e adaptação ao ambiente (Steffens, 2010).

Esses processos ocorrem por meio de rotas bioquímicas, sequências de reações catalisadas por enzimas que, a partir de poucas moléculas iniciais, originam uma ampla variedade de produtos, essenciais à proteção e ao funcionamento da planta.

Além de desempenharem funções biológicas essenciais para a planta, muitas dessas substâncias podem ser exploradas externamente, evidenciando a relevância da química de produtos naturais. Entre suas principais aplicações destacam-se a atividade antioxidante, cada vez mais importante frente aos danos causados por radicais livres e pelo estresse oxidativo no organismo, e a atividade anti-inflamatória, capaz de reverter, reduzir, inibir ou controlar processos inflamatórios desencadeados por agentes internos ou externos.

A utilização de plantas como fonte de compostos bioativos, embora seja de grande importância para a química de produtos naturais, pode, em muitos casos, comprometer a sobrevivência da própria espécie. Isso ocorre porque a extração frequentemente envolve partes essenciais para sua manutenção e crescimento, como folhas, cascas e raízes, cuja remoção pode interromper processos fisiológicos vitais. Essa prática suscita preocupações ambientais significativas, uma vez que a coleta indiscriminada pode levar à redução populacional de determinadas espécies, afetar a regeneração natural e provocar desequilíbrios nos ecossistemas. Assim, torna-se fundamental considerar estratégias de manejo sustentável e métodos alternativos de obtenção desses compostos, de modo a minimizar impactos negativos sobre a biodiversidade.

Nesse contexto a espécie *Mandevilla velame* já vem sendo estudada devido às suas propriedades anti-inflamatórias e à sua composição fitoquímica. No entanto, a maioria dos estudos concentra-se no xilopódio. O xilopódio é uma estrutura subterrânea lenhosa, geralmente localizada na região de transição entre o caule e as raízes. Apesar de se assemelhar às raízes em

aparência, trata-se de um órgão especializado, formado pelo espessamento do sistema radicular ou do colo da planta. Seu desenvolvimento está intimamente relacionado às condições ambientais em que a espécie se encontra (Duque et al 1980).

Em regiões áridas, semiáridas ou sujeitas a longos períodos de seca como o Cerrado e outros biomas de clima sazonal, o xilopódio desempenha um papel essencial na adaptação e sobrevivência vegetal. Ele atua como um reservatório natural de água, carboidratos e outros nutrientes, permitindo que a planta suporte períodos de estiagem e rebrota após distúrbios, como queimadas, geadas ou corte da parte aérea (Duque et al 1980).

Segundo Ribeiro et al. (2019), os extratos obtidos dos xilopódios revelaram a presença de diversas classes de metabólitos secundários, como flavonoides, compostos fenólicos, triterpenoides pentacíclicos, saponinas, cumarinas, catequinas, taninos catéquicos, alcaloides e ácidos orgânicos. Ademais, as análises indicaram baixa toxicidade desses compostos, o que os torna candidatos promissores para o desenvolvimento de fitoterápicos voltados ao tratamento de doenças inflamatórias e crônicas.

Considerando o uso da espécie, especialmente em virtude da extração de suas raízes para fins terapêuticos, observa-se uma pressão crescente sobre os ecossistemas naturais onde ocorre, contribuindo para o seu desmatamento. Como a retirada do xilopódio implica na morte da planta, torna-se viável investigar alternativas mais sustentáveis.

2. REFERENCIAL TEÓRICO

A espécie *Mandevilla velame*, popularmente conhecida como velame-branco, pertence à família Apocynaceae e é nativa de regiões de savana, onde se desenvolve preferencialmente em campos abertos e áreas rochosas. Sua floração ocorre entre a primavera e o verão, destacando-se como elemento ornamental natural desses biomas (Ezcurra, 2025). O gênero *Mandevilla* estão amplamente distribuídos pelas Américas, com registros notáveis no México, Brasil e Argentina (Koschnitzke, 2024).

No Brasil, *Mandevilla velame* é frequentemente associada a áreas típicas do Cerrado, apresentando características morfológicas marcantes (Gomes, 2008). De acordo com Ezcurra (2025), suas folhas possuem formato elíptico a oblongo-ovado, coloração uniforme e são recobertas por densa pilosidade branca, tornando-se mais suave na face adaxial (superior) e mais intensa na face abaxial (inferior). Essa coloração esbranquiçada em ambas as faces constitui um traço morfológico distintivo, o qual facilita a diferenciação da espécie em relação a outras morfologicamente semelhantes. Em indivíduos mais maduros, observa-se uma redução dessa lanugem na face superior, o que pode levar à confusão com *Mandevilla longiflora*, devido

à semelhança no porte, folhas e flores. Além disso, *M. velame* é caracterizada como um subarbusto, com altura variando entre 20 e 80 cm (De Almeida, 2017).

Segundo Rodrigues e Carvalho (2001), o uso medicinal das raízes é uma prática tradicional que remonta a muitos anos, sendo comumente preparadas na forma de chás ou infusões, com o objetivo de promover alívio ou auxiliar na recuperação de danos internos ao organismo. Dentro desse contexto etnofarmacológico, *M. velame* destaca-se como uma espécie de ampla aceitação popular, inserindo-se entre as plantas mais utilizadas em comunidades tradicionais. O chá preparado a partir de suas raízes é empregado no tratamento de diferentes enfermidades, incluindo gripes, febres e hemorragias, além de ser referido como, antirreumático e adjuvante no tratamento de úlceras pépticas. Essa diversidade de usos atribuídos à planta evidencia não apenas seu potencial terapêutico, mas também o valor cultural associado à transmissão de conhecimentos populares relacionados ao seu emprego medicinal.

Dentro desse contexto, a espécie *Mandevilla velame* tem despertado interesse científico em função de suas propriedades anti-inflamatórias e de sua rica composição fitoquímica. Entretanto, a maior parte das investigações concentra-se no xilopódio, estrutura subterrânea semelhante às raízes. De acordo com Ribeiro et al. (2019), extratos obtidos dessa estrutura revelaram a presença de diferentes classes de metabólitos secundários, incluindo flavonoides, compostos fenólicos, triterpenoides pentacíclicos, saponinas, cumarinas, catequinas, taninos catéquicos, alcaloides e ácidos orgânicos. Além disso, os estudos apontaram baixa toxicidade desses constituintes, reforçando seu potencial como candidatos promissores ao desenvolvimento de fitoterápicos destinados ao manejo de doenças inflamatórias e crônicas.

Outra planta do mesmo gênero estudada, *Mandevilla Lindl.*, diferentes preparações extrativas têm revelado a presença de variados metabólitos secundários, incluindo glicosídeos, flavonoides, esteroides e carboidratos. Entre os extratos avaliados em modelos experimentais de asma, o obtido em metanol, sugerindo que seus constituintes possuem maior relevância farmacológica (Kumar, 2005)

Himatanthus drasticus, planta da mesma família evidenciaram a presença de diferentes classes de metabólitos secundários, entre elas alcaloides e taninos, compostos reconhecidos por sua possível atividade em sistemas biológicos e farmacológicos. Além disso, foram detectadas cumarinas, associadas a efeitos antimicrobianos, anti-inflamatórios, antivirais e antioxidantes. As análises também indicaram a ocorrência de saponinas, destacadas por seu potencial antifúngico e por contribuírem na redução dos níveis de colesterol (Luz et al, 2014).

3. OBJETIVO

O presente trabalho tem como objetivo avaliar a composição química e a atividade antioxidante dos extratos etanólicos das partes aéreas e das raízes de *Mandevilla velame*. A proposta visa, além da avaliação da eficácia terapêutica, analisar a viabilidade do uso sustentável dessas estruturas vegetais, com vistas à conservação da espécie e ao desenvolvimento de produtos naturais com potencial farmacológico.

4. MATERIAIS DE MÉTODOS

4.1 Equipamentos

- Balança analítica SHIMADZU modelo ATX224;
- Balança de luz infravermelho para determinação da umidade Quimis modelo Kett FD600;
- Lavadora ultrassônica UNIQUE modelo USC 750;
- Evaporador rotativo IKA RV 10 basic;
- Bomba de vácuo Primatec modelo 131;
- Placas para cromatografia em camada delgada (CCD) pré-revestidas ALUGRAM Xtra SIL G/UV254;
- Cabine de análise de fluorescência Spectroline modelo CM-10;
- Lâmpada ultravioleta Spectroline modelo ENF-240C/FE;
- Incubadora B.O.D. Nova Ética modelo 411/FDP 155L.

4.2 Reagentes

Os reagentes químicos de grau analítico utilizados foram: metanol, etanol, ácido acético glacial, ácido sulfúrico concentrado, hexano e acetato de etila.

4.3 Material Vegetal

As partes aéreas de *Mandevilla velame* (velame-branco) foram coletadas na Fazenda Córrego do Cedro, localizada na região da Mumbuca (coordenadas geográficas: 18°14'22"S, 47°30'19"W; altitude: 773 m), no município de Abadia dos Dourados, estado de Minas Gerais, Brasil. A identificação botânica foi realizada pelo professor Eber Moreira de Alcântara, e o material foi depositado no herbário da UFU, sob o número de registro HUFU 85230. O projeto também foi cadastrado na plataforma SisGen (Sistema Nacional de Gestão do Patrimônio Genético e do Conhecimento Tradicional Associado) número A375120.

4.4 Preparação dos extratos

As partes aéreas e raízes foram secas em uma estufa, trituradas e submetidas à extração por maceração com solvente hexano que foi filtrado e removido em evaporador rotatório a vácuo após 48 horas (5 repetições), obtendo o extrato hexânico. Posteriormente, o resíduo vegetal proveniente da extração com hexano foi submetido ao mesmo processo de maceração com etanol, seguindo os mesmos parâmetros, para obtenção do extrato etanólico.

Por fim, o solvente residual foi removido por meio de um evaporador rotatório. Em seguida, os extratos foram congelados e submetidos à liofilização, a fim de eliminar possíveis traços de água ainda presentes.

4.5 Prospecção fitoquímica

Inicialmente foram preparadas soluções dos extratos etanólicos com concentração de 3 mg/mL em metanol e aplicados nas placas de cromatografia de camada delgada (CCD) da marca SysCroma com o auxílio de um capilar. A fase móvel utilizada para os extratos foi composta por acetato de etila e metanol (7:3, v/v).

A preparação dos reagentes reveladores empregados na cromatografia em camada delgada (CCD) seguiu o protocolo de Wagner e Bladt (1996) e Illuri (2019), com adaptações.

- Anisaldeído-ácido sulfúrico (terpenos, esteroides, açúcares e fenóis): solução de anisaldeído 5% em ácido acético glacial, acrescida de 85 mL de metanol e 5 mL de ácido sulfúrico concentrado. Após pulverização, a placa foi aquecida a 100 °C por 10 min.
- Liebermann-Burchard (terpenos e esteroides): mistura de 5 mL de anidrido acético e 5 mL de ácido sulfúrico concentrado em 50 mL de etanol absoluto, sob banho de gelo. As placas foram borrifadas, aquecidas por 10 min e examinadas sob luz UV (365 nm).
- Vanilina (terpenos, taninos, flavonoides e saponinas): solução A (vanilina 1% em etanol) e solução B (H₂SO₄ 5% em metanol). Aplicadas sucessivamente e aquecidas a 100 °C por 10 min.
- Dragendorff (alcaloides): solução A (0,85 g de nitrato de bismuto em ácido acético glacial + água aquecida) e solução B (8 g de iodeto de potássio em 30 mL de água). A solução estoque foi obtida em partes iguais de A e B; o revelador final preparado com 1 mL da solução estoque, 2 mL de ácido acético glacial e 10 mL de água.
- NP/PEG (flavonoides): solução A (NP 1% em metanol) e solução B (PEG 4000 a 5% em etanol). Misturaram-se 10 mL da solução A com 8 mL da solução B. Após aplicação, as placas foram observadas em UV (365 nm).

- KOH – hidróxido de potássio (Antraquinonas e Antronas): Preparou-se uma solução de 10% de hidróxido de potássio. Após aplicação, as placas foram observadas em 254 nm.
- $\text{Ce}(\text{SO}_4)_3$ – sulfato cérico (Terpenos, esteroides, açúcares, fenóis e flavonóides): Inicialmente, foi preparada uma solução aquosa de sulfato cérico (IV) a 10% e outra de ácido sulfúrico a 15%. Em seguida, ambas foram misturadas para obtenção do revelador.
- FeCl_3 (Taninos): Foi preparada uma solução de cloreto férrico (III) a 1% (m/v) em metanol aquoso a 50%. Após aplicação, as placas foram observadas sob luz visível para detecção de compostos fenólicos.

4.6 Teor de Fenóis Totais

Teor de fenóis totais foi realizado pelo método do Folin-Ciocalteu de acordo com Quaresma et al. (2020). Em um tubo de ensaio, foi adicionado 0,5 mL de solução em metanol do extrato na concentração de 500 $\mu\text{g/mL}$ dos extratos etanólicos, em seguida, 2,5 mL de solução aquosa do reagente Folin-Ciocalteu 10% (v v^{-1}) e 2,0 mL de uma solução de carbonato de sódio 7,5% (m v^{-1}). Importante ressaltar que a adição dos componentes químicos deve ser feita nesta ordem. Para preparo do branco, foi feito o mesmo procedimento utilizando 0,5 mL de metanol. A análise foi realizada em triplicata. Os tubos foram mantidos em banho a 50 °C por 5 minutos.

Uma curva analítica foi construída através da solução metanólica de ácido gálico, utilizado como referência. Variou-se a concentração da solução trabalho de 5 a 60 $\mu\text{g mL}^{-1}$, reagindo com as soluções aquosas de Folin-Ciocalteu e carbonato de sódio. Os tubos foram novamente mantidos em banho a 50 °C por 5 minutos. A absorbância da mistura foi medida em 760 nm, através do espectrofotômetro.

4.7 Sequestro de Radical Livre DPPH

A análise de sequestro de radical livre foi realizada de acordo com Quaresma et al. (2020) pelo composto DPPH (1,1-difenil-2-picrilhidrazil) para medir a capacidade do extrato de neutralizar radicais livres. Foi preparada uma solução metanólica de DPPH com a concentração de 38 $\mu\text{g mL}^{-1}$. A solução foi diluída até atingir a absorbância de aproximadamente 0,99. As soluções dos extratos, foram preparadas em metanol nas concentrações de 500 a 40 $\mu\text{g mL}^{-1}$ para os extratos. O controle foi realizado substituindo o extrato por metanol e para o branco, substituindo o DPPH por metanol.

Foram adicionados 0,2 mL das soluções dos extratos e 2,8 mL de DPPH em tubos de ensaio, que foram mantidos em repouso no escuro por 1 hora, em temperatura ambiente. Em seguida, as absorbâncias das amostras foram medidas em 517 nm no espectrofotômetro.

A porcentagem de atividade antioxidante está relacionada a porcentagem de DPPH que foi sequestrado, logo o cálculo é feito a partir da Equação 1:

$$AA = DPPH \text{ sequestrado (\%)} = \frac{(Abs \text{ controle} - (Abs \text{ amostra} - Abs \text{ branco}))}{Abs \text{ controle}} \times 100$$

em que *Abs controle*, *Abs amostra* e *Abs branco* são, respectivamente, absorbância inicial da solução metanólica de DPPH, absorbância da mistura reacional (amostra + DPPH) após 1 hora de reação e absorbância da amostra em metanol. As concentrações eficientes (CE50), representam a concentração de amostra necessária para sequestrar 50% dos radicais livres do DPPH, que foram calculadas através da regressão linear da curva analítica do gráfico da porcentagem de DPPH sequestrado após 1 hora de reação versus as concentrações dos extratos.

4.8 Poder Antioxidante Redutor Férrico – FRAP

A análise de Poder Antioxidante Redutor Férrico foi realizada de acordo com Malta e Liu (2014) utilizando TROLOX (6-Hidroxi-2,5,7,8-tetrametilchroman-2-ácido carboxílico) como referência para medir a capacidade redutora do extrato, onde ocorre a redução do complexo férrico para o complexo ferroso.

Para a formação do composto FRAP, foi preciso preparar 4 soluções iniciais. Uma solução de ácido clorídrico 40mm, com 0,334 mL de ácido clorídrico em 100 mL de água destilada, outra solução com 0,078g de TPTZ (2,4,6-Tri(2-piridil)-s-triazina) em 25 mL da solução de ácido clorídrico preparada anteriormente. Logo após, uma solução com 0,0539g de cloreto férrico foi preparada em 100 mL de água destilada. E finalmente, uma solução tampão com 0,7757g de acetato de sódio, 4 mL de ácido acético glacial e 250 mL de água destilada.

Após isso, foram misturadas 200 mL da solução tampão, 20 mL da solução de TPTZ e 20 mL da solução de cloreto férrico e aquecido por 30 minutos a 37°C.

Uma curva analítica foi construída através da solução metanólica de TROLOX, utilizado como referência. Variou-se a concentração da solução trabalho de 25 a 480 µg mL⁻¹, reagindo com a solução de FRAP preparada anteriormente. Os tubos foram mantidos no escuro por 10 minutos. A absorbância da mistura foi medida em 593 nm, através do espectrofotômetro.

Para a análise dos extratos, em um tubo de ensaio, foi adicionado 0,15 mL de solução em metanol do extrato na concentração de $500 \mu\text{g mL}^{-1}$, em seguida, 2,85 mL da solução FRAP. Para preparo do branco, foi feito o mesmo procedimento substituindo os 0,15 mL do extrato por metanol. A análise foi realizada em triplicata. Os tubos foram mantidos por 10 minutos no escuro e em seguida, as absorbâncias das amostras foram medidas em 593 nm no espectrofotômetro.

4.9 Teor de Flavonoides Totais

Para medir o teor de flavonoides totais foi realizado de acordo com Quaresma et al. (2020), inicialmente foram preparados uma solução de cloreto de alumínio 5%, onde 12,5g de cloreto de alumínio foi diluído em 250 mL de metanol e outra solução trabalho de $250 \mu\text{g/mL}$ de quercetina, onde 0,00625g foi diluído em 25 mL de metanol.

Em seguida, uma curva analítica foi construída através da solução metanólica de quercetina, utilizado como referência. Variou-se a concentração da solução trabalho reagindo com a solução metanólica de cloreto de alumínio, onde adicionou-se ao tubo de ensaio 2,0 mL da solução de quercetina e 3,0 mL da solução de cloreto de alumínio. Para o branco, a solução de quercetina foi substituída por 2,0 mL de metanol. Os tubos foram mantidos em temperatura ambiente por 30 minutos. A absorbância da mistura foi medida em 425 nm, através do espectrofotômetro.

Para a análise dos extratos, foram transferidos 2,0 mL da solução metanólica do extrato para tubos de ensaio, nas concentrações de $500 \mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$. Em seguida, foram adicionados 3,0 mL da solução de cloreto de alumínio a cada tubo. O branco foi preparado utilizando o mesmo procedimento, substituindo os 2,0 mL da solução do extrato por metanol puro. As amostras foram mantidas em temperatura ambiente por 30 minutos, e as análises foram realizadas em triplicata. A absorbância das misturas foi medida a 425 nm utilizando um espectrofotômetro.

4.10 Teor de Taninos Totais

Foram conduzidas duas análises específicas para a caracterização de taninos. Considerando a diversidade estrutural desses compostos, tornou-se necessário proceder à sua separação, de modo a permitir uma identificação mais precisa. Dessa forma, foram avaliados dois principais grupos: taninos hidrolisáveis e taninos condensados.

A análise de taninos condensados (também conhecido por proantocianidinas) foi analisada de acordo com Quaresma et al. (2020) através de uma curva analítica de catequina. Para o preparo da curva, inicialmente preparou-se uma solução de ácido sulfúrico 70% em

banho de gelo, onde diluiu-se 350 mL de ácido em 150 mL de água destilada. Com essa solução, 2,5g de vanilina foi diluída para o preparo de uma solução de vanilina 5%.

Finalmente, uma solução trabalho metanólica de catequina 250 $\mu\text{g/mL}$ foi preparada, diluindo-se 0,00625g em metanol que foi utilizada para a preparação da curva, variou-se sua concentração reagindo com a solução ácida de vanilina. No tubo de ensaio, foi reagido 2,0 mL da solução de catequina com 3,0 mL da solução de vanilina. Para o branco, substituiu-se a solução de catequina por 2,0 mL de metanol. Os tubos foram mantidos em banho maria a 50°C por 15 minutos. A absorbância da mistura foi medida em 500 nm, através do espectrofotômetro.

Para a análise dos extratos, foram transferidos 2,0 mL da solução metanólica do extrato, na concentração de 250 $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$. Em seguida, foram adicionados 3,0 mL da solução de vanilina a cada tubo. O branco foi preparado utilizando o mesmo procedimento, substituindo os 2,0 mL da solução do extrato por metanol. Os tubos foram então mantidos em banho-maria a 50 °C por 15 minutos. Após esse período, a absorbância das soluções foi medida a 500 nm, utilizando um espectrofotômetro.

Já a análise de taninos hidrolisáveis foi realizada de acordo com Willis e Allen (1998) utilizando uma curva analítica de ácido tânico. Para o preparo da curva, foi inicialmente preparada uma solução de acetona a 70%, diluindo-se 70 mL de acetona em 30 mL de água destilada. Em seguida, foi preparada uma solução-mãe de ácido tânico a 3000 $\mu\text{g mL}^{-1}$, dissolvendo-se 0,15 g de ácido tânico na solução de acetona previamente preparada.

A partir dessa solução, foram preparadas alíquotas com concentrações variando de 500 a 3000 $\mu\text{g mL}^{-1}$, as quais foram reagidas com 5,0 mL de solução de iodato de potássio (KIO_3) a 2,5%, preparada pela diluição de 6,25 g de KIO_3 em 250 mL de água destilada. Para cada ponto da curva, 1,0 mL da solução de ácido tânico foi adicionado à solução de KIO_3 . O branco foi preparado substituindo-se o ácido tânico por 1,0 mL da solução de acetona 70%. As misturas foram mantidas em repouso por 15 minutos, e as leituras de absorbância foram realizadas a 550 nm, utilizando um espectrofotômetro.

Para a análise dos extratos, foram transferidos 1,0 mL da solução metanólica do extrato, na concentração de 1000 $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$, para tubos de ensaio. A cada tubo, adicionaram-se 5,0 mL da solução de KIO_3 a 2,5%. O branco foi preparado utilizando o mesmo procedimento, substituindo os 1,0 mL da solução do extrato por metanol. Após 15 minutos de repouso, a absorbância foi medida a 550 nm no espectrofotômetro.

4.11 Análise por cromatografia líquida acoplada à espectrometria de massas

As amostras foram analisadas por cromatografia líquida de alta eficiência acoplada à espectrometria de massas em tandem com ionização por eletrospray (HPLC-ESI-QTOF-MS/MS). Para a preparação, os extratos foram dissolvidos em metanol grau espectroscópico na concentração de $5 \text{ mg} \cdot \text{mL}^{-1}$, filtrados em membranas de nylon com porosidade de $0,22 \text{ } \mu\text{m}$ e, em seguida, injetados em um sistema cromatográfico Agilent Infinity 1260, acoplado a um espectrômetro de massas de alta resolução do tipo Q-TOF (Agilent 6520 B), equipado com fonte de ionização por eletrospray (ESI).

A separação cromatográfica foi realizada em uma coluna Agilent InfinityLab Poroshell HPH-C18 ($2,1 \times 50 \text{ mm}$, $2,7 \text{ } \mu\text{m}$), mantida à temperatura de $30 \text{ }^\circ\text{C}$. Utilizou-se como fase móvel uma solução de água com $0,1\%$ (v/v) de ácido fórmico (fase A) e metanol (fase B), em um sistema de gradiente que se iniciou com 10% de fase B (tempo 0), alcançando 98% entre 0 e 15 minutos e 100% entre 15 e 17 minutos, com fluxo constante de $400 \text{ } \mu\text{L} \cdot \text{min}^{-1}$.

Os parâmetros de ionização incluíram: pressão do nebulizador de 58 psi, fluxo de gás de secagem de $8 \text{ L} \cdot \text{min}^{-1}$ a $220 \text{ }^\circ\text{C}$ e voltagem capilar ajustada em 4,5 kV. As análises MS/MS foram realizadas com energias de colisão escalonadas entre 5 e 30 eV (5, 10, 15, 20, 25 e 30 eV).

O processamento dos dados foi conduzido no software MassHunter®, responsável pela sugestão de fórmulas moleculares com base nos valores de razão massa/carga (m/z). A identificação dos compostos foi realizada considerando os valores de m/z com alta resolução (erro inferior a 10 ppm), interpretação dos íons fragmentados e comparação com dados da literatura. Complementarmente, foram utilizados bancos de dados especializados, como PubChem, HMDB e Metabolomics WorkBench, para auxiliar na anotação dos metabólitos detectados.

As análises foram realizadas com apoio técnico do Laboratório de Nanobiotecnologia Prof. Dr. Luiz Ricardo Goulart Filho, Universidade Federal de Uberlândia, Campus Umuarama.

5. RESULTADOS E DISCUSSÕES

5.1 Prospecção fitoquímica

Conforme apresentados nas Tabela 1 e 2, a prospecção fitoquímica dos extratos etanólicos indicou a presença de polifenóis, antranas, cumarinas, saponinas, açúcares, taninos e flavonoides nos extratos obtidos das folhas e raízes, com variações específicas conforme o

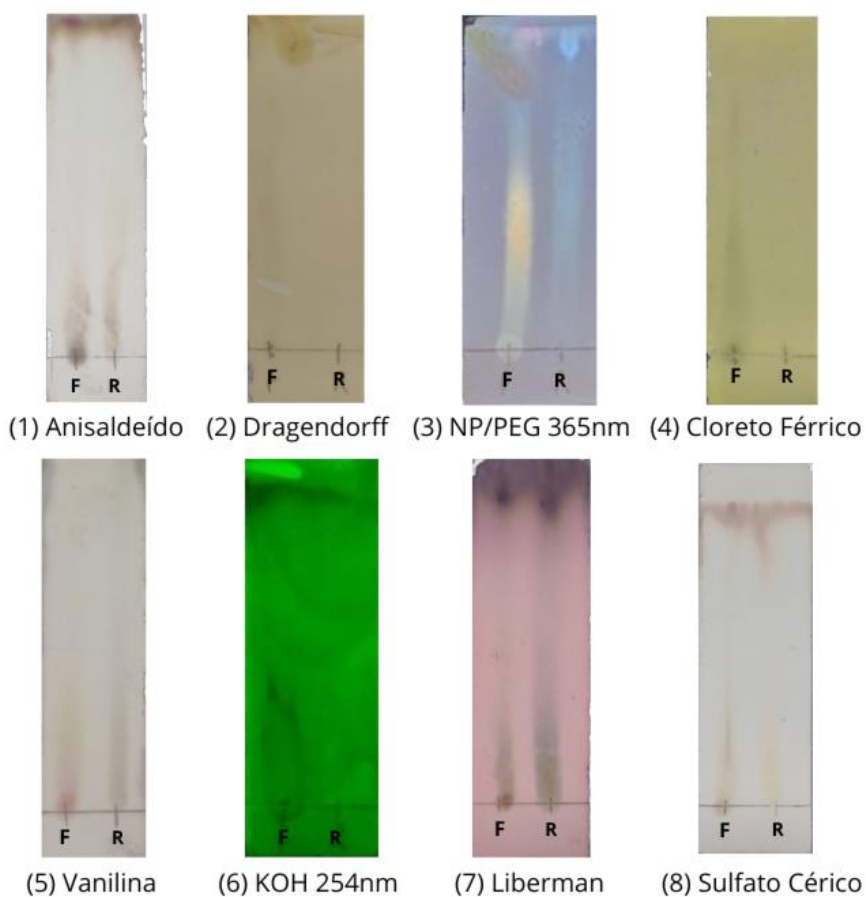
revelador utilizado, como ilustrado na Figura 1. Por outro lado, a presença de alcaloides não foi detectada em nenhum dos extratos, mesmo com o uso do revelador Dragendorff.

Tabela 1: Prospecção Fitoquímica do extrato etanólico das folhas e raízes de *Mandevilla velame*.

Extratos	Polifenóis	Alcaloides	Antraquinonas e Antonas	Flavonóides	Saponinas, Açúcares, Fenóis, Taninos, Flavonoides			
	FeCl ₃	Dragendorff	KOH	NP/PEG	Lieberman	Ce(SO ₄) ₂	Anisaldeído	Vanilina
Folhas	+	-	+	++	+	+	+	+
Raízes	-	-	-	++	+	-	+	+

Nota: -: não identificado, +: pouco intenso, ++: intenso, +++: muito intenso.

Figura 1: Imagem das placas CCD: extrato etanólico das folhas (F) e extrato etanólico das raízes (R) aplicados na mesma placa CCD.

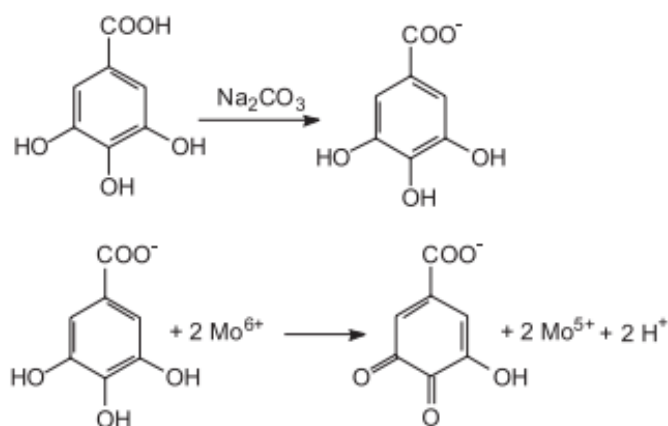


Fonte: O autor

5.2 Teor de Fenóis Totais

O reagente Folin-Ciocalteu, utilizado para realizar a análise é a mistura de dois ácidos, o ácido fosfotúngstico ($\text{H}_3\text{P}(\text{W}_3\text{O}_{10})_4$) e o ácido fosfomolibdídico ($\text{H}_3\text{P}(\text{Mo}_3\text{O}_{10})_4$). Os metais tungstênio e o molibdênio presentes nos reagentes se encontram em estado de oxidação +6 e possui a coloração amarela. Após reagir com os compostos fenólicos que são caracterizados como redutores, há a formação de um complexo de coloração azul, alterando os estados de oxidação de ambos os metais, que pode variar de +5 e +6 (Figura 2) (Oliveira et al., 2009). Através dessa alteração de cor, é possível determinar a concentração dessas substâncias redutoras (fenóis totais) através do método colorimétrico em 760 nm no espectrofotômetro.

Figura 2: Reação do metal molibdênio com o ácido gálico.



Fonte: (Oliveira et al., 2009).

O teor de fenóis totais é determinado através da comparação do gráfico de absorvância da reação entre o ácido gálico, usado como padrão, e o reagente Folin-Ciocalteu *versus* a concentração do ácido gálico. Obteve-se a equação $Y = 0,1321x - 0,0271$ com $r^2 = 0,9934$, onde Y é a absorvância e X a concentração de ácido gálico.

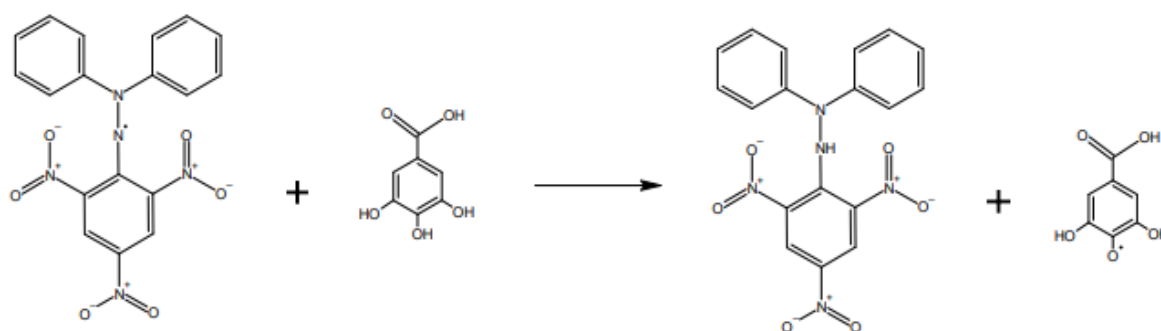
Esse teor é expresso em mg de equivalente de ácido gálico (EAG) por grama de extrato ($\text{mg EAG g}_{\text{extrato}}^{-1}$). Então quanto maior for o valor, maior será o teor de fenóis totais presente no extrato, assim, os valores encontrados foram $155,9 \pm 1,1$ mg EAG/g para o extrato das partes aéreas e $25,8 \pm 0,4$ mg EAG/g para o extrato das raízes, como mostrado na Tabela 2. Apenas o extrato etanólico das partes aéreas apresentou um índice significativo de fenóis totais.

5.3 Sequestro de Radical Livre DPPH

A análise de DPPH consiste em medir a capacidade do analito de sequestrar o radical livre estável presente na molécula do 2,2-difenil-1-picril-hidrazil e o resultado é expresso em concentração eficiente (CE_{50}), em $\mu\text{g mL}^{-1}$ de extrato, ou seja, a concentração necessária do extrato para reagir com 50% do DPPH. Assim, leva-se em consideração que quanto menor for o valor, maior é a atividade antioxidante (Sharma, 2009).

Na presença de compostos antioxidantes, ou doadores de prótons, o radical DPPH $^{\bullet}$ que é de coloração roxa, é reduzido a DPPH-H (Figura 3), que é de coloração amarela. A análise mede o consumo de radical DPPH $^{\bullet}$ através da medida da absorbância em 517 nm (Oliveira et al., 2009).

Figura 3: Reação do radical DPPH $^{\bullet}$ com o ácido gálico.



Fonte: o autor

Essa avaliação está relacionada ao valor obtido de CE_{50} que mede a intensidade a atividade antioxidante, então, valores abaixo de $50 \mu\text{g mL}^{-1}$ serão considerados como uma alta atividade antioxidante, em valores entre 50 e $100 \mu\text{g mL}^{-1}$, atividade moderada, entre 100 e $200 \mu\text{g mL}^{-1}$, baixos e maiores que $200 \mu\text{g mL}^{-1}$, inativo (Reynertson; Basile; Kennelly 2005).

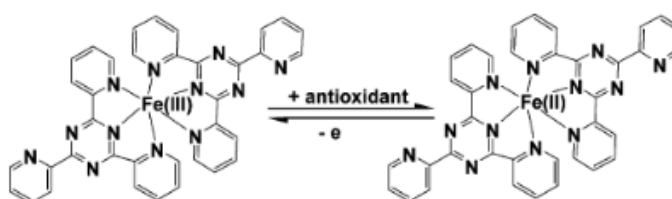
O resultado da análise DPPH obtido foi expresso em CE_{50} ($\mu\text{g mL}^{-1}$), os valores encontrados foram $4,25 \pm 0,23 \mu\text{g mL}^{-1}$ para o extrato das partes aéreas e $CE_{50} > 200 \mu\text{g mL}^{-1}$ para o extrato das raízes, como mostrado na Tabela 2. O extrato etanólico das partes aéreas foi o único que apresentou uma alta atividade antioxidante, com valor acima do CE_{50} , já o extrato das raízes não apresentou atividade antioxidante.

5.4 Poder Antioxidante Redutor Férnico – FRAP

O FRAP é utilizado para medir a capacidade redutora do extrato por meio de uma reação de oxirredução, onde em condições ácidas, o metal Fe^{3+} é reduzido para Fe^{2+} (Figura 4).

Na presença do composto 2,4,6-tri(2-piridil)-1,3,5-trizina (TPTZ), é formado um complexo de coloração azul intensa, que assim, é utilizado para medir a atividade antioxidante em 593 nm no espectrofotômetro. Quanto maior a presença de Fe^{2+} , maior será a capacidade redutora do extrato, consequentemente, a atividade antioxidante.

Figura 4: Redução do Complexo Ferroso ao Férnico.



Fonte: Dong et al (2014).

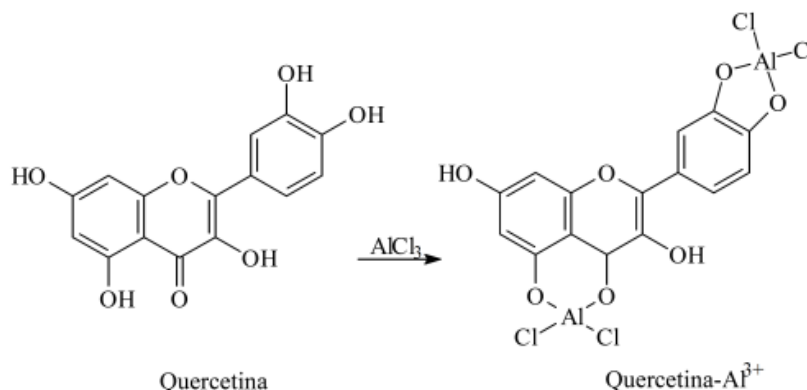
Essa capacidade redutora é determinada através da comparação do gráfico de absorbância da reação entre o TROLOX, usado como padrão, e o reagente FRAP versus a concentração do TROLOX. Obteve-se a equação $Y = 0,0814x - 0,045$ com $r^2 = 0,9948$, onde Y é a absorbância e X a concentração de TROLOX.

O resultado da análise de FRAP obtido foi expresso em μmol de equivalente TROLOX (ET) /g de extrato, os valores obtidos foram $224,69 \pm 8,4 \mu\text{mol ET g}^{-1}$ de extrato das partes aéreas e $51,97 \pm 5,9 \mu\text{mol ET g}^{-1}$ de extrato das raízes, como mostrado na Tabela 2. Com isso o extrato etanólico das partes aéreas foi o único que apresentou um alto valor, logo, uma alta capacidade redutora.

5.5 Teor de Flavonoides Totais

Para a avaliação do teor de flavonoides totais, utiliza-se uma solução de cloreto de alumínio, onde íons Al^{3+} são responsáveis por complexar com as hidroxilas presentes nos anéis aromáticos dos flavonoides como mostra na Figura 5. Após essa reação química, resulta em uma mudança de cor, que será utilizada para medir a abs em 425 nm no espectrofotômetro.

Figura 5: Complexação da quercetina com Cloreto de Alumínio.



Fonte: Mabry, (1970)

Esse teor de flavonoides é determinado através da comparação do gráfico de absorbância da reação entre a quercetina, usado como padrão, e o reagente cloreto de alumínio versus a concentração da quercetina. Obteve-se a equação $Y = 0,1029x - 0,0992$ com $r^2 = 0,9125$, onde Y é a absorbância e X a concentração da Quercetina.

O resultado da análise de flavonoides totais obtido foi expresso em mg equivalente de quercetina (EQ) por grama de extrato, os valores encontrados foram $14,5 \pm 0,5$ mg EQ/g para o extrato das partes aéreas já o extrato das raízes não apresentou valores para flavonoides. Com isso, podemos observar que, mesmo com baixos valores, apenas o extrato etanólico das folhas apresentou um índice significativo de flavonoides.

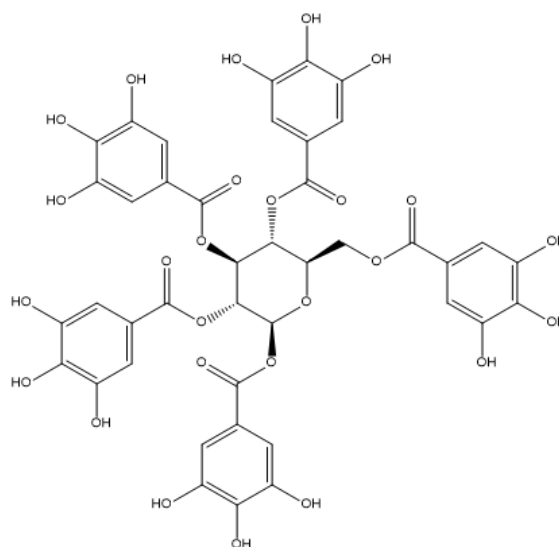
5.6 Teor de Taninos Totais

Os taninos pertencem à classe dos polifenóis, um conjunto diversificado de fitoquímicos que, embora não sejam nutrientes essenciais, apresentam efeitos benéficos à saúde, sobretudo devido à sua expressiva atividade antioxidante (Vázquez, 2017). A principal característica estrutural dos polifenóis é a presença de múltiplos grupos fenólicos, isto é, anéis aromáticos contendo uma ou mais hidroxilas ($-OH$).

Quanto à classificação, os taninos podem ser divididos em duas categorias: taninos hidrolisáveis e taninos condensados.

Os taninos hidrolisáveis são compostos fenólicos complexos, formados por um núcleo de carboidrato, geralmente glicose, esterificado com ácidos fenólicos, como o ácido gálico ou elágico como por exemplo a molécula do pentagalol-glicose (Figura 6). As ligações éster presentes nessa estrutura podem ser rompidas por hidrólise em meio ácido, básico ou por ação enzimática (Villanueva, 2023).

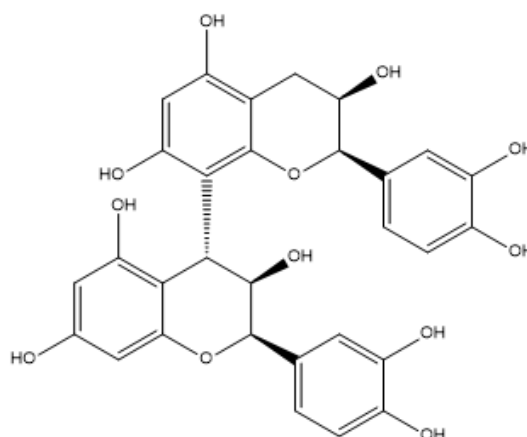
Figura 6: Estrutura química do Pentagaloil-glicose.



Fonte: o autor

Os Taninos condensados, também chamados de proantocianidinas, são polímeros de flavonoides, especialmente unidades de flavan-3-ol, ligadas por ligações carbono-carbono (Soldado, 2021), como por exemplo a proantocianidina B2 (Figura 7).

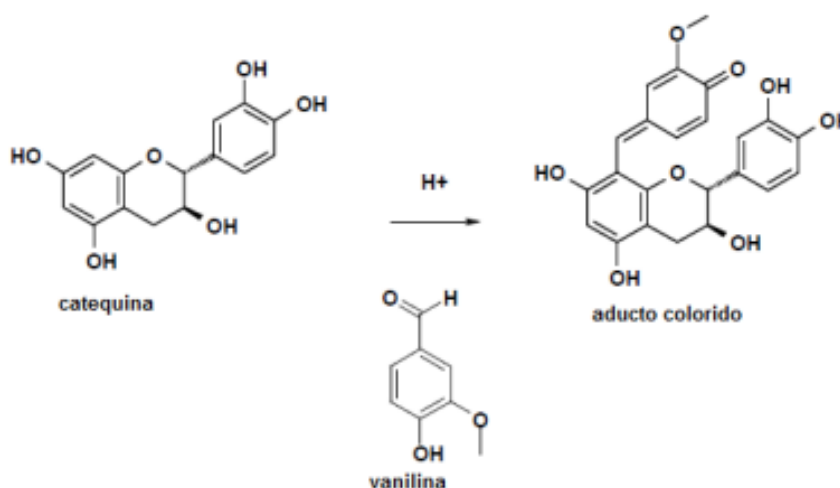
Figura 7: Estrutura química da Proantocianidina B2.



Fonte: o autor

O método de quantificação dos taninos condensados, consiste de entre a vanilina e os taninos em meio ácido (Figura 8), com isso, a solução adota uma coloração avermelhada. A análise é realizada em espectrofotômetro onde se avalia a absorção 500 nm (Nascimento 2011).

Figura 8: Reação entre a Vanilina e a Catequina em meio ácido.



Fonte: Nascimento, (2011)

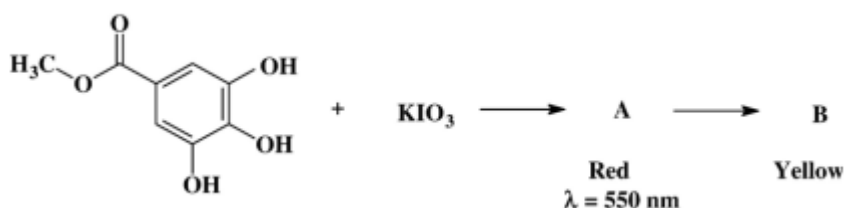
O teor é determinado através da comparação do gráfico de absorbância da reação entre a catequina, usada como referência, e a vanilina versus a concentração da catequina. Obteve-se a equação $Y = 0,2437x - 0,0774$ com $r^2 = 0,9745$, onde Y é a absorbância e X a concentração da catequina.

O resultado da análise do teor de taninos condensados é dado em mg equivalente de catequina (EC) por grama de extrato, os valores obtidos foram $32,0 \pm 0,4$ mg EC g⁻¹ do extrato das partes aéreas e $11,7 \pm 0,8$ mg EC g⁻¹ do extrato das raízes. O extrato etanólico apresentou resultado superior ao das raízes.

Já o método de quantificação para os taninos hidrolisáveis consiste na reação do iodeto de potássio com os taninos presentes no extrato (Figura 9), com isso, a solução adota uma coloração vermelho escuro, responsável por indicar a concentração através da abs em 550 nm (Bossu 2006).

Essa reação ocorre pela oxidação dos grupos fenólicos, que são convertidos em quinonas. Essas estruturas apresentam alta conjugação eletrônica, o que permite a absorção na região do visível e resulta na formação de um cromóforo de coloração vermelha.

Figura 9: Reação entre o KIO_3 e os grupos fenólicos.



Fonte: Bossu, 2006

O teor é determinado através da comparação do gráfico de absorvância da reação entre o ácido tânico, usado como referência, e o iodato de potássio versus a concentração do ácido tânico. Obteve-se a equação $Y = 0,0014x - 0,2719$ com $r^2 = 0,9096$, onde Y é a absorvância e X a concentração do ácido tânico. Ele é expresso em μmol de Equivalente de ácido tânico (EAT)/g de extrato. Contudo, nenhum dos extratos apresentou concentração equivalente de taninos hidrolisáveis, com isso, entende-se que o valor positivo observado na prospecção fitoquímica para taninos, se refere apenas aos taninos condensados.

Tabela 2: Resultado das análises dos extratos de *M. velame*.

Análise	Extrato	Resultado
Teor de Fenóis Totais	EEF	$155,9 \pm 1,1 \text{ mg g}^{-1}_{\text{extrato}}$
	EER	$25,8 \pm 0,4 \text{ mg g}^{-1}_{\text{extrato}}$
DPPH	EEF	$\text{CE}_{50}: 4,25 \pm 0,23 \mu\text{g mL}^{-1}$
	EER	$\text{CE}_{50}: > 200 \mu\text{g mL}^{-1}$
FRAP	EEF	$224,69 \pm 8,4 \mu\text{mol g}^{-1}_{\text{extrato}}$
	EER	$51,97 \pm 5,9 \mu\text{mol g}^{-1}_{\text{extrato}}$
Teor de Flavonóides totais	EEF	$14,5 \pm 0,5 \text{ mg g}^{-1}_{\text{extrato}}$
	EER	ND
Teor de taninos condensados	EEF	$32,0 \pm 0,4 \text{ mg g}^{-1}_{\text{extrato}}$
	EER	$11,7 \pm 0,8 \text{ mg g}^{-1}_{\text{extrato}}$
Teor de taninos hidrolisados	EEF	ND
	EER	ND

Nota: EEF: Extrato Etanólico das Folhas; EER: Extrato Etanólico das Raízes; ND: Não Identificado.

.Fonte: o autor

5.7 Comparação dos valores obtidos com a literatura

Após a realização das análises, os valores obtidos foram comparados com resultados previamente descritos na literatura para espécies do mesmo gênero ou pertencentes à mesma família botânica, como mostrado na Tabela 3. Foram selecionadas duas espécies como

referência: *Carissa edulis* Valh., pertencente à família Apocynaceae e avaliada por Yadang et al. (2019), e *Mandevilla moricandiana*, integrante do mesmo gênero (*Mandevilla*), analisada por Ferreira et al. (2021). Essa abordagem possibilitou verificar semelhanças e diferenças no perfil químico e na atividade antioxidante, reforçando a relevância dos resultados obtidos.

Tabela 3: Resultados experimentais reportados na literatura.

Espécie	Extrato	Análise	Valores	Referência
Apocynaceae	Extrato etanólico	Teor de Fenóis Totais	139,27 ± 0,014 mg/g	Fanta et al. (2019)
Apocynaceae	Extrato etanólico	DPPH	Variou-se de 2,08 ± 0,28 µg/mL a 26,69 ± 1,26 µg/mL	Ferreira et al. (2017)
Apocynaceae	Extrato etanólico	FRAP	6,73 µmol/g	Fanta et al. (2019)
Apocynaceae	Extrato etanólico	Teor de Flavonóides totais	3,25 ± 0,11 mg/g	Ferreira et al. (2017)
Apocynaceae	Extrato etanólico	Teor de proantocianidinas totais	26,76 ± 0,048 µmol/g	Fanta et al. (2019)

.Fonte: o autor

Dessa forma, observa-se que os valores obtidos para *Mandevilla velame* foram, em sua maioria, semelhantes ou até superiores aos descritos na literatura. Para assegurar uma comparação mais uniforme entre os estudos e minimizar possíveis variações decorrentes da parte da planta utilizada, foram considerados exclusivamente os resultados referentes às partes aéreas.

5.8. Cromatografia líquida de alta eficiência acoplada a espectrometria de massas

A caracterização química dos extratos etanólicos de *Mandevilla velame* foi conduzida por meio da técnica de cromatografia líquida de alta eficiência acoplada à espectrometria de massas em tandem, com ionização por eletrospray no modo negativo (HPLC-ESI-QTOF-MS/MS). Essa abordagem analítica permitiu a anotação de diversos metabólitos com base na razão massa/carga (m/z), nos padrões de fragmentação (MS/MS), nos desvios de massa (em

partes por milhão – ppm) e na comparação com dados obtidos na literatura e em bancos de dados especializados.

A análise revelou uma ampla diversidade de compostos nos extratos etanólicos, principalmente nas partes aéreas da planta, os quais incluem: ácidos fenólicos, como ácido quínico, ácido clorogênico, ácido cafeoilquínico (5-CQA e 4-CQA), ácido *p*-hidroxibenzóico e ácido cumárico; flavonoides glicosilados, como a quercetina-3-O-glicuronídeo; além de taninos, com destaque para a proantocianidina A2. Também foram anotados alguns ácidos orgânicos de menor polaridade, como ácido azelaico e ácido succínico.

A maior complexidade química observada nos extratos etanólicos das folhas, em comparação às raízes, está em consonância com os dados obtidos nas análises espectrofotométricas, especialmente no que se refere ao elevado teor de compostos fenólicos e à intensa atividade antioxidante apresentada por essa fração. As análises reforçam o potencial farmacológico dos extratos etanólicos das partes aéreas de *M. velame*, evidenciando seu valor como fonte natural de compostos bioativos com possíveis aplicações terapêuticas.

As substâncias sugeridas estão organizadas na Tabela 4, que apresenta os dados referentes aos tempos de retenção, massas exatas, fórmulas moleculares sugeridas, fragmentos de íons e respectivos desvios de erro (ppm), possibilitando uma análise comparativa detalhada. Adicionalmente, a Figura 10 exibe as estruturas moleculares dos compostos anotados, destacando aqueles que ocorrem em mais de uma amostra, o que favorece a visualização integrada da composição química entre extratos de folhas e raízes

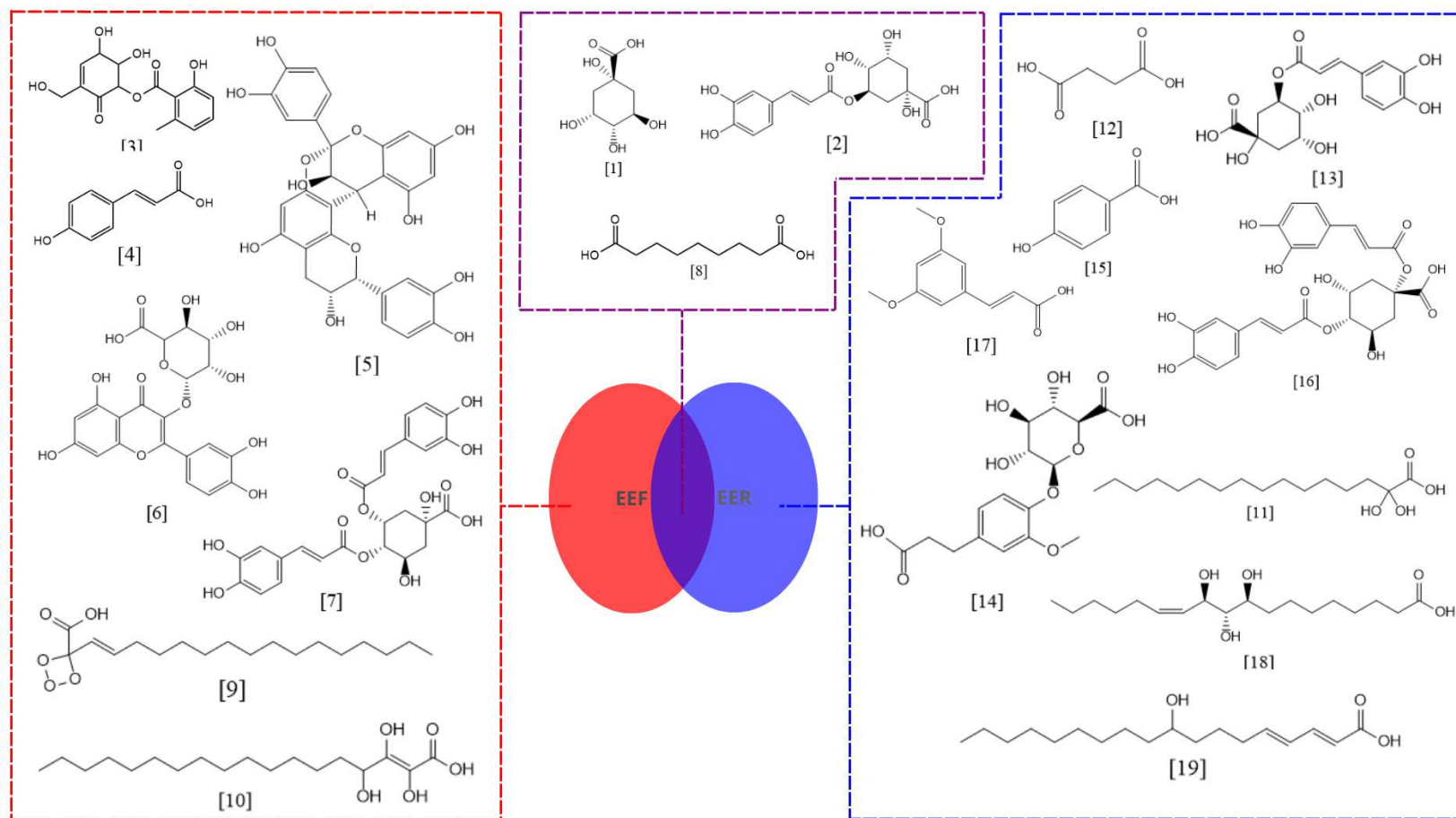
Tabela 4: Compostos anotados por HPLC-ESI-QTOF-MS/MS para os extratos etanólicos.

Identificação	T _R (min)	[M – H] [–]	Massa Exata	Erro (ppm)	Fragmentos (m/z) EM/EM	Fórmula molecular	Anotação	Extrato	Referência
1	0,610	191,0567	191,0561	3	173, 127, 109, 93	C ₇ H ₁₂ O ₆	Ácido Quínico	EEF	Abu - Reidah et al. (2015); Grati et al. (2022)
1	0,408	191,0570	191,0561	4	173	C ₇ H ₁₂ O ₆	Ácido Quínico	EER	Abu - Reidah et al.(2015); Grati et al. (2022)
2	2,724	353,0880	353,0878	0,5	191	C ₁₆ H ₁₈ O ₉	Ácido cafeoilquínico	EEF	Abu - Reidah et al.(2015)
2	3,488	353,0899	353,0878	5,9	191	C ₁₆ H ₁₈ O ₉	Ácido cafeoilquínico	EER	Abu - Reidah et al.(2015)
3	3,807	307,0819	307,0823	1,3	275, 163	C ₁₅ H ₁₆ O ₇	[5,6-di-hidroxi-3- (hidroximetil)-2- oxociclohex-3-en- 1-il] 2-hidroxi-6- metilbenzoato	EEF	Dong et al. (2024); Plirat et al. (2022)
4	4,006	163,0407	163,0401	3	119	C ₉ H ₈ O ₃	Ácido cumárico	EEF	Grati et al. (2022)
5	4,273	575,1197	575,1195	0,3	539, 449, 423, 289	C ₃₀ H ₂₄ O ₁₂	Proantocianidina A2	EEF	Nascimento et al. (2011)
6	5,005	477,0684	477,0675	1,8	301	C ₂₁ H ₁₈ O ₁₃	Quercetina-3-O- glicuronídeo	EEF	Zengin et al. (2021)
7	5,405	515,1193	515,1195	0,3	353, 191, 173, 173	C ₂₅ H ₂₄ O ₁₂	Ácido Dicafeoil- Quínico	EEF	Nemzer et al. (2021)
8	5,538	187,0972	187,0976	2	125, 97, 69	C ₉ H ₁₆ O ₄	Ácido Azelaico	EEF	Kazlauckas et al. (2024)
8	5,569	187,0976	187,0976	0	125	C ₉ H ₁₆ O ₄	Ácido Azelaico	EER	Kazlauckas et al. (2024)

9	7,619	327,2173	327,2177	0,9	291, 229, 211, 171	C ₁₈ H ₃₂ O ₅	Ácido oxo-di-hidroxi-octadecenoico	EEF	Zengin et al. (2021)
10	7,968	329,2328	329,2333	1,5	311, 293	C ₁₈ H ₃₄ O ₅	Ácido tri-hidroxi-octadecenoico	EEF	Zengin et al. (2021)
11	8,202	287,2224	287,2228	1,3	109	C ₁₆ H ₃₂ O ₄	Ácido di-hidroxi-palmitico	EEF	Grati et al. (2022)
12	0,575	117,0192	117,0193	0,8	115, 112	C ₅ H ₆ O ₄	Ácido succinico	EER	Plirat et al. (2022)
13	2,722	353,0878	353,0878	0	191, 161	C ₁₆ H ₁₈ O ₉	Ácido clorogênico	EER	Santos et al. (2016)
14	3,821	371,0984	371,0984	0	367, 145, 112	C ₁₆ H ₂₀ O ₁₀	Ácido di-hidroferulico 4-O-glicuronideo	EER	Ali et al. (2021)
15	4,587	137,0246	137,0244	1,4	112	C ₇ H ₆ O ₃	Ácido p-hidroxibenzóico	EER	Fang et al. (2002)
16	5,419	515,1201	515,1195	1,1	173	C ₂₅ H ₂₄ O ₁₂	Ácido 1,4-dicafeoilquinico	EER	Grati et al. (2022); Simirgiotis et al. (2015)
17	6,002	207,0670	207,0663	3	112	C ₁₁ H ₁₂ O ₄	Ácido 3,5-dimetoxicinâmico	EER	Fang et al. (2002)
18	7,966	329,2340	329,2333	2	248, 154, 112	C ₁₈ H ₃₄ O ₅	Ácido 9S,10S,11R-tri-hidroxi-12Z-octadecenoico	EER	Plirat et al. (2022)
19	10,197	295,2279	295,2279	0	248, 154, 112	C ₁₈ H ₃₂ O ₃	Ácido 9-hidroxi-octadecadienoico	EER	Fang et al. (2002)

Fonte: o autor

Figura 10: Estrutura dos compostos anotados por HPLC-ESI-QTOF-MS/MS para os extratos etanólicos (EEF: linha vermelha; EER: linha azul; ambos os extratos: linha roxa).



Fonte: o autor

6. CONCLUSÕES

A análise fitoquímica realizada dos extratos etanólicos das partes aéreas e raízes do *M. velame* permitiu identificar compostos de distintas polaridades e potenciais atividades biológicas. Nos extratos etanólicos, especialmente os obtidos das partes aéreas, foram detectados compostos fenólicos como taninos e flavonoides, grupos que são amplamente reconhecidos por sua elevada atividade antioxidante. Nas raízes, o extrato etanólico também apresentou compostos com potencial bioativo, como flavonoides e ácidos orgânicos, reforçando a capacidade da planta em acumular substâncias com propriedades benéficas em diferentes partes de sua estrutura.

Os resultados obtidos evidenciam a viabilidade do aproveitamento das partes aéreas da planta como alternativa sustentável ao uso do xilopódio, tradicionalmente explorado, além de reforçarem o potencial dos extratos no desenvolvimento de fitoterápicos com propriedades antioxidantes e anti-inflamatórias. A diversidade química identificada nas raízes amplia ainda mais as perspectivas de aplicação do *M. velame* em pesquisas futuras, possibilitando análises biológicas específicas voltadas à caracterização funcional de seus metabólitos e comparação com as partes aéreas. Além disso, esses resultados indicam que os extratos etanólicos do *M. velame* podem ter relevância farmacológica, sobretudo no desenvolvimento de produtos com ação terapêutica relacionada ao controle do estresse oxidativo e de processos inflamatórios.

Cabe ressaltar, entretanto, que a produção dos metabólitos está diretamente relacionada às condições químicas, físicas e biológicas às quais a planta é exposta durante seu ciclo de crescimento, incluindo danos estruturais, interação com animais e microrganismos, radiação solar e variações climáticas. Portanto se torna interessante uma avaliação da sazonalidade na produção desses compostos nesta espécie.

7. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ABU-REIDAH, I. M. et al. HPLC-DAD-ESI-MS/MS screening of bioactive components from *Rhus coriaria* L. (Sumac) fruits. *Food Chemistry*, v. 166, p. 179-191, 2015. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2014.06.011>

ALI, A. et al. LC-MS/MS-QTOF screening and identification of phenolic compounds from Australian grown herbs and their antioxidant potential. *Antioxidants*, v. 10, n. 11, 2021. <https://doi.org/10.3390/antiox10111770>

BERLINCK, R. G. S. et al. A química de produtos naturais do Brasil do século XXI. *Química Nova*, v. 40, n. 6, p. 706-710, 2017.

DE ALMEIDA, D. A. T. et al. *Mandevilla longiflora* (Desf.) Pichon improves airway inflammation in a murine model of allergic asthma. *Journal of Ethnopharmacology*, v. 200, p. 51-59, 2017. <https://doi.org/10.1016/j.jep.2017.02.015>

DONG, F. et al. Identification of the novel compounds with potential beneficial functions in olive oil based on UPLC-HDMS. SSRN, 2024. Disponível em: <https://ssrn.com/abstract=4592053>. <https://doi.org/10.2139/ssrn.4592053>

DONG, Jianwei et al. Antioxidant activities and phenolic compounds of cornhusk, corncob and *Stigma maydis*. *Journal of the Brazilian Chemical Society*, v. 25, p. 1956-1964, 2014. <https://doi.org/10.5935/0103-5053.20140177>

DUQUE, J. G. O imbuzeiro. O Nordeste e as lavouras xerófilas. 3. ed. Mossoró: ESAM/Fundação Guimarães Duque, 1980. p. 283-286. (ESAM. Coleção Mossoroense, 143).

EZCURRA, C.; CERINO, M. C.; KELLER, H. A. Primer registro de *Mandevilla velame* (Apocynaceae) para la Argentina. *Darwiniana*, v. 13, n. 1, p. 90-96, 2025.
<https://doi.org/10.14522/darwiniana.2025.131.1277>

FANG, N.; YU, S.; PRIOR, R. L. LC/MS/MS characterization of phenolic constituents in dried plums. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, v. 50, n. 12, p. 3579-3585, 2002.
<https://doi.org/10.1021/jf0201327>

FANTA YADANG, S. A. et al. Quantification of bioactive compounds and evaluation of the antioxidant activity of *Carissa edulis* Valh leaves. *The Scientific World Journal*, v. 2019, p. 7549620, 2019.
<https://doi.org/10.1155/2019/7549620>

FERREIRA, L. L. D. M. et al. The hydroalcoholic extract of leaves of *Mandevilla moricandiana* induces NO-mediated vascular relaxation. *Planta Medica*, v. 83, n. 1/2, p. 63-69, 2017.
<https://doi.org/10.1055/s-0042-108203>

GOMES, Sueli Maria; KINOSHITA, Luiza Sumiko; CASTRO, Marília de Moraes. Hemisincarpia e nectário apendicular enfocados através de ontogênese floral em *Mandevilla velame* (A. St.-Hil.) Pichon, Apocynoideae. *Brazilian Journal of Botany*, v. 31, p. 81-93, 2008.
<https://doi.org/10.1590/S0100-84042008000100009>

GRATI, W. et al. HESI-MS/MS analysis of phenolic compounds from *Calendula aegyptiaca* fruits extracts and evaluation of their antioxidant activities. *Molecules*, v. 27, n. 7, 2022.
<https://doi.org/10.3390/molecules27072314>

ILLURI, R. et al. Investigation of bioactive compounds of *Capsicum frutescens* and *Annona muricata* by chromatographic techniques. *Journal of Drug Delivery & Therapeutics*, v. 9, n. 4, 2019.
<https://doi.org/10.22270/jddt.v9i4.3083>

KAZLAUCKAS, J.; MORENO, P. R. H. Estudo da composição química das folhas de *Guadua angustifolia* var. *bicolor* Lodoño por meio de CLAE-EM com auxílio do GNPS. Anais, 2024. <https://doi.org/10.5151/9786555503579-04>

KHALLOUKI, F. et al. Characterization of phenolic compounds in mature Moroccan Medjool date palm fruits (*Phoenix dactylifera*) by HPLC-DAD-ESI-MS. *Journal of Food Composition and Analysis*, v. 70, p. 63-71, 2018. <https://doi.org/10.1016/j.jfca.2018.03.005>

KOSCHNITZKE, C.; ALMEIDA, C. S.; PEREIRA, C. B. Biologia floral de três espécies de *Mandevilla* (Apocynaceae) do Parque Estadual de Ibitipoca. *Revista Biodiversidade*, v. 23, n. 3, p. 1-18, 2024. Disponível em: <https://www.researchgate.net/publication/385553392>.

KUMAR, Sumit. Investigation of phytochemical screening and in-vitro evaluation of asthmatics activity of *Mandevilla* Lindl. *Nanotechnology Perceptions*, v. 21, p. 1-198, 2025.

LUZ, Prospecção fitoquímica de *Himatanthus drasticus* Plumel (Apocynaceae), da mesorregião leste maranhense. *Revista Brasileira de Plantas Medicinai*s, v. 16, p. 657-662, 2014. https://doi.org/10.1590/1983-084x/12_114

MABRY, T. J. et al. The systematic identification of flavonoids. Berlin: Springer, 1970. p. 51-52. <https://doi.org/10.1007/978-3-642-88458-0>

MALTA, L. G.; LIU, R. H. Analyses of Total Phenolics, Total Flavonoids, and Total

Antioxidant Activities in Foods and Dietary Supplements. In: (Ed.), 2014. p.305-314. ISBN

NASCIMENTO, A. P. R. Quantificação dos taninos dos vinhos por transformada de Fourier dos espectros no infravermelho médio (FTIR). 2011. Dissertação (Mestrado) - Universidade Técnica de Lisboa, 2011.

NEMZER, B.; KALITA, D.; ABSHIRU, N. Quantification of major bioactive constituents, antioxidant activity, and enzyme inhibitory effects of whole coffee cherries (*Coffea arabica*). *Molecules*, v. 26, n. 14, p. 4306, 2021.
<https://doi.org/10.3390/molecules26144306>

OLIVEIRA, V. P. F. et al. Valorização de subprodutos da vinha e do vinho: composição fenólica e atividade antioxidante. 2016.

OLIVEIRA, A.; VALENTIM, I.; GOULART, M.; SILVA, C.; BECHARA, E.; TREVISAN, M. Fontes vegetais naturais de antioxidantes. *Quimica Nova - QUIM NOVA*, v. 32, 2009.
<https://doi.org/10.1590/S0100-40422009000300013>

PEIXOTO SOBRINHO, T. J. S. et al. Teor de flavonoides totais em produtos contendo pata-de-vaca (*Bauhinia* L.) comercializados em farmácias de Recife/PE. *Revista Brasileira de Plantas Medicinai*s, v. 14, p. 586-591, 2012.
<https://doi.org/10.1590/S1516-05722012000400003>

PLIRAT, W. et al. Phytochemical, antimalarial, and acute oral toxicity properties of selected crude extracts of *Prabchompoothaweep* remedy. *Tropical Medicine and Infectious Disease*, v. 7, n. 12, 2022.
<https://doi.org/10.3390/tropicalmed7120395>

QUARESMA, D.; JUSTINO, A.; SOUSA, R.; MUNOZ, R.; AQUINO, F.; MARTINS, M.;

GOULART, L.; PIVATTO, M.; ESPINDOLA, F.; DE OLIVEIRA, A. Antioxidant compounds from *Banisteriopsis argyrophylla* leaves as α -amylase, α -glucosidase, lipase, and glycation

inhibitors. *Bioorganic Chemistry*, v. 105, p. 104335, 2020.
<https://doi.org/10.1016/j.bioorg.2020.104335>

REYNERTSON, K. A.; BASILE, M. J.; KENNELLY, E. J. Antioxidant potential of seven myrtaceous fruits. 2005.

<https://doi.org/10.17348/era.3.0.25-36>

RIBEIRO, R. V. et al. Chemical characterization and toxicological assessment of hydroethanolic extract of *Mandevilla velame xylopodium*. *Revista Brasileira de Farmacognosia*, v. 29, n. 5, p. 605-612, 2019.

<https://doi.org/10.1016/j.bjp.2019.05.002>

RODRIGUES, V. E. G.; CARVALHO, D. Levantamento etnobotânico de plantas medicinais no domínio do cerrado. *Ciência e Agrotecnologia*, v. 25, n. 1, p. 102-123, 2001.

SANTOS, U. P. et al. Antioxidant, antimicrobial and cytotoxic properties and phenolic content of *Hancornia speciosa* gomes. *PLoS ONE*, v. 11, n. 12, 2016.

<https://doi.org/10.1371/journal.pone.0167531>

SHARMA, O. P.; BHAT, T. K. DPPH antioxidant assay revisited. *Food Chemistry*, v. 113, n. 4, p. 1202-1205, 2009.

<https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2008.08.008>

SIMIRGIOTIS, M. J. et al. Antioxidant capacities and analysis of phenolic compounds in three endemic *Nolana* species by HPLC-PDA-ESI-MS. *Molecules*, v. 20, n. 6, p. 11490-11507, 2015.

<https://doi.org/10.3390/molecules200611490>

SOLDADO, D.; BESSA, R. J. B.; JERÓNIMO, E. Condensed tannins as antioxidants in ruminants. *Animals*, v. 11, n. 11, p. 3243, 2021.

<https://doi.org/10.3390/ani11113243>

STEFFENS, A. H. Estudo da composição química dos óleos essenciais obtidos por destilação por arraste a vapor. 2010.

VÁZQUEZ-FLORES, A. A. et al. Taninos hidrolizables y condensados: naturaleza química, ventajas y desventajas. *Tecnociencia Chihuahua*, v. 6, n. 2, p. 84-93, 2012.

VILLANUEVA, X. et al. Effect of chemical modifications of tannins on their antimicrobial and antibiofilm effect. *Frontiers in Microbiology*, v. 13, p. 987164, 2023.
<https://doi.org/10.3389/fmicb.2022.987164>

WAGNER, H.; BLADT, S. *Plant Drug Analysis: A Thin Layer Chromatography Atlas*. Berlin: Springer, 1996.
<https://doi.org/10.1007/978-3-642-00574-9>

WILLIS, R. B.; ALLEN, P. R. Improved method for measuring hydrolyzable tannins using potassium iodate. *Analyst*, v. 123, n. 3, p. 435-439, 1998.
<https://doi.org/10.1039/a706862j>

ZENGİN, G. et al. Chemical composition and biological properties of two *Jatropha* species: different parts and extraction methods. *Antioxidants*, v. 10, n. 5, 2021.
<https://doi.org/10.3390/antiox10050792>