



UNIVERSIDADE FEDERAL DO NORTE DO TOCANTINS
CÂMPUS CIMBA ARAGUAÍNA
CURSO DE GRADUAÇÃO EM LICENCIATURA EM QUÍMICA

SIMYÃO MACÊDO CABRAL

**EXTRAÇÃO E CARACTERIZAÇÃO QUÍMICA DO ÓLEO DE SEMENTES DE
NIM (*AZADIRACHTA INDICA*)**

Araguaína, TO

2022

Simyão Macêdo Cabral

Extração e caracterização química do óleo de sementes de nim (*Azadirachta indica*)

Monografia apresentada à Universidade Federal do Norte do Tocantins (UFNT), Campus Universitário de Araguaína para a obtenção do título de Licenciado em Química

Orientadora: Prof^ª. Dra Flamys Lena do Nascimento Silva.

Araguaína, TO

2022

Dados Internacionais de Catalogação na Publicação (CIP)
Sistema de Bibliotecas da Universidade Federal do Tocantins

- C117e Cabral, Simyão Macêdo.
Extração e caracterização química do óleo de sementes de nim
(Azadirachta indica). / Simyão Macêdo Cabral. – Araguaína, TO, 2022.
80 f.
- Monografia Graduação - Universidade Federal do Tocantins – Câmpus
Universitário de Araguaína - Curso de Química, 2022.
Orientadora : Flamys Lena do Nascimento Silva
1. Azadirachtina Indica A. Juss. 2. Nim. 3. Sohxllet. 4. HS-MEFS/CG-EM. I.
Título

CDD 540

TODOS OS DIREITOS RESERVADOS – A reprodução total ou parcial, de qualquer forma ou por qualquer meio deste documento é autorizado desde que citada a fonte. A violação dos direitos do autor (Lei nº 9.610/98) é crime estabelecido pelo artigo 184 do Código Penal.

Elaborado pelo sistema de geração automática de ficha catalográfica da UFT com os dados fornecidos pelo(a) autor(a).


Simyão Macêdo Cabral

**Extração e caracterização química do óleo de sementes de
nim (*Azadirachta indica*)**

Monografia apresentada à UFNT – Universidade Federal do Norte do Tocantins – Campus Universitário de Araguaína, Curso de Licenciatura em Química foi avaliado para a obtenção do título de licenciado e aprovado em sua forma final pela Orientadora e pela Banca Examinadora.


Data de aprovação: 14 / 10 / 2022

Banca Examinadora

Documento assinado digitalmente
 FLAMYS LENA DO NASCIMENTO SILVA
Data: 11/11/2022 08:31:32-0300
Verifique em <https://verificador.iti.br>


Professora Orientadora

Prof. Dra. Flamys Lena do Nascimento Silva, UFNT

Documento assinado digitalmente
 DANIEL BARBOSA ALCANTARA
Data: 11/11/2022 12:14:20-0300
Verifique em <https://verificador.iti.br>

Professor Avaliador 1

Prof. Dr. Daniel Barbosa Alcântara, UFNT

Documento assinado digitalmente
 JANE DARLEY ALVES DOS SANTOS
Data: 11/11/2022 11:39:54-0300
Verifique em <https://verificador.iti.br>

Professora Avaliadora 2

Prof. Dra. Jane Darley Alves dos Santos, UFNT

*Dedico este trabalho primeiro a Deus,
Cristo Rei, Nossa Senhora do Rosário,
aos meu pai e mãe pelo suporte que me
deram durante a jornada. E a professora
Flamys Lena pela orientação e paciên-
cia.*

AGRADECIMENTOS

Agradeço a Deus por ter finalizado o Trabalho de conclusão de curso, pela minha saúde e da minha família em toda minha trajetória na graduação.

Gratidão aos meus pais e irmã pelo apoio financeiro, instrumental e emocional. Assim como também incentivo para permanecer no curso.

Agradeço a Dra. Professora Flamys Lena pela orientação, paciência e pelas caronas. Aos técnicos Ana Rosa, Gildeth, Gilberto, Adriano e Alberto pelo suporte durante os experimentos, assim como também ao Dr. Professor Paiva por ensinar a utilizar os métodos de extração do óleo e o Dr. Professor Niculau pela permissão do uso da fibra MEFS.

RESUMO

A árvore nim (*Azadirachta indica* A. Juss) é conhecida pelas propriedades terapêutica, pesticida, fertilizante e farmacológica, devido à abundância de compostos orgânicos pertencentes à várias classes químicas com atividades biológicas. Devido estes atributos, a árvore nim possui grande potencial econômico e segue sendo utilizada em nível mundial. No presente trabalho realizou-se a extração e caracterização química do óleo das sementes de nim coletadas na Universidade Federal do Norte do Tocantins (UFNT) campus Cimba, localizada em Araguaína, Tocantins. Para extração do óleo foi empregado o sistema Soxhlet, já para a extração e caracterização dos voláteis utilizou-se o método HS-MEFS-CG-EM, e o perfil de ácidos graxos foi caracterizado por CG-DIC. O rendimento médio obtido do óleo foi de $23 \% \pm 0,07$. Um total de 34 compostos voláteis foram detectados, destes 9 foram identificados por índice de Kovats: 2-metildecano, 3-metildecano, 4-metildecano, 2-metilundecano, 3-metilundecano, 3,4-dimetiltiofeno, 2,5-diol-3-hexano, 1,2,3-trimetilbenzeno e bulticiclohexano. Compostos com propriedades antimicrobiana, inseticida e antifúngica, tais como: undecano, dodecano, fitol, tolueno, 2-metil-2-pentenal, 3,4-dimetiltiofeno, (E)-propenilpropiltrissulfeto e di-(1-propenil)-trissulfeto foram também encontrados. Além dos voláteis do óleo, foram encontrados 7 ácidos graxos. Os mais abundantes foram: ácido oleico, ácido linoleico, ácido palmítico e ácido esteárico, sendo que o óleo extraído das sementes apresentou maior concentração de ácido oleico e o óleo de nim comercial maior concentração de ácido linoleico. Alguns voláteis e ácidos graxos tiveram suas bioatividades reportadas e correspondem com os benefícios conhecidos do nim. Dessa forma, considera-se esses constituintes químicos parte do efeito sinérgico na planta.

Palavras-chaves: *Azadirachta Indica* A. Juss. Nim. Soxhlet. HS-MEFS/CG-EM.

ABSTRACT

The neem tree (*Azadirachta indica* A. Juss) is known for its therapeutic, pesticidal, fertilizer and pharmacological properties, due to the abundance of organic compounds belonging to several chemical classes with biological activities. Due to these attributes, the neem tree has great economic potential and continues to be used worldwide. In the present work, the extraction and chemical characterization of oil from neem seeds collected at the Federal University of Northern Tocantins (UFNT) campus Cimba, located in Araguaína, Tocantins, was carried out. For oil extraction, the Soxhlet system was used, for the extraction and characterization of volatiles, the HS-SPME-GC-MS method was used, and the fatty acid profile was characterized by GC-FID. The average yield obtained from the oil was $23\% \pm 0.07$. A total of 34 volatile compounds were detected, of which 9 were identified by Kovats index: 2-methyldecane, 3-methyldecane, 4-methyldecane, 2-methylundecane, 3-methylundecane, 3,4-dimethylthiophene, 2,5-diol-3-hexane, 1,2,3-trimethylbenzene and buticyclohexane. Compounds with antimicrobial, insecticidal and antifungal properties, such as: undecane, dodecane, phytol, toluene, 2-methyl-2-pentenal, 3,4-dimethylthiophene, (E)-propenylpropyltrisulfide and di-(1-propenyl)-trisulfide were also found. In addition to the oil volatiles, 7 fatty acids were found. The most abundant were: oleic acid, linoleic acid, palmitic acid and stearic acid, with the oil extracted from the seeds having the highest concentration of oleic acid and the commercial neem oil the highest concentration of linoleic acid. Some volatiles and fatty acids have had their bioactivities reported and they correspond with the known benefits of neem. Thus, these chemical constituents are considered part of the synergistic effect on the plant.

Keywords: *Azadirachta Indica* A. Juss. Neem. Soxhlet. HS-SPME/GC-MS.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Azadirachta Indica A. Juss	19
Figura 2 - A – Flores; B – sementes imaturas (verdes) e maduras (amarelas) de nim ...	19
Figura 3 - Estrutura molecular da Azadirachtina.....	21
Figura 4 - Sistema soxhlet	22
Figura 5 - Óleo da semente de nim.....	24
Figura 6 - Semente de nim macerada	30
Figura 7 - Cartucho com amostra de nim	31
Figura 8 - A - Amostra extraída no soxhlet; B - rota-evaporação do óleo	31
Figura 9 - Extração dos voláteis por HS-MEFS	32
Figura 10 - Injeção manual da amostra com a fibra MEFS no CG-EM.....	33
Figura 11 - Cromatógrafo Gasoso com Detector por Ionização de Chama (CG-DIC)..	35
Figura 12 - Explicação da interpretação do símbolo do ácido graxo	35
Figura 13 - Ácido palmítico C16:0.....	36
Figura 14 - Ácido esteárico C18:0.....	36
Figura 15 - Ácido oleico C18:1 (9c).....	36
Figura 16 - Ácido linoleico C18:2 (9c,12c).....	36
Figura 17 - α -ácido linolênico C18:3 (9c,12c,15c).....	36
Figura 18 - γ -ácido linolênico C18:3 (6c,9c,12c).....	36
Figura 19 - Ácido araquídico C20:0	37
Figura 20 - Ácido beênico C22:0	37
Figura 21 - Cromatograma dos voláteis do óleo de nim por injeção direta com solvente	41
Figura 22 - Cromatograma do óleo de nim por HS-MEFS-CG-EM	41
Figura 23 - Cromatograma de CG-DIC do óleo fixo de nim extraído da semente. Ácido palmítico C16:0 (18,71 %); ácido esteárico C18:0 (16,67 %); ácido oleico C18:1 (43,49 %); ácido linoleico C18:2 (19,06 %); ácido linolênico C18:3 (0,30 %); ácido araquídico C20:0 (1,10 %); ácido beênico C22:0 (0,66 %)	44
Figura 24 - Cromatograma de CG-DIC do óleo de nim comercial. Ácido palmítico C16:0 (15,93 %); ácido esteárico C18:0 (6,30 %); ácido oleico C18:1 (33,38 %); ácido linoleico C18:2 (40,76 %); ácido linolênico C18:3 (2,82 %); ácido araquídico C20:0 (0,56 %) .	44

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Tabela de voláteis detectados por CG-EM.....	39
---	----

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

°C	Graus Celsius
µL	Microlitro
CG-DIC	Cromatografia Gasosa com–Detector de Ionização em Chamas
CG-EM	Cromatografia Gasosa acoplada a Espectrometria de Massas
EMVZ	Escola de Medicina Veterinária e Zootecnia
g/mol	grama por mol
HP-5MS	(5%-phenyl)–methylpolysiloxane
HS	Headspace
MEFS	Microextração de fase sólida
NIST	National Institute of Standards and Technology
nm	nanômetros
ppm	Partes por milhão
UFNT	Universidade Federal do Norte do Tocantins

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	13
2	FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA.....	15
2.1	Contexto econômico.....	15
2.2	Botânica.....	17
2.3	Principal fitoquímico com atividade inseticida	20
2.4	Extração do óleo de nim.....	22
2.5	Aspectos organolépticos do óleo da semente de nim	23
2.6	Métodos de análise cromatográfica.....	25
2.6.1	Cromatografia Gasosa acoplada a Espectrometria de Massas (CG-EM).....	25
2.6.2	Cromatografia Gasosa com Detector de Ionização em Chamas (CG-DIC).....	27
3	OBJETIVOS	29
3.1	Objetivos gerais.....	29
3.2	Objetivos específicos.....	29
4	PROCEDIMENTOS EXPERIMENTAIS	30
4.1	Coleta das sementes de nim.....	30
4.2	Extração do óleo.....	30
4.3	Análises cromatográficas	32
4.3.1	Microextração em fase sólida por headspace (HS-MEFS)	32
4.3.2	Determinação de índice de Kovats	34
4.3.3	Cromatógrafo gasoso com detector de ionização de chama (CG-DIC).....	34
5	RESULTADOS E DISCUSSÕES	38
5.1	Rendimento do óleo de nim.....	38
5.2	Análise de substâncias voláteis por CG-EM	39
5.3	Análise do óleo de nim por CG-DIC.....	43
6	CONCLUSÃO	47
	REFERÊNCIAS	48
	APÊNDICE	68

1 INTRODUÇÃO

A árvore nim ou neem (*Azadirachta indica* A. Juss) é originária de Mianmar e da região do subcontinente indiano (BITTENCOURT, 2013; NEVES; OLIVEIRA; NOGUEIRA, 2003). Na classificação botânica pertence à família Meliaceae, gênero *Azadirachta* e espécie *indica* (BRAHMACHARI, 2004; MORGAN, 2009).

A árvore é utilizada há mais de 2000 anos na Índia, sendo empregada como defensivo agrícola, na produção de fármacos, cosméticos, madeira de lei, em paisagismo e adubo (BRITO *et al.*, 2006; NEVES; OLIVEIRA; NOGUEIRA, 2003). Também possui uso medicinal no tratamento contra o câncer (HAO *et al.*, 2014), no combate de vetor da malária (NATHAN; KALAIVANI; MURUGAN, 2005) é anti-inflamatório e antiviral (LOGANATHAN *et al.*, 2021). Em animais no controle de vermes, carrapatos e outros parasitas (MOSSINI; KEMMELMEIER, 2005).

Entre as plantas com atividade pesticida a *Azadirachta indica* possui diversos estudos que demonstram vários modos de ação contra insetos, atuando no processo de mortalidade (ICUMA *et al.*, 2002; VIANA; PRATES; RIBEIRO, 2006), inibidor de desenvolvimento (NISYA; PRIJONO; NURKANIA, 2017), e repelente dos mesmos (AYINDE; MORAKINYO; SRIDHAR, 2020; GHOSH *et al.*, 2021).

A substância azadiractina é citada como a mais eficiente na ação inseticida e pode ser encontrada em todas as partes da árvore nim (PAULO, 2017). As sementes possuem maior concentração de azadiractina, sendo as folhas e sementes as mais utilizadas na produção de extratos e óleos para uso inseticida (CHAUDHARY *et al.*, 2021; FERNANDES *et al.*, 2019; LOKANADHAN; MUTHUKRISHNAN; JEYARAMAN, 2012). Tendo em vista isto, considera-se a extração do óleo como a melhor forma de aproveitamento dos benefícios da planta (AYINDE; MORAKINYO; SRIDHAR, 2020; MACIEL *et al.*, 2010; MARCOMINI *et al.*, 2021; NISYA; PRIJONO; NURKANIA, 2017).

Os métodos utilizados para extração do óleo de nim são prensagem mecânica, soxhlet, fluido supercrítico, por micro-ondas e ultrassom (CHAUDHARY *et al.*, 2021; SAHA TCHINDA *et al.*, 2021). A extração do óleo da semente de nim por soxhlet é a mais utilizada por permitir a obtenção de rendimentos mais satisfatórios com o emprego dos solventes orgânicos hexano e etanol (AYOOLA *et al.*, 2014; CHAUDHARY *et al.*, 2021; OJEWUMI *et al.*, 2021; TESFAYE; TEFERA, 2017).

O óleo da semente de nim possui em sua constituição química uma diversidade de compostos orgânicos voláteis (VOCs) pertencentes a diversas classes químicas tais como: álcoois, ácidos, ésteres, fenóis, flavonoides, sulfurados, aldeídos, hidrocarbonetos e terpenos (GOPINATH; KARTHIKEYAN, 2021; GUCHHAIT *et al.*, 2022; SWAPNA SONALE; RAMALAKSHMI; UDAYA SANKAR, 2018; TULASHIE *et al.*, 2021; VASUDHAUDUPA *et al.*, 2021), e que são os responsáveis pelo aroma característico do óleo. Além do aroma, os voláteis possuem propriedades antioxidantes, antiviral, antitumoral, antibacteriano, antifúngico e são empregados na prevenção e tratamento de várias doenças como diabetes, e o câncer em humanos (BARMAN; AHMED; CHAKRABORTY, 2019; GOPINATH; KARTHIKEYAN, 2021; ISLAS *et al.*, 2020).

Além dos voláteis, o óleo de nim apresenta na sua composição os ácidos graxos, muito importantes para o funcionamento normal do organismo humano. O perfil químico dos ácidos graxos do óleo de nim, é caracterizado pela presença dos ácidos oleico, linoleico, palmítico e esteárico (AWOLU; OLONIYO; AYODELE, 2013; CHAUDHARI *et al.*, 2013; DJIBRIL *et al.*, 2015; MULLA *et al.*, 2020; SAHA TCHINDA *et al.*, 2021).

Estes quatro ácidos graxos citados são utilizados em formulações de fármacos no Brasil para tratamento de feridas (FERREIRA *et al.*, 2012) e estão presentes em matérias-primas para produção de fosfolipídicos naturais utilizados em produtos farmacêuticos orais, dérmicos, parenteral e lipossomas (VAN HOOGEVEST; WENDEL, 2014). O ácido linoleico e oleico estão entre os essenciais, pois são responsáveis pela síntese de biomoléculas importantes, porém não são produzidos pelo corpo humano sendo apenas obtidos pela alimentação (BERG *et al.*, 2014). Uma dieta deficiente em ácidos essenciais pode ocasionar problemas de saúde como dermatites, alopecia (perda de cabelos), trombocitopenia (redução de plaquetas) (MOTTA, 2011).

Dessa forma, dada a importância da presença e uso destes compostos, nosso trabalho teve como objetivo geral a extração do óleo das sementes de nim por meio do sistema soxhlet, a caracterização do perfil dos compostos voláteis por microextração em fase sólida modo *headspace*, seguida de análise por cromatografia gasosa acoplada a espectrometria de massas HS-MEFS/CG-EM e dos ácidos graxos por cromatografia gasosa com detector de ionização em chamas CG-DIC. Ademais, realizou-se a problematização do impacto do nim no contexto econômico e biológico.

2 FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA

2.1 Contexto econômico

Na composição da *Azadirachta indica* foi identificado cerca de 400 de compostos, que são classificados em isoprenóides que são substâncias possuem em sua estrutura unidades de isopreno (C_5H_8) ligadas na sequência cabeça-a-cauda e não isoprenóides que são as classes de compostos químicos como os flavonoides, ácidos graxos e compostos organossulfurados, algumas dessas substâncias possuem atividade biológica conhecida (AHMAD *et al.*, 2019; FELIPE; BICAS, 2017; GOPINATH; KARTHIKEYAN, 2021). Dentre as moléculas com funções conhecidas estão o nimbin que possui propriedades, tais como, antissépticas, anti-inflamatórias e fungicidas (GUPTA *et al.*, 2017); e a azadirachtina com atividade pesticida (KUMAR; MEHTA; PATHAK, 2018). Devido os vários compostos no nim e suas atividades biológicas (BABY *et al.*, 2022), essa árvore serve como matéria prima para produtos como sabonetes, creme facial, xampu, condicionador, pasta de dente, pesticidas, fertilizante e biomassa (AHMED; BAMOFLEH; MUNSHI, 1989; GOPINATH; KARTHIKEYAN, 2021; LIN *et al.*, 2021; SILVA, 2019).

Devido à preocupação com impactos ambientais e saúde humana causado por pesticidas sintéticos, os inseticidas vegetais ganharam espaço como alternativa para essa demanda (MATIAS *et al.*, 2021; MORAIS; MARINHO-PRADO, 2016). A árvore nim é uma referência entre os pesticidas naturais devido seus fitoquímicos. No século XX foi o pesticida botânico com maior interesse em pesquisa e comercialização (ISMAN, 1997, 2004).

Apesar dos pesticidas sintéticos serem os mais vendidos, os pesticidas naturais são a solução para países em desenvolvimento pelo grande impacto da contaminação em humanos e animais, agricultura orgânica ou qualquer situação em que há risco de contaminação por pesticida sintético de forma direta e indireta (ISMAN, 2008), dessa forma o uso do nim, principalmente o óleo da semente como pesticida natural demonstra ter um grande potencial para controle de pragas e para desenvolvimento sustentável (GUPTA, 2022).

Em 1985 foi aprovado o primeiro pesticida a base de azadirachtina em nome da empresa Vikwood Botamcals, no Estudos Unidos pela Agência de Proteção Ambiental

dos EUA (EPA) (WALTER, 1999). Entre as patentes registradas mundialmente, as três maiores segundo Girish e Shankara (2008) são de proteção de cultivos (63 %), cuidados de saúde (13 %) e industriais (5 %). Os países Estados Unidos, Índia, Rússia, Japão, Austrália, Brasil e outros possuem registros de patentes de produtos à base de nim. Os produtos brasileiros são os fertilizantes e pesticidas (CAMPOS *et al.*, 2016).

A maioria das patentes registradas são para proteção de cultivos, isso indica que existe um aumento no interesse por biopesticidas, este segmento cresceu 10 % globalmente (KUMAR; SINGH, 2015) e estimasse que continuará se desenvolvendo cerca de 15 % a cada ano, sendo possível ultrapassar o crescimento de pesticidas sintéticos (MARRONE, 2014). O mercado de pesticida já lucrou U\$ 56 bilhões e do biopesticidas U\$ 3 bilhões (MARRONE, 2014), e está previsto um aumento de produção de “US\$ 8,82 bilhões nos Estados Unidos até 2022, US\$ 8 bilhões na Europa até 2024 e US\$ 1,363 bilhão na China até 2025” (AZIZBEKYAN, 2019, p. 2). Entre os biopesticidas, os que possui maior destaque no comércio são os que contém a substância azadiractina na fórmula do produto (KILANI-MORAKCHI; MORAKCHI-GOUDJIL; SIFI, 2021).

Entretanto, o mercado de pesticida orgânico pode enfrentar o obstáculo do monopólio das indústrias agroquímicas, pois estas empresas realizam fusões e aquisições com a finalidade de permanecerem consolidadas no mercado, dessa forma, diminuem a concorrência e ofertam no mercado soluções mais lucrativas e que não prezam pela sustentabilidade econômica (FABER, 2020).

As multinacionais Bayer, Basf e Syngenta investem em soluções biopesticidas, realizando contrato de venda de soluções biológicas com vários países, criação de departamento e realizando aquisições e fusões com outras empresas, dessa forma demonstram interesse nesse segmento (AZIZBEKYAN, 2019). Cabe as agências reguladoras avaliar essas novas tecnologias com base em várias fontes confiáveis além das disponibilizadas pelas empresas e não submeter a qualquer tipo de interesse para garantir a segurança pública do uso de novos produtos (MEGHANI, 2021).

O material obtido após a extração óleo, conhecido como torta ou bolo do nim, é utilizado como fertilizante, possui a capacidade de aumentar a matéria orgânica e de inibição da nitrificação, diminuindo a perda de nitrogênio (LOKANADHAN; MUTHUKRISHNAN; JEYARAMAN, 2012; VERMA; ROSHAN, 2015). A torta de nim também pode ser utilizada combinado com outros fertilizantes orgânicos e inorgânicos, para aumentar os benefícios. A combinação com fertilizantes inorgânicos, permite com a

planta tenha acesso mais rápido aos nutrientes e com o bolo de nim forma lenta (EIFFEDIYI *et al.*, 2017).

Na Índia houve a permissão da indústria realizar 100 % do revestimento da ureia com nim, devido o melhor aproveitamento do nitrogênio como fertilizante e redução da formação de óxido nitroso, e este composto colabora com o aquecimento global (PRASAD; PRASAD, 2018). Atualmente o Brasil é um grande importador de fertilizantes, dessa forma existe o risco da falta destes suplementos diante alguma adversidade no cenário mundial, como no caso do conflito entre a Ucrânia e Rússia onde o fertilizante russo foi limitado pelo governo a exportação. Dessa forma, considera-se o uso do nim como alternativa de suprir as demandas da produção agrícola brasileira.

2.2 Botânica

O nim ou neem possui nome científico *Azadirachta indica* A. Juss natural de Mianmar (antiga Burma) e da região do subcontinente indiano. A árvore nim é utilizada a mais de 2000 anos na Índia como defensivo agrícola, uso medicinal para humanos e animais; é utilizado também em cosméticos, adubo e paisagismo (BRITO *et al.*, 2006; MOSSINI; KEMMELMEIER, 2005; NEVES; OLIVEIRA; NOGUEIRA, 2003). Através de estudos, sabe-se que os seguintes compostos possuem atividade biológica e são encontrados no nim: flavonoides, catequinas, antocianinas, quercetinas, saponinas, taninos, limonóides, ácido gálico e outros polifenóis menores (ISLAS *et al.*, 2020).

Entre as substâncias que foram identificadas na árvore que possuem ação inseticida sabe-se que a azadiractina tem maior eficiência, além disso, esse composto está disponível em todas as partes da planta (PAULO, 2017), no entanto, as sementes tem a maior concentração de azadiractina que pode variar com condições ambientais e genéticas, as folhas também são utilizadas para produzir extrato para combater pragas (SCHMUTTERER, 1990).

O conhecimento da existência do nim pelo mundo ocidental aconteceu por meio do entomologista Heinrich Schmutterer em 1959, após observar que os gafanhotos não atacavam as árvores da espécie *Azadirachta indica* no deserto do Sudão. Com os conhecimentos adquiridos, Schmutterer presidiu diversas palestras ao redor do mundo, iniciando na Alemanha em 1980. Dessa forma, interesse sobre as propriedades do nim faz

com que pesquisas em todo mundo sejam realizadas (ISMAN, 2004; MONDAL; CHAKRABORTY, 2016).

“No Brasil, as primeiras introduções feitas de forma oficial foram pela Fundação Instituto Agrônomo do Paraná (Iapar), em 1986, com sementes procedentes das Filipinas e, em 1989, com sementes da Índia, Nicarágua e República Dominicana” (NEVES; CARPANEZZI, 2008, p. 1). Com o potencial econômico devido suas características, no final dos anos 90, o nim passou a ser cultivado em diversos estados, do sudeste, sul, nordeste, centro-oeste e norte (incluindo Tocantins) (NEVES; CARPANEZZI, 2009). Entretanto, nessa introdução em maior parte, não houve o acompanhamento técnico de instituição especializada, não sabendo a forma de cultivo e também a qualidade dos produtos à base de nim (CARPANEZZI; NEVES, 2010).

Há registro de plantações de nim em algumas regiões brasileiras, na região da Mata Mineira-MG (SOUZA *et al.*, 2021), Brejinho de Nazaré-TO (PENTEADO *et al.*, 2011), Catanduva-SP e Barreiras-Ba (BITTENCOURT *et al.*, 2009). Contudo, essa espécie de árvore pode proliferar rapidamente, mesmo que plantada, em pequenas quantidades como é no caso da cidade de Araguaína-TO onde encontra-se em toda região, isso ocorre devido adaptação aos biomas Cerrado, Caatinga, Floresta Amazônica e Mata Atlântica (SANTOS *et al.*, 2020).

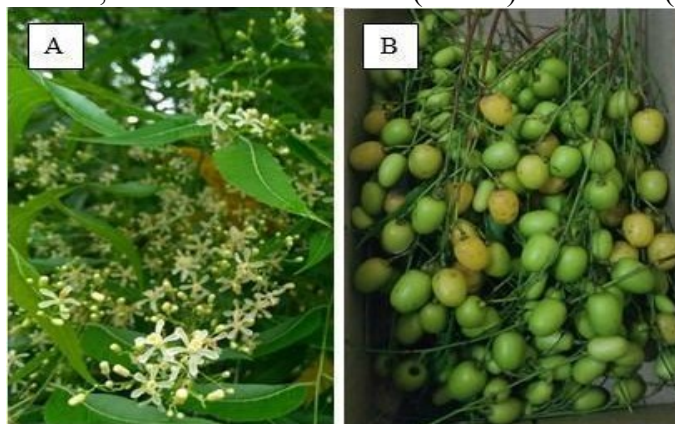
A *Azadirachta Indica* A. Juss, Figura 1, é uma árvore que se desenvolve em regiões tropicais e subtropicais, sob temperaturas entre 48-50 °C, mas seu desenvolvimento é afetado em temperaturas abaixo de 14 °C. A árvore suporta secas prolongadas, sem exigências de solos ricos em nutrientes, mas não tolera solos úmidos e salinos. O nim pode atingir a altura de até 15 m, entretanto, dependendo das condições climáticas e solo pode atingir até 25 m (LOGANATHAN *et al.*, 2021; NEVES; OLIVEIRA; NOGUEIRA, 2003).

Figura 1 - *Azadirachta Indica* A. Juss

Fonte: Autoria própria (2022).

As folhas são verdes-escuras (NEVES, 2004), “compostas e imparipinadas aglomeradas nos extremos dos ramos, simples e sem estípulas” (BITTENCOURT, 2013, p. 5). “O fruto é uma baga ovalada com 1,5 a 2,0 cm de comprimento e, quando maduro, apresenta polpa amarelada e casca (tegumento) branca dura contendo um óleo marrom no interior de uma ou, raramente, em duas sementes.” (NEVES; OLIVEIRA; NOGUEIRA, 2003, p. 2). As flores são brancas, aroma doce-perfumado, hermafroditas, 1,5 mm de comprimento e as pétalas 6 mm de comprimento (LOGANATHAN *et al.*, 2021; NEVES; OLIVEIRA; NOGUEIRA, 2003), floresce de janeiro a maio (NICOLETTI; MURUGAN, 2013).

Figura 2 - A – Flores; B – sementes imaturas (verdes) e maduras (amarelas) de nim



Fonte: Autoria própria (2022).

Segundo Gruber (1992) entre as condições ideais para frutificação, estão a precipitação anual de 800-1800 mm e pH do solo entre 6,5 a 7,5. A frutificação ocorre uma

vez por ano, mas em condições de baixa precipitação e em temperatura de 30 °C é possível que haja duas vezes (OLIVEIRA *et al.*, 2005). Após 75 dias da abertura das flores, os frutos podem amadurecer (NEVES; CARPANEZZI, 2008), dessa forma, deve tomar devida atenção para colheita, tendo em vista que após amadurecer os frutos caem.

Condições tais como; tipo de solo, genótipo da árvore, localização geográfica, clima de desenvolvimento da árvore e estágio de maturação dos frutos são fatores que afetam o rendimento do óleo da semente de nim (CHAUDHARY *et al.*, 2021; NZIKOU *et al.*, 2009; SAHA TCHINDA *et al.*, 2021).

2.3 Principal fitoquímico com atividade inseticida

A azadiractina é categorizada como limonóide que pertence a classe dos terpenóides conhecidos como isoprenóides, os limonóides são a maioria dos compostos caracterizados na semente de nim (GUMIERO, 2008; LUDWICZUK; SKALICKA-WOŹNIAK; GEORGIEV, 2017; SILVA *et al.*, 2007). A azadiractina possui a fórmula química C₃₅H₄₄O₁₆, massa molecular 720,72 g/mol, 16 centro estereogênicos, ponto de fusão de 154-158 °C e absorção máxima no ultravioleta 215 e 217 nm (LOGANATHAN *et al.*, 2021; MORGAN, 2009).

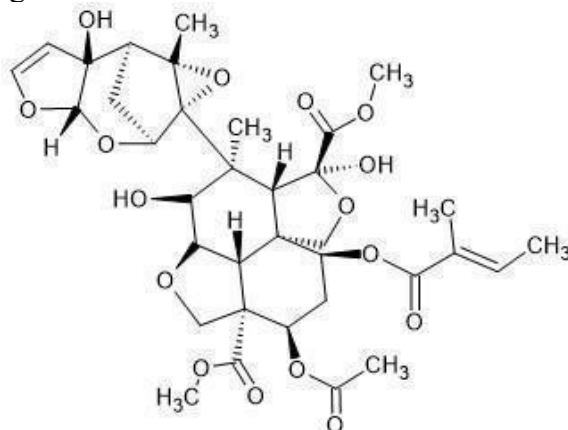
O primeiro isolamento da azadiractina aconteceu em 1968 (VEITCH; BOYER; LEY, 2008) por J. H. Butterworth e E. D. Morgan que tinham conhecimento que a *Azadirachta indica* A. Juss é um repelente alimentar de gafanhotos (e vários outros insetos) dessa forma atribuíram o nome da substância de azadiractina (BUTTERWORTH; MORGAN, 1968), em 1972 publicaram trabalho com a primeira elucidação estrutural contendo alguns elementos do composto (BUTTERWORTH; MORGAN; PERCY, 1972). Em 1975 a estrutura completa foi identificada (ZANNO *et al.*, 1975), alguns anos seguintes novas estruturas foram propostas (MORGAN, 2009) e em 1986 a estrutura elucidada pelo método de difração de raio-x de cristal único permitiu maior confiabilidade na estrutura do composto (BROUGHTON *et al.*, 1986).

A estrutura da molécula Azadiractina possui os seguintes grupos:

A azadiractina possui 16 estereocentros, 7 quaternários e 9 secundários, bem como 4 grupos éster diferentes, 2 grupos hidroxí (um pertencente a um sistema

de anel hidroxildihidrofurano extremamente sensível a ácidos), um semiacetal sensível a ácidos e bases e um difícil acesso ao epóxido. Esta complexidade estrutural e sensibilidade da molécula alvo torna a síntese total de azadiractina um enorme desafio (JAUCH, 2008, p. 34).

Figura 3 - Estrutura molecular da Azadiractina



Fonte: Aatoria própria (2022).

Como sabemos, as próximas gerações das pragas que são combatidas com inseticidas químicos podem desenvolver resistência ao produto, no caso do biopesticida à base de nim, essa consequência é considerada pouco provável devido ao fato de existirem vários modos de ações e compostos com atividade biológica (KOUL, 2004a). Apesar dessas vantagens, a azadiractina possui certas limitações, pois pode sofrer fotodegradação e é sensível a ácido e base (FLORES-CÉSPEDES *et al.*, 2015; LEY; DENHOLM; WOOD, 1993).

Os pesticidas naturais possuem várias classes de substâncias que provocam a sinergia, e isso é observada em vários estudos, dessa forma adquiram-se mais benefícios tais como ampliar a quantidade de insetos alvos, maior eficácia no combate de pragas e redução da possibilidade de resistência na população de insetos (AKHTAR; ISMAN, 2013). No caso dos produtos à base de nim é observado uma melhor eficácia nos derivados do extrato de nim contendo além da azadiractina outros compostos bioativos (BOMFORD; ISMAN, 1996; FENG; ISMAN, 1995), isso é possível devido a outros limonóides presentes na composição do extrato (ISMAN *et al.*, 1996).

Devido às sementes serem uma fonte rica em azadiractina (onde é presumido uma grande eficácia sobre a maioria das pragas), elas são utilizadas na produção do óleo, que é considerado produto principal (CAMPOS *et al.*, 2016). Dentre os resultados encontrados no óleo de nim são: inibir o crescimento de insetos, afastar a presença de insetos,

causar infertilidade, efeito anti-alimentar, redução da ingestão de alimentos, esterilidade de ovos (ASCHER, 1993; KRIST, 2020); no entanto, não é observado toxicidade em vertebrados (MORGAN, 2009).

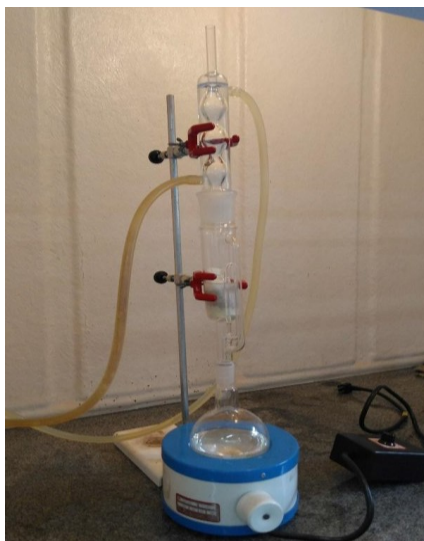
2.4 Extração do óleo de nim

Existem várias técnicas de extração, nos quais podem ser citadas: prensagem a frio e prensagem a quente (SAVOIRE; LANOISELLÉ; VOROBIEV, 2013), extração com fluido supercrítico (UWINEZA; WAŚKIEWICZ, 2020), hidrodestilação (SOUZA; ESPINHEIRA; MARQUES, 2019), maceração, extração com ultrassom e soxhlet (BENELLI, 2012). No entanto, dentre as técnicas supracitadas, o soxhlet é o método mais utilizado em escala laboratorial (RANDALL *et al.*, 2012).

O método de extração de soxhlet (Figura 4) é considerado como de lixiviação, trata-se de uma técnica que utiliza solvente para extrair os compostos da amostra (LUQUE DE CASTRO; PRIEGO-CAPOTE, 2010). Existem vantagens em relação a essa técnica, algumas delas são: repetição em ciclos do solvente na extração da amostra, não há necessidade de filtração após o processo de extração e a temperatura do sistema permanece alta, devido suas características. Dentre os pontos negativos, estão: tempo para extração elevado (cerca de 2 horas); degradação das substâncias termolábeis, devido à temperatura usada ficar próxima ao ponto de ebulição do solvente (extrator); a necessidade de mais uma etapa de evaporação do solvente contido na amostra após a extração (LÓPEZ-BASCÓN; LUQUE DE CASTRO, 2020).

O hexano é o solvente mais utilizado na extração por solvente devido ser apolar permitindo extrair os lípidos, hidrocarbonetos e glicérides em temperaturas não muito altas, possui baixo custo e é inerte ao óleo de nim (CHAUDHARY *et al.*, 2021). No nosso trabalho utilizou-se o solvente hexano, devido ter o ponto de ebulição ser menor que o etanol, outro solvente que pode ser utilizado na extração do óleo, dessa forma gasta-se menos energia no processo de rotaevaporação e diminui a possibilidades de degradar alguma substância volátil.

Figura 4 - Sistema soxhlet



Fonte: Autoria própria (2022).

O óleo extraído por sistema soxhlet em trabalhos científicos apresenta resultados satisfatórios. Tesfaye e Tefera (2017) realizaram três extrações com os seguintes solventes e misturas de solventes orgânicos: n-hexano, etanol e etanol-hexano. Os maiores rendimentos, considerado o menor tempo, são da combinação etanol-hexano e somente hexano, nos valores respectivamente de 43,71 % e 40,35 %, sendo o último obtido em menor tempo. No estudo realizado por Saha Tchinda *et al.* (2021) foi avaliado o rendimento do óleo de nim entre as técnicas ultrassom, micro-ondas, soxhlet e a sua composição química ao final de cada processo. O resultado de maior rendimento foi obtido empregando a técnica soxhlet, cerca de 59 %, e os conteúdos fenólicos não foram muito distintos em composição em relação a ultrassom e micro-ondas. Outros artigos mostram rendimentos de 54,69 % (OJEWUMI *et al.*, 2021) e 13,33 % hexano (Y *et al.*, 2019) do óleo extraídos com solvente hexano.

2.5 Aspectos organolépticos do óleo da semente de nim

O óleo da semente do nim contém uma cor marrom-amarela que varia de claro a escuro, é amargo e exala um aroma semelhante ao de amendoim e alho (ALI *et al.*, 2013; DE GROOT; JAGTMAN; WOUTERSEN, 2017). A característica amarga do óleo é resultado da presença dos compostos *nimbinin*, *nimbin*, *nimbidiol* e *nimbidin*, esse último composto é obtido por processo de hidrólise, forma ácido nimbinia que contém enxofre e

é responsável pelo sabor amargo. Os compostos mencionados são responsáveis pelo aroma, assim como também os compostos que são constituídos de enxofre (CHAUDHARI *et al.*, 2013; FERNANDES, 2014; RUKMINI, 1987).

De acordo com Balandrin, Lee e Klocke (1988) os compostos organosulfurados voláteis têm um provável papel de defesa química nas sementes contra invasores, dessa forma é usado como inseticida, da mesma forma que a folha possui voláteis que permitem usá-la como defensivo contra pragas. Do mesmo modo, atribui-se parcialmente as propriedades de antibiótico e farmacológicas aos voláteis organosulfurados.

Rao e Seshadri (1942) relatam que os trabalhos que estudaram a composição de ácidos graxos possuem resultados similares, e os ácidos graxos em maior proporção são o ácido linoleico, oleico, palmítico e esteárico. O ácido linoleico e oleico estão entre os essenciais, pois não são produzidos pelos humanos apenas são obtidos pela alimentação e são responsáveis pela síntese de biomoléculas que tem funções importantes para o organismo (BERG *et al.*, 2014; MOTTA, 2011).

Os ácidos palmítico, esteárico e oleico são relatados por Mank e Polonska (2016) como utilizados em cosméticos, eles possuem diferentes funções, respectivamente: emulsificante e emoliente; auxilia na restauração da pele e responsável pelo reparo da barreira da epiderme e conservar a umidade.

O perfil de ácido graxo do óleo de nim assemelha-se de óleo de sementes de outros vegetais, tais como gergelim (*Sesamum indicum* L.), *Camellia Oleifera*, *Opuntia ficus-indica*, cacto, *Punica granatum* L. e algodão, os ácidos linoleico e oleico são os mais concentrados seguido dos palmítico e esteárico na maioria dos casos citados (CIRIMINNA *et al.*, 2017; DE WIT; HUGO; SHONGWE, 2018; LUKONGE; LABUSCHAGNE; HUGO, 2007; MA *et al.*, 2011; MELGAREJO *et al.*, 1995; UZUN; ARSLAN; FURAT, 2008).

Figura 5 - Óleo da semente de nim



Fonte: Autoria própria (2022).

2.6 Métodos de análise cromatográfica

2.6.1 Cromatografia Gasosa acoplada a Espectrometria de Massas (CG-EM)

A cromatografia gasosa (CG) trata-se de uma técnica capaz de separar substâncias voláteis por diferença de tempo de eluição a partir da interação entre uma fase estacionária (fixa) e fase móvel (gasosa), após aquecimento no momento da injeção. Emprega-se esta técnica devido a capacidade de análise de várias substâncias de uma amostra (de acordo com as propriedades das moléculas), devido seu poder de resolução e com concentrações em torno de picograma e miligramas é possível obter resultados quantitativos, devido sua sensibilidade (COLLINS; BRAGA; BONATO, 2006).

A espectrometria de massas (EM) é uma técnica que permite identificar os compostos separados previamente pela cromatografia gasosa, e ocorre a partir conversão das substâncias da amostra em íons e a fragmentação pela fonte de ionização do EM. Posteriormente os íons são selecionados pelo analisador de acordo com sua razão massa/carga (m/z). A última etapa, os íons separados são detectados e o sistema produz um gráfico contendo a intensidade do íon em relação a (m/z) (SKOOG; HOLLER; NIEMAN, 2002). A aplicação dessa técnica é bastante ampla, na área da química, farmacologia, médica, forense entre outros, pois trata-se de moléculas orgânicas, sendo, portanto, abrangente (PAVIA *et al.*, 2010).

Com a técnica de microextração de fase sólida (MEFS) realiza-se tratamento de amostra sem precisar de solvente, amostragem e extração de uma pequena porção de substâncias com mínima quantidade do analito de forma simples, em pouco tempo e em uma única etapa (DELGADO *et al.*, 2010; OUYANG; VUCKOVIC; PAWLISZYN, 2011; PENG *et al.*, 2022).

Para extração das substâncias voláteis uma das técnicas utilizadas é o sistema *headspace* (HS) com a microextração de fase sólida, que consiste em expor a fibra no *holder* ao *headspace* da amostra em um recipiente fechado, de forma que capture as substâncias voláteis liberados da amostra na parte superior do frasco. Essa técnica protege a coluna de substâncias não voláteis, prolongando o tempo útil de vida da coluna cromatográfica e não exige etapa de purificação da matrix (AULAKH *et al.*, 2005; MONTEIRO, 2012).

Dessa forma, essa técnica HS-MEFS pode ser empregada com CG-EM, sendo que é bastante utilizado para analisar substâncias voláteis de plantas (BURZYNSKI-CHANG *et al.*, 2018). Outro modo de análise é a injeção direta por solvente, utiliza-se quando a amostra possui compostos simples sendo estável termicamente (KYLE, 2017; POOLE, 2021). Além disso, algumas substâncias podem ser detectadas na injeção no modo direto e não pela MEFS.

Considerando as capacidades analíticas supracitadas de cada técnica, o método CG-EM é capaz de analisar variedades de compostos voláteis de diferentes classes químicas no óleo de nim, tais como: alcalóides, terpenos, fenóis, aminas, hidrocarbonetos, flavonoides, ésteres, compostos sulfurados, ácidos graxos e curaminas (PERERA; KARUNARATNE; CHINTHAKA, 2018; TULASHIE *et al.*, 2021). Dentre esses, alcalóides, flavonoides, fenóis e terpenos são conhecidos pelas atividades benéficas à saúde e bio-pesticida (DILLARD; GERMAN, 2000; EGBUNA *et al.*, 2018).

O estudo realizado por Tulashie *et al.* (2021) detectaram cerca de 34 compostos, os compostos voláteis com maior composição percentual são: esqualeno (21,61 %); oleato de etila (18,99 %); octadecanoato de etila (14 %) e hexadecanoato de etila (12,9 %).

Voláteis de sementes de nim foram capturados por fibra MEFS e analisados por CG-EM, obteve 4 compostos majoritários, (z)-9,17-octadecadienal (25,47 %), ácido palmítico (24,34 %), 5-cloroindol (10,27 %) e 2-metoxitiofeno (3,44 %) (SHIVASHANKAR; ROY; MOORTHY, 2012).

Algumas substâncias voláteis citadas possuem propriedades conhecidas, o esqualeno é um antitumoral, anticâncer, antioxidante, previne doenças cardiovasculares, diminui o nível de LDL no sangue e os danos na pele ocasionados pela radiação UV (LOZANO-GRANDE *et al.*, 2018; NARAYAN BHILWADE *et al.*, 2010).

O hexadecanoato de etila funciona como antioxidante, antihemolítico, hipocolesterolêmico, nematocida e antiandrogênico (TYAGI; AGARWAL, 2017). Já o (z)-9,17-octadecadienal possui atividade antibacteriana (MEHRANIAN *et al.*, 2017).

2.6.2 Cromatografia Gasosa com Detector de Ionização em Chamas (CG-DIC)

No detector de ionização em chamas (DIC), os compostos a serem analisados são ionizados por uma chama originada da combustão da mistura de hidrogênio e ar, e depois os íons são detectado por um eletrodo (MONTEIRO, 2012).

O detector de ionização em chamas é usualmente empregado em cromatógrafo gasoso devido sua simplicidade, sensibilidade, robustez e por ser universal (BAI; CARLTON JR.; SCHUG, 2018; BICCHI *et al.*, 2008). Este detector é considerado universal, porque responde a uma variedade de compostos orgânicos com a vantagem da análise não sofrer interferência das impurezas do gás de arraste e alterações das condições analíticas, por exemplo, a pressão. (ANYAKUDO; ADAMS; VAN SCHEPDAEL, 2020; MONTEIRO, 2012; SILVA, 2020).

Ugoeze, Oluigbo e Chinko (2020) detectaram fitoquímicos presentes no extrato das folhas de nim, cerca de 19 compostos, os com maior composição percentual: lunamarina, 21,36 %; sapogenina, 15,79 %; naringenina, 8,99 %; antocianina, 7,70 % e oxalato, 7,10 %. Em outro trabalho realizado por Ugoeze *et al.* (2021) na análise de fitoquímicos do extrato das folhas, os que contém maior concentração são: linamarina, 41,08 µg/mL; sapogenina, 30.36 µg/mL; naringenina, 17.30 µg/mL; antocianina, 14.81 µg/mL e oxalato, 13.66 µg/mL.

Nwankwo *et al.* (2021) fizeram a caracterização química do extrato da folha do nim, cerca de 18 metabólitos foram encontrados, entre eles estão: tanino, flavona, canferol, catequina, fenol, sapogina e antocianina com maior área.

Algumas das substâncias detectadas por CG-DIC tiveram suas atividade biológicas relatadas, a sapogenina é anti-inflamatória, antinociceptiva, e antioxidante (PASSOS *et al.*, 2022). A naringenina possui ação anti-inflamatória, antioxidante e aplicação terapêutica contra doenças cardiovasculares, neurológicas, gastrointestinais e reumatológicas (RANI *et al.*, 2016).

A antocianina tem efeitos terapêuticos tais como anticancerígeno, no sistema nervoso, circulatório, digestivo, imunológico, urinário, sensorial e endócrino (LIU *et al.*, 2021). Enquanto, oxalato é um antinutriente impede a absorção do cálcio, formando oxalato de cálcio (UGOEZE; OLUIGBO; CHINKO, 2020).

Na literatura, o perfil de ácidos graxos no óleo de nim majoritariamente constituído de ácidos oleico, ácido linoleico e em menores concentrações ácido palmítico, ácido

esteárico e também pode ser encontrado ácido linolênico (CHAUDHARI *et al.*, 2013; DJIBRIL *et al.*, 2015; GOSSÉ *et al.*, 2005; MULLA *et al.*, 2020; RUKMINI, 1987; SAHA TCHINDA *et al.*, 2021; SHINA *et al.*, 2022).

3 OBJETIVOS

3.1 Objetivos gerais

- Extrair e caracterizar quimicamente o óleo de semente de nim (*Azadirachta indica*).

3.2 Objetivos específicos

- Extrair o óleo de sementes de nim utilizando o sistema soxhlet e solvente hexano;
- Detectar os compostos voláteis do óleo de nim por CG-EM;
- Quantificar os ácidos graxos do óleo de nim por CG-DIC;
- Comparar o perfil graxo entre o óleo extraído da semente e comercial de nim;
- Caracterizar e refletir sobre o contexto econômico e biológico da *Azadirachta indica*.

4 PROCEDIMENTOS EXPERIMENTAIS

4.1 Coleta das sementes de nim

As sementes de nim foram coletadas nos meses de novembro e dezembro de 2021, na Universidade Federal do Norte do Tocantins (UFNT) unidade Cimba (-7.181285262491843, -48.19801163546441) em Araguaína-Tocantins. As sementes maduras foram despulpadas usando uma peneira comum de nylon, e logo depois secas, sob o sol, por cerca de 18 dias. Já, as sementes imaturas eram reservadas separadamente, por uma semana, até se tornarem totalmente maduras para depois serem despulpadas. Após todas as sementes despulpadas, foram levadas para a UFNT unidade Escola de Medicina Veterinária e Zootecnia (EMVZ), e adicionadas em uma estufa de secagem com circulação de ar por 55 °C por 72 horas.

4.2 Extração do óleo

Depois de secas, as sementes foram descascadas e maceradas quantidade suficiente para a extração, utilizando-se um almofariz (gral) com pistilo de porcelana e reduzidas a grãos como mostra a Figura 6.

Figura 6 - Semente de nim macerada



Fonte: Autoria própria (2022).

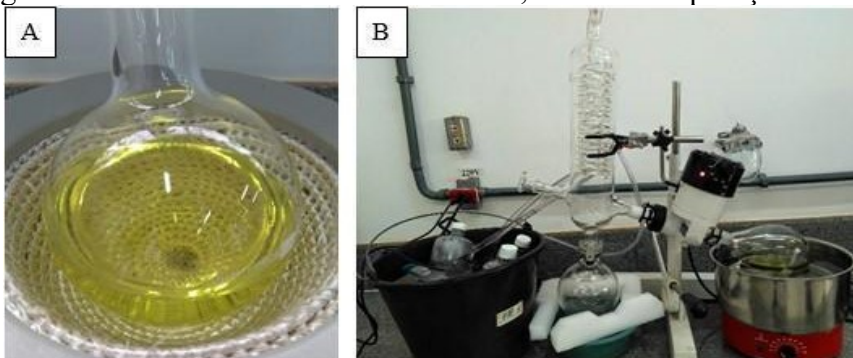
A massa da amostra macerada foi medida, cerca de 11,0 g, em balança analítica (Modelo AUY220, marca Shimadzu), em seguida transferidas para o cartucho de filtro de papel, como mostra a Figura 7, e depois introduzido no sistema de extração soxhlet. O solvente utilizado para extrair o óleo foi o n-hexano grau analítico P.A., onde realizou no total 8 ciclos de extrações. Ao terminar a extração a amostra foi levada para o rota- evaporador (marca Lucadema, modelo Luca-EV01) com banho de aquecimento (marca Fisatom e modelo 550) com capacidade de 4 litros, empregando balões de evaporação de 100 a 2000 mL, ilustrado conforme a Figura 8. Após a evaporação do solvente hexano, transferiu-se o óleo para um béquer e adicionou-se sulfato de sódio anidro para retirada de resquícios de água na amostra. Depois, filtrou-se a amostra contendo o sal, em papel filtro, e pesou-se a massa residual em balança analítica e calculou-se o rendimento do óleo.

Figura 7 - Cartucho com amostra de nim



Fonte: Autoria própria (2022).

Figura 8 - A - Amostra extraída no soxhlet; B - rota-evaporação do óleo



Fonte: Autoria própria (2022).

O cálculo do rendimento do óleo foi obtido pela Equação 1:

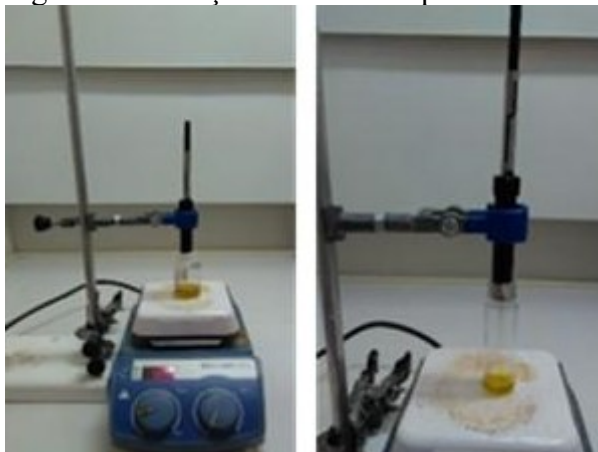
$$\text{Rendimento do óleo} = \frac{\text{Massa do óleo}}{\text{Massa do amostra}} \times 100\% \quad \text{Equação (1)}$$

4.3 Análises cromatográficas

4.3.1 Microextração em fase sólida por headspace (HS-MEFS)

Para o preparo da amostra por HS-MEFS, pesou-se cerca de 1,2635 g do óleo de nim e transferiu-se para um *vial* para *headspace* de 10 mL de vidro transparente com tampa de silicone. Posteriormente, colocou-se o *vial* sobre o agitador magnético (Modelo, IKA C-mag HS 4) por 15 minutos a uma temperatura aproximada de 45 °C monitorada com termômetro infravermelho (modelo ST-600, marca Incoterm). Depois, inseriu-se a agulha do *holder* no *vial*, expondo a fibra MEFS (revertida por filme de carboxen/polidimethylsiloxano) ao *headspace* do *vial* por 15 minutos para capturar os voláteis (Figura 9). Em seguida, recolheu-se a fibra, retirou-se o *holder* do frasco e transferiu-se para o CG-EM para análise dos voláteis (Figura 10).

Figura 9 - Extração dos voláteis por HS-MEFS



Fonte: Autoria própria (2022).

Para separação das substâncias voláteis, utilizou-se o cromatógrafo a gás acoplado ao espectrômetro de massas (CG-EM *Agilent Technologies 7890B CG system* e o EM 5977B MSD) (Figura 10). Antes de realizar a corrida cromatográfica, efetuou-se o condicionamento da fibra de MEFS de acordo com as condições recomendadas do manual. A configuração da corrida cromatográfica foi otimizada da literatura para óleos e alimentos: injetor, 250 °C; temperatura do forno inicial 40 °C, com uma taxa de aumento 4 °C/min até os 220 °C e após 20 °C/min finalizando em 280 °C, a corrida teve com tempo total 50 minutos; a temperatura da fonte de ionização foi 230 °C e quadrupolo 150 °C. O

gás de arraste foi o hélio (99,999 % de pureza) modo de injeção *split* 1:50, injeção manual; a coluna foi do tipo capilar HP-5MS (5 % fenilmetilpolissiloxano) com dimensões 30 m x 25,0 μm x 0.25 μm . A fonte de ionização do espectrômetro de massas emiti uma energia ionização de 70 eV.

Para a identificação dos compostos utilizou a biblioteca NIST 2014 presente no programa disponibilizado pela *Agilent* e o NIST *Chemistry Book on the Web*, a confirmação ocorreu por cálculo e confirmação por referência do índice de *Kovats*.

Figura 10 - Injeção manual da amostra com a fibra MEFS no CG-EM



Fonte: Autoria própria (2022).

Para análise do óleo no modo de injeção automática com solvente, dilui-se o óleo na razão 1/100 em hexano (V/V) empregando de uma micropipeta 10-100 μL e 100-1000 μL . A injeção ocorreu no modo *split* 1:50, e cerca de 1 μL da amostra foi injetada de forma automática utilizando uma seringa de vidro de 10 μL . As condições cromatográficas empregadas foram otimizadas de acordo com o trabalho de Hossain *et al.*, 2013. A temperatura inicial do forno foi 45 °C, permanecendo por 3 minutos, com taxa de aquecimento 3 °C/minuto, até atingir 150 °C com variação de 20 °C/minutos finalizando em 250 °C, o tempo de análise com duração de 48 minutos. A temperatura do injetor, 155 °C e fonte de ionização 230 °C e quadrupolo 150 °C. No espectro de massas a energia de ionização é de 70 eV utilizado no sistema de ionização de elétrons.

4.3.2 Determinação de índice de Kovats

Uma mistura de padrão de n-alcano (C₇-C₃₀) foi utilizada para determinar o índice de *Kovats* de cada composto detectado na análise dos óleos, através dos tempos de retenção dos n-alcenos, dos compostos e comparando valores da literatura que tenham a mesma fase estacionária da coluna capilar. Os parâmetros das corridas cromatográficas utilizados foram os mesmos das análises dos óleos, exceto para injeção da fibra MEFS, que ocorreu no modo automático. Calculou-se o índice de *Kovats* empregando a Equação (2):

$$IK = \frac{t_r X - t_r N}{t_r N_{+1} - t_r N} \times 100 + n \quad \text{Equação (2)}$$

Onde:

IK: Índice de *Kovats*;

t_rX: Tempo de retenção do composto estudado;

t_rN: Tempo de retenção do alcano N com o valor tempo de retenção (t_r) anterior ao do t_rX;

t_rN₊₁: Tempo de retenção do alcano N com o valor tempo de retenção (t_r) posterior ao do t_rX; e

n: número de átomos de carbono do alcano N com tr anterior ao t_rX.

4.3.3 Cromatógrafo gasoso com detector de ionização de chama (CG-DIC)

Para análise cromatográfica, adicionou-se, em copo de Teflon, 5 g de óleo de mim, 10 mL de metanol e 50 mg de catalisador. O copo foi introduzido em uma autoclave de aço inoxidável a qual foi hermeticamente fechada e colocada em um aquecedor com agitação com temperatura de 150 °C por um período de 4 horas. Após esse tempo, retirou-se o material do copo e centrifugou-se para separar o catalisador do meio reacional. O

excesso de metanol foi evaporado utilizando-se um rotaevaporador, obtendo assim os ésteres metílicos de ácidos graxos.

Pesou-se 114 mg da amostra e adicionou-se 1 mL de clorofórmio. Posteriormente, esterificou-se o óleo e utilizou-se um cromatógrafo a gás CG – *Shimadzu 2010 plus*, com coluna capilar Rtx-Wax, acoplado com detector de ionização de chama (DIC) (Figura 11), injetando-se (1 μL) de amostra e com programação de temperatura da coluna de 210 °C por 50 minutos, a temperatura do DIC de 250 °C e os fluxos de H_2 , de ar e gás de arraste (N_2) 40, 400 e 1,6 mL min^{-1} , respectivamente. Utilizou-se um padrão de óleo de sementes para identificar os ácidos graxos.

Uma amostra comercial de óleo de nim, adquirida numa loja de produtos agropecuários localizada na cidade de Teresina-Pi, foi analisada nas mesmas condições para efeito de comparação com o perfil do óleo extraído das sementes.

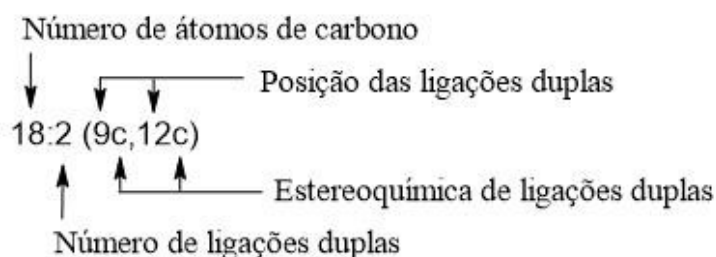
Figura 11 - Cromatógrafo Gasoso com Detector por Ionização de Chama (CG-DIC)



Fonte: A autoria própria (2022).

A Figura 12 mostra a estrutura básica com o símbolo que representa os ácidos graxos de acordo com o número de carbono, insaturação ou saturação e estereoquímica. Para identificar os ácidos graxos utilizou-se os símbolos abordados por Dewick (2009).

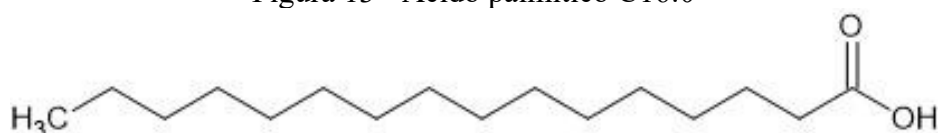
Figura 12 - Explicação da interpretação do símbolo do ácido graxo



Fonte: Dewick (2009).

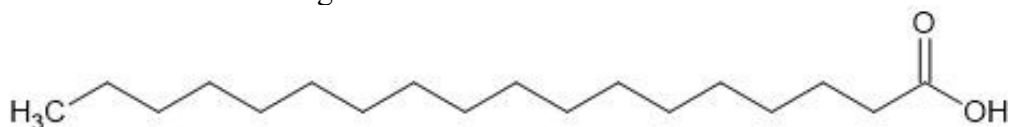
Abaixo estão as figuras das estruturas dos ácidos graxos identificados pelo CG-DIC, e seus respectivos nomes, para o ácido linolênico as figuras são as possíveis estruturas considerando que não é possível saber a estereoquímica do composto pelo equipamento.

Figura 13 - Ácido palmítico C16:0



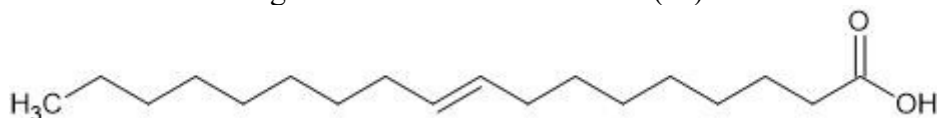
Fonte: Autoria própria (2022).

Figura 14 - Ácido esteárico C18:0



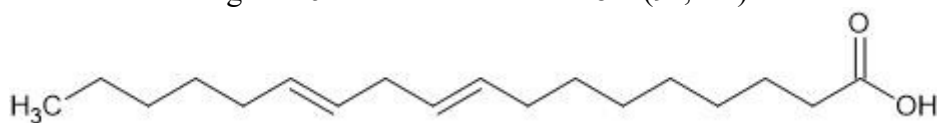
Fonte: Autoria própria (2022).

Figura 15 - Ácido oleico C18:1 (9c)



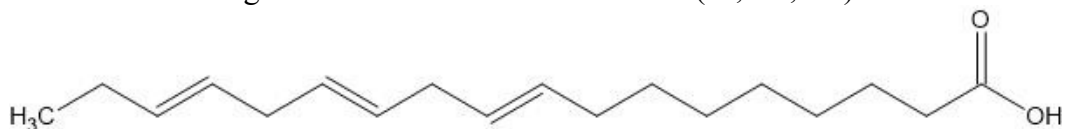
Fonte: Autoria própria (2022).

Figura 16 - Ácido linoleico C18:2 (9c,12c)



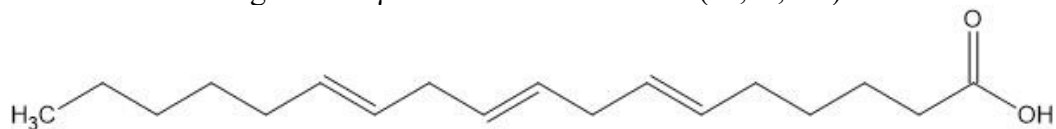
Fonte: Autoria própria (2022).

Figura 17 - α -ácido linolênico C18:3 (9c,12c,15c)



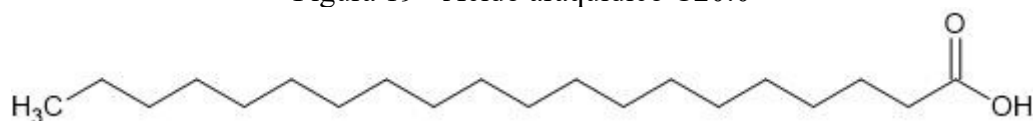
Fonte: Autoria própria (2022).

Figura 18 - γ -ácido linolênico C18:3 (6c,9c,12c)



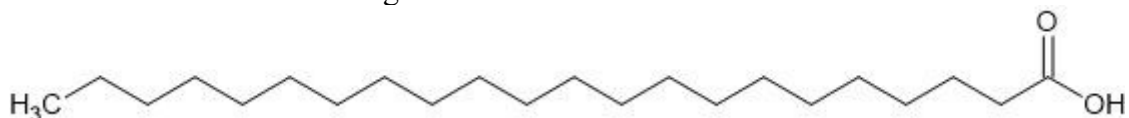
Fonte: Autoria própria (2022).

Figura 19 - Ácido araquídico C20:0



Fonte: Autoria própria (2022).

Figura 20 - Ácido beênico C22:0



Fonte: Autoria própria (2022).

As estruturas dos ácidos graxos representados na Figura 17 e Figura 18 são isômeros, no resultado a identificação está como ácido linolênico por não ser possível presumir a estereoquímica devido o tipo do equipamento.

5 RESULTADOS E DISCUSSÕES

5.1 Rendimento do óleo de nim

Realizou-se duas extrações do óleo de nim através do sistema soxhlet obtidas na UFNT unidade Cimba em Araguaína-Tocantins, a média dos rendimentos foi de 23,73 % \pm 0,07. Na literatura, utilizando a mesma técnica e o solvente hexano, encontrou-se resultados de 38,8 % (YAMI; IBRAHIM; RAJI, 2020), 40,35 % (TESFAYE *et al.*, 2020), 52,3 % (SAHA TCHINDA *et al.*, 2021) e resultados menores, 21,51 % (KAURA; GUPTA; CHOWDHURY, 1998) e 13,33 % (Y; E; A, 2019). Segundo Keneni *et al.*, (2017) o rendimento do óleo do grão é de 25-45 %, dessa forma o óleo obtido está próximo do valor previsto. O rendimento do óleo está relacionado a condições do ambiente de desenvolvimento da árvore, clima, precipitação de chuva, características do solo; genótipo; condições de coleta e armazenamento do material vegetal (FERNANDES *et al.*, 2019; NEVES; CARPANEZZI, 2008; SAHA TCHINDA *et al.*, 2021). Conseqüentemente, essas variáveis impactaram no resultado do rendimento da extração do óleo da semente de nim.

Um dos grandes desafios na amostragem foi a coleta das sementes de nim e o despulpamento das mesmas quando maduras, pois as sementes caem em pouco tempo após amadurecer, então eram retiradas pelo menos as que estavam no começo da maturação. Uma solução seria colocar uma lona embaixo da árvore para coletar as sementes maduras, uma vez que estas na maioria caem sem a casca que a reveste e sem a polpa, sendo em seguida secas ao sol.

Na etapa de extração do óleo de nim pelo sistema soxhlet a maior dificuldade enfrentada foi o controle da temperatura da manta térmica, pois, no regulador do aparelho não havia escala de temperatura adequada, dessa forma, era preciso observar o comportamento do sistema como o momento em que o solvente fervia para controlar a intensidade da extração.

5.2 Análise de substâncias voláteis por CG-EM

Na análise das substâncias voláteis por CG-EM a partir do óleo de nim por injeção direta automática com solvente e por injeção manual com HS-MEFS detectou-se 35 compostos, entre eles os que possuíram maior área percentual relativa foram, na injeção direta: undecano, 13,44 %; dodecano, 8,65 %; (Z)-2-metilpent-2-eno-1-ol, 4,53 %; 2-metilundecano, 4,05 %; 2-metildecano, 3,08 % e etilbenzeno 2,93 %. Os compostos com maior área percentual capturados por HS-MEFS foram: undecano, 7,57 %; 1,3-dimetilbenzeno, 7,44 %; tolueno, 5,35 %; etilbenzeno, 3,94 %; dodecano, 3,41 % e decano, 3,45 %.

Foram identificados na injeção automática com solvente cerca de 5 compostos pertencentes à função de hidrocarbonetos ramificados, sendo eles: 2-metildecano, 3-metildecano, 4-metilundecano, 2-metilundecano e 3-metilundecano. Com a aplicação da fibra MEFS, foram identificados 4 compostos voláteis, sendo eles: 3,4-dimetiltiofeno, 2,5-diol-3-hexano, 1,2,3-trimetilbenzeno e bulticiclohexano.

A Tabela 1 estão listadas as 35 substâncias voláteis detectadas, sendo que estão separados pelas formas de injeção na qual foram utilizadas nas análises. As informações das colunas são: nome dos voláteis (compostos), fórmula molecular, tempo de retenção (TrX), área percentual, que significa a abundância dos voláteis (área %) e identificados por índice de *Kovats*.

Tabela 1 - Tabela de voláteis detectados por CG-EM

Modos de injeção	Compostos	Fórmula molecular	TrX	Área (%)	Reconhecimento	Similaridade %
Injeção automática com solvente	2,3,4,5,6,7,8-Heptahidroxiocetanal	C ₈ H ₁₆ O ₈	6,737	0.91	*	8,83
	Etilbenzeno	C ₈ H ₁₀	8,366	2.93	*	43,5
	1,4-Dimetilbenzeno	C ₈ H ₁₀	8,675	2.36	*	31,1
	2-Miristinoil panteteína	C ₂₅ H ₄₄ N ₂ O ₅ S	9,933	0.42	*	20,3
	3-Tetradecanol	C ₁₄ H ₃₀ O	10,365	1.60	*	8,66
	2,4-Dimetil-3-hexanol	C ₈ H ₁₈ O	11,099	1.52	*	14,3
	1-Etilbutilhidroperóxido	C ₆ H ₁₄ O ₂	12,137	1.73	*	24,6
	(Z)-2-metilpent-2-eno-1-ol	C ₆ H ₁₂ O	13,067	4.53	*	8,17
	Decano	C ₁₀ H ₂₂	14,56	2.90	*	27,9
	Undecano	C ₁₁ H ₂₄	19,45	13.44	*	34,9
	Dodecano	C ₁₂ H ₂₆	24,258	8.65	*	30,6

	2-Metildecano	C ₁₁ H ₂₄	17,696	3.08 I	16,2
	3-Metildecano	C ₁₁ H ₂₄	18,008	2.54 I	10,5
	4-Metilundecano	C ₁₂ H ₂₆	22,331	1.91 I	22
	2-Metilundecano	C ₁₂ H ₂₆	22,537	4.05 I	14,8
	3-Metilundecano	C ₁₂ H ₂₆	22,849	2.86 I	10,1
	DL-cistina	C ₆ H ₁₂ N ₂ O ₄ S ₂	39,296	1.63 *	22,1
Injeção manual com fibra MEFS	Tolueno	C ₇ H ₈	4,216	5.35 *	64,4
	Acetato de butila	C ₆ H ₁₂ O ₂	5,403	0.1 *	96,8
	2-Metil-2-pental	C ₆ H ₁₀ O	5,862	0.45 *	54,6
	Etilbenzeno	C ₈ H ₁₀	6,707	3.94 *	49.3
	1,3-Dimetilbenzeno	C ₈ H ₁₀	6,958	7.44 *	36,5
	1,2-Dimetilbenzeno	C ₈ H ₁₀	7,708	2.29 *	35,4
	3,4-Dimetiltiofeno	C ₆ H ₈ S	8,078	0.43 I	35,7
	2,5-Diol-3-hexano	C ₆ H ₁₂ O ₂	10,405	1.71 I	6,87
	1,2,3-Trimetilbenzeno	C ₉ H ₁₂	11,266	1.84 I	25,9
	Decano	C ₁₀ H ₂₂	11,563	3.25 *	50,9
	Butilciclohexano	C ₁₀ H ₂₀	12,663	1.30 I	28,6
	1-Etil-2-propilciclohexano	C ₁₁ H ₂₂	13,187	0.87 *	48,2
	Undecano	C ₁₁ H ₂₄	15,288	7.57 *	50,1
	Fitol	C ₂₀ H ₄₀ O	17,106	1.01 *	22,2
	4-Metilundecano	C ₁₂ H ₂₆	17,454	1.60 *	50,5
	Dodecano	C ₁₂ H ₂₆	18,901	3.41 *	41,1
	(E)-propenilpropiltrissulfeto	C ₆ H ₁₂ S ₃	23,434	0.06 *	79,3
	Di-(1-propenil)-trissulfeto	C ₆ H ₁₀ S ₃	23,668	0.07 *	57,9

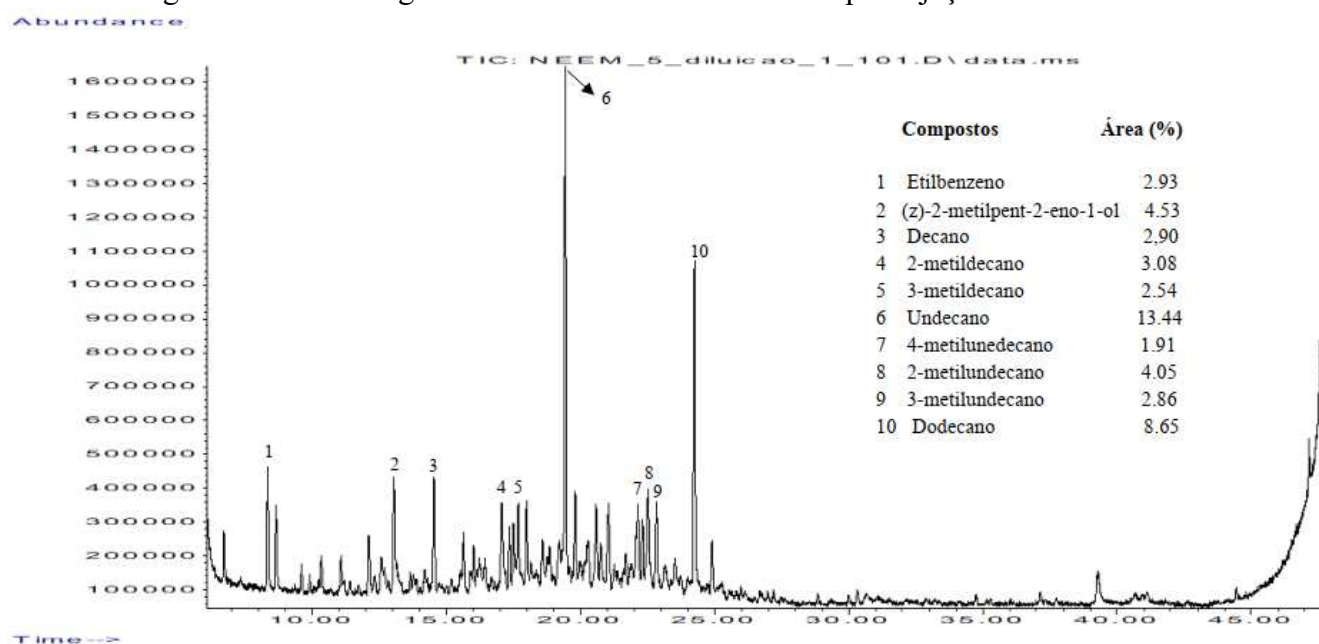
Tentativa de identificação*

Identificado¹

Fonte: Autoria própria (2022).

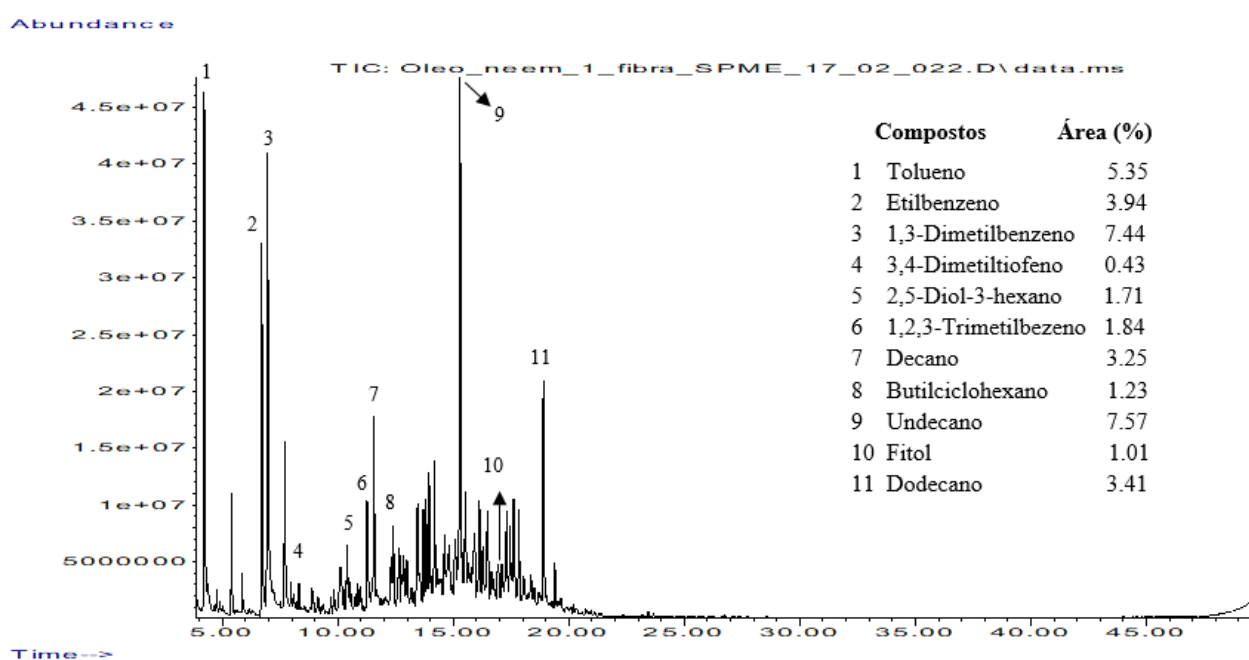
As Figura 21 e Figura 22 mostram os cromatogramas da injeção automática com solvente e injeção manual com fibra MEFS, respectivamente. Nestas figuras estão enumerados os voláteis com maior área percentual e os identificados por índice de *Kovats*.

Figura 21 - Cromatograma dos voláteis do óleo de nim por injeção direta com solvente



Fonte: Autoria própria (2022).

Figura 22 - Cromatograma do óleo de nim por HS-MEFS-CG-EM



Fonte: Autoria própria (2022).

Alguns compostos encontrados em nosso trabalho, na maioria hidrocarbonetos, possuem bioatividade. O fitol, por exemplo, é mencionado em diversas publicações, ele foi pesquisado no óleo de nim por Chinnasamy *et al.* (2021), e também identificado em outros óleos de *Lantana câmara*, *Caulerpa racemosa* (Forssk.) J. Agardh, *Padina boergeresii* Allender & Kraft e *Moringa oleifera* (AYALEW, 2020; RAGUNATH *et al.*, 2020; ZHAO *et al.*, 2019).

O composto fitol é um álcool diterpeno insaturado de cadeia longa linear (ISLAM *et al.*, 2018; OLOFSSON *et al.*, 2014), hidrolisado da clorofila na proporção molar 1:1, sendo um dos isoprenóides mais abundantes do planeta (GUTBROD; ROMER; DÖRMANN, 2019). Durante anos, estudos demonstram que o fitol e seus derivados possuem propriedades antimicrobiana, antitumoral, antibiótica, antioxidante (ISLAM *et al.*, 2015), anti-inflamatório, anticâncer (SHARIARE *et al.*, 2021) e agente antiartrítico com capacidade de diminuir inflamações em articulações e na medula espinhal (CARVALHO *et al.*, 2020). Além disso, o fitol é um precursor do tocoferol (vitamina E), filoquinol (vitamina K) e do éster fitílico de ácido graxo (GUTBROD; ROMER; DÖRMANN, 2019).

Balandrin, Lee e Klocke (1988) analisaram por CG-EM os voláteis de sementes de nim e identificaram os compostos 2-metil-2-pentenal, 3,4-dimetiltiofeno, cis e trans do propenilpropiltrissulfeto e di-(1-propenil)-trissulfeto. Os últimos compostos que são os organosulfurados fazem parte do mecanismo de defesa da planta contra ataques de insetos.

O composto 3,4-dimetiltiofeno foi detectado empregando HS- MEFS-CG-EM em voláteis na folha de nim (PERERA; KARUNARATNE; CHINTHAKA, 2018) e identificado no óleo essência de alho (*Allium sativum*) (SATYAL *et al.*, 2017). O volátil supracitado e o 2-metil-2-pentenal foram identificados em óleo de sementes nim (MUBARAK; KULATILLEKE, 1990) e em amostra de cebola por MEFS (CHOI *et al.*, 2017). O 2-metil-2-pentenal teve a atividade antifúngica comprovada, no combate *Fusarium oxysporum f. sp. Cubense* raça 4 (ZHANG; MALLIK; ZENG, 2013).

Cantrell *et al.* (2020) realizaram extração do óleo de cebola amarela por arraste a vapor, alguns voláteis encontrados foram 3,4-dimetiltiofeno e (E)-propenilpropiltrissulfeto um dos compostos que teve maior concentração, sendo um dos principais voláteis que colabora com aroma e sabor do óleo da cebola.

No nosso trabalho, alguns compostos com enxofre encontrados no óleo da semente de nim também foram encontrados na cebola (BALANDRIN; LEE; KLOCKE, 1988; BREU, 1996). Isso indica a existência de processos metabólicos similares em ambas espécies (BALANDRIN; LEE; KLOCKE, 1988), por mais que tenha essa semelhança de perfil volátil, o aroma do nim não provoca efeito lacrimogêneo e perde a intensidade com o tempo (KOUL, 2004b).

Zhao *et al.* (2022) realizaram estudo dos voláteis do arroz selvagem australiano, identificaram um aroma similar a plástico, e constataram que um dos compostos que contribuem com esse odor é o 2-Miristinoil panteteína que também foi detectado no nosso

trabalho. Apesar da presença desse volátil, não foi percebido no momento da manipulação das amostras do óleo cheiro semelhante a plástico.

O tolueno está presente no óleo essencial da folha do nim (EBRAHIMI; SAFARALIZADE; VALIZADEGAN, 2013), inibindo a presença bactéria *R. solanacearum*. Outros compostos como etilbenzeno e 1,3-dimetilbenzeno obtiveram uma excelente atividade antibacteriana e antifúngica (MOHAMADPOOR *et al.*, 2022; RAZA *et al.*, 2016).

O volátil undecano detectado no óleo da semente de *Buchanania lanzan* (DESAI *et al.*, 2022) e o composto dodecano no óleo de folhas de *Strychnos nux-vomica* (SUGANTHY; GAJENDRA, 2020), mas não foram encontrados artigos que detectaram estes voláteis no óleo de nim. Jishma *et al.* (2017) detectaram o dodecano e undecano na *Pseudomonas spp.* avaliaram os efeitos dos voláteis na promoção do crescimento de mudas de *Vigna radiata*, os benefícios dessas duas substâncias na muda é contribuir com desenvolvimento da planta, resistência sistêmica induzida e ação antimicrobiana.

Em nosso trabalho, o undecano e dodecano são os compostos que possuem maior área percentual no método automático com solvente, iguais a 13,44 % e 8,65 %, respectivamente. Os cromatogramas são apresentados na Figura 21 e Figura 22.

Os hidrocarbonetos, decano, dodecano, undecano, 2-metildecano, 3-metildecano, 2-metilundecano e 4-metilundecano estão presentes em extratos vegetais com propriedade antimicrobiana (BUKVICKI *et al.*, 2013; KUMAR TYAGI *et al.*, 2013; WINNETT *et al.*, 2017). Dessa forma, é possível que os voláteis mencionados contribuem de forma sinérgica na atividade antimicrobiana com outros compostos do óleo de nim (WINNETT *et al.*, 2017).

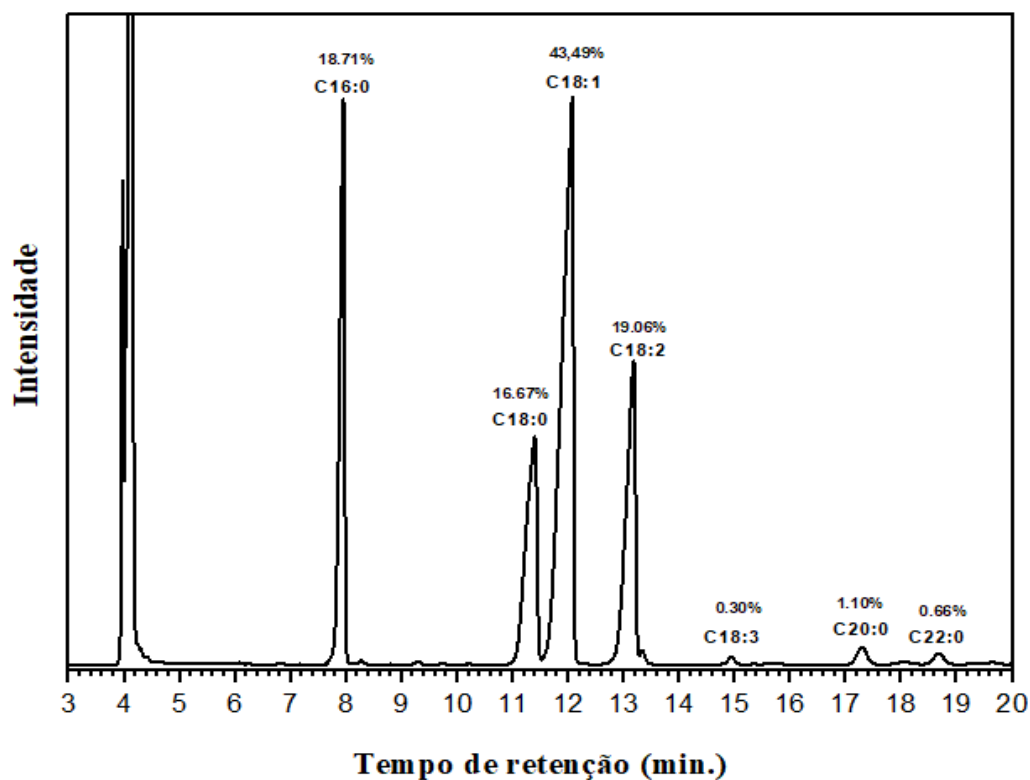
O cromatograma de íons totais (TIC) e scan das substâncias voláteis identificados das análises e TIC do branco da injeção automática com solvente e MEFS estão em apêndice.

5.3 Análise do óleo de nim por CG-DIC

Observou-se, pela análise do óleo extraído da semente e o óleo comercial de nim, a presença dos mesmos ácidos graxos: ácido palmítico, ácido esteárico, ácido oleico, ácido linoleico, ácido linolênico e ácido araquídico, no entanto, os ácidos graxos do óleo extraído das sementes possuem área percentual maior, exceto o linolênico, indicando

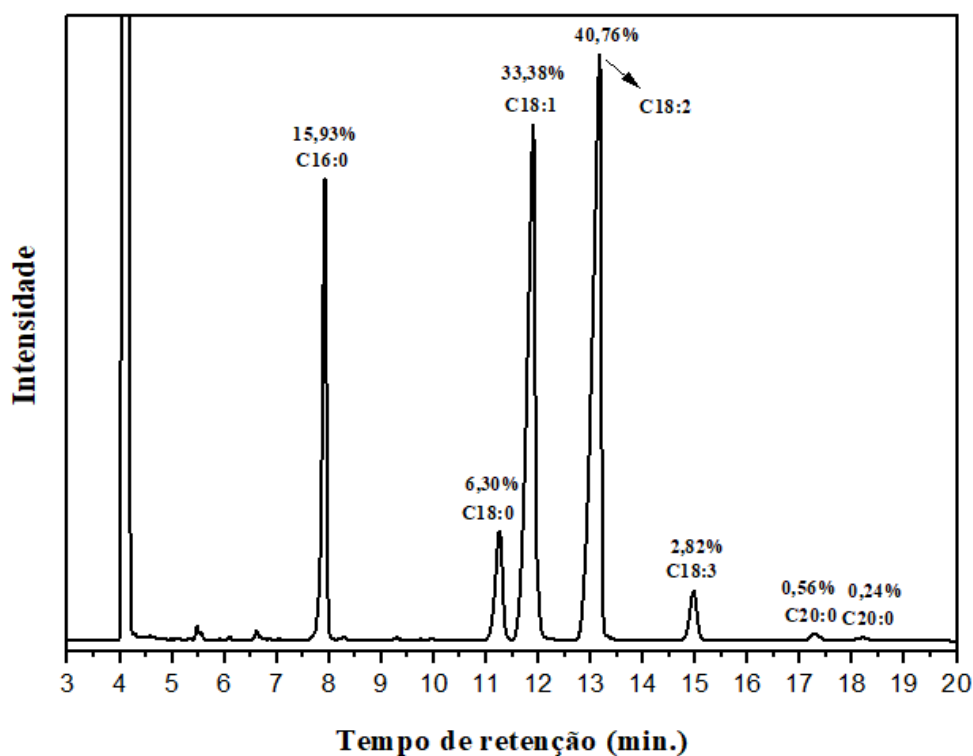
maior concentração em relação ao óleo comercial. Ademais, identificou-se maior quantidade de ácidos graxos no óleo fixo extraído das sementes. As Figura 23 e Figura 24 mostram os cromatogramas do óleo extraído da semente e comercial de nim, com as áreas percentuais de cada composto.

Figura 23 - Cromatograma de CG-DIC do óleo fixo de nim extraído da semente. Ácido palmítico C16:0 (18,71 %); ácido esteárico C18:0 (16,67 %); ácido oleico C18:1 (43,49 %); ácido linoleico C18:2 (19,06 %); ácido linolênico C18:3 (0,30 %); ácido araquídico C20:0 (1,10 %); ácido beênico C22:0 (0,66 %)



Fonte: Autores (2022).

Figura 24 - Cromatograma de CG-DIC do óleo de nim comercial. Ácido palmítico C16:0 (15,93 %); ácido esteárico C18:0 (6,30 %); ácido oleico C18:1 (33,38 %); ácido linoleico C18:2 (40,76 %); ácido linolênico C18:3 (2,82 %); ácido araquídico C20:0 (0,56 %)



Fonte: Autores (2022).

Os ácidos graxos majoritários com seus respectivos valores de áreas percentuais encontrados no óleo da semente foram: ácido oleico 43,49 %; ácido linoleico 19,06 %; ácido palmítico 18,71 % e ácido esteárico 16,67 %. Enquanto no óleo comercial, os dados para os mesmos compostos foram: ácido linoleico 40,76 %; ácido oleico 33,38 %; ácido palmítico 15,93 % e ácido esteárico 6,30 %. Na literatura todos os compostos citados estão entre os mais abundantes no óleo de nim analisado no CG-DIC, sendo os com maior concentração ácido oleico e ácido linoleico (CHAUDHARI *et al.*, 2013; GOSSÉ *et al.*, 2005; MULLA *et al.*, 2020; SAHA TCHINDA *et al.*, 2021; SHINA *et al.*, 2022).

Em outros óleos detectou-se a presença da maior parte dos ácidos graxos citados anteriormente, por exemplo, no óleo da semente de *Moringa Oleifera*, o ácido oléico possui maior abundância, com área percentual 70,2 %; seguido do ácido palmítico 7,8 %; ácido esteárico 7,5 % e ácido linoleico 3,1 % (ZHAO *et al.*, 2019). Em trabalhos de análise de ácido graxo do óleo de soja os compostos majoritários são, ácido linoleico, ácido oleico, ácido palmítico, ácido linolênico e ácido esteárico (KOSTIK; MEMETI; BAUER, 2013; ZAMBIAZI *et al.*, 2007).

Conforme foi apresentado, os óleos de soja e da *Moringa Oleifera* contém a presença majoritária do ácido oleico e ácido linoleico, assim como também em nosso trabalho com óleo de nim extraído das sementes e o óleo comercial.

Alguns ácidos graxos encontrados no nosso trabalho apresentam atividades pesticidas. A mistura do ácido linoleico oleico, palmítico e esteárico e do oleico com esteárico apresentaram efeitos ovicidas, de ovoposição e morte de larvas do *C. maculatus* (LIENARD *et al.*, 1993), em outro estudo o combate a *C. maculatus* também foi observado propriedade inseticidas, com emprego do ácido oleico e linoleico que teve maior eficiência e com a mistura com quatro ácidos graxo citados anteriormente (AIDER *et al.*, 2016).

Outras propriedades dos ácidos graxos ácidos oleico, linoleico, palmítico e esteárico são a atividade antibacteriana (CASILLAS-VARGAS *et al.*, 2021), o linoleico está relacionado a diminuição de riscos de doenças cardiovasculares (MARANGONI *et al.*, 2020) e o oleico a sua alta ingestão pode ajudar a melhorar nos casos de hipertensão arterial, obesidade, resistência à insulina e inflamação (GRANADO-CASAS; MAURICIO, 2019).

6 CONCLUSÃO

A extração eficiente do óleo de sementes de nim foi realizada pelo sistema soxhlet empregando o solvente hexano, com obtenção de bom rendimento igual a $23,73 \% \pm 0,07$.

Foi possível detectar 35 compostos voláteis no óleo das sementes de nim através da técnica HS-MEFS-CG-EM. Os voláteis identificados, pertencentes a diversas classes químicas, são os responsáveis pelo aroma característico do óleo de nim. Estes mesmos compostos são conhecidos por suas atividades antioxidante, biológica, ação antibactericida, antifúngica, antimicrobiana, inseticida e anticâncer. Além disso, atuam na defesa e desenvolvimento da árvore.

O óleo da semente e comercial de nim são ricos em ácidos graxos e apresentam praticamente os mesmos compostos identificados por CG-DIC. Contudo, a concentração dos ácidos graxos é maior no óleo extraído das sementes, sendo os ácidos oleico e ácido linoleico os compostos presentes em maior concentração. Os ácidos graxos assim como os voláteis possuem atividades biológicas essenciais ao bom funcionamento do organismo humano e desenvolvimento e defesa da árvore.

Desta forma, considera-se que todos os estes constituintes químicos presentes no óleo de nim contribuam de forma sinérgica nos diversos benefícios conhecidos na utilização do nim.

Como perspectiva para novos trabalhos, isolar e avaliar atividade inseticida dos compostos organossulfurados detectados neste trabalho.

REFERÊNCIAS

- AHMAD, S. *et al.* Biological detail and therapeutic effect of *azadirachta indica* (neem tree) products-a review. **Journal of Evidence Based Medicine and Healthcare**, v. 6, 17 jun. 2019. Disponível em: https://www.researchgate.net/publication/333843610_BIOLOGICAL_DETAIL_AND_THERAPEUTIC_EFFECT_OF_AZADIRACHTA_INDICA_NEEM_TREE_PRODUCTS-A_REVIEW. Acesso em: 18 dez. 2021.
- AHMED, S.; BAMOFLEH, S.; MUNSHI, M. Cultivation of Neem (*Azadirachta indica*, Meliaceae) in Saudi Arabia. **Economic Botany**, v. 43, n. 1, p. 35-38, 1 jan. 1989. Disponível em: <https://doi.org/10.1007/BF02859323>. Acesso em: 22 ago. 2022.
- AIDER, F. A. *et al.* Evaluation of the bio-insecticidal effects of the main fatty acids of olive oil on *Callosobruchus maculatus* F. (Coleoptera-Bruchidae) in cowpea (*Vigna unguiculata* (L.)). **Journal of Plant Diseases and Protection**, v. 123, n. 5, p. 235-245, 1 out. 2016. Disponível em: <https://doi.org/10.1007/s41348-016-0034-z>. Acesso em: 27 set. 2022.
- AKHTAR, Y.; ISMAN, M. B. Plant Natural Products for Pest Management: The Magic of Mixtures. In: ISHAAYA, I. *et al.*, (org.). **Advanced Technologies for Managing Insect Pests**. Dordrecht: Springer Netherlands, 2013. p. 231-247. Disponível em: https://doi.org/10.1007/978-94-007-4497-4_11. Acesso em: 21 jan. 2022.
- ALI, MD. H. *et al.* Biodiesel from Neem Oil as an Alternative Fuel for Diesel Engine. **Procedia Engineering**, 5th BSME International Conference on Thermal Engineering. v. 56, p. 625-630, 1 jan. 2013. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1877705813005237>. Acesso em: 20 jun. 2022.
- ANYAKUDO, F.; ADAMS, E.; VAN SCHEPDAEL, A. Thin-Layer Chromatography–Flame Ionization Detection. **Chromatographia**, v. 83, n. 2, p. 149-157, 1 fev. 2020. Disponível em: <https://doi.org/10.1007/s10337-019-03849-z>. Acesso em: 20 out. 2022.
- AULAKH, J. S. *et al.* A Review on Solid Phase Micro Extraction-High Performance Liquid Chromatography (SPME-HPLC) Analysis of Pesticides. **Critical Reviews in Analytical Chemistry**, v. 35, n. 1, p. 71-85, 1 jan. 2005. Disponível em: <https://doi.org/10.1080/10408340590947952>. Acesso em: 06 out. 2022.
- AWOLU, O.; OLONIYO, R.; AYODELE, B. S. Optimization of solvent extraction of oil from neem (*Azadirachta indica*) and its characterizations. **J. Sci. Res. Rep.**, v. 2, p. 304-314, 10 maio 2013. Disponível em: <https://journaljsrr.com/index.php/JSRR/article/view/21169>. Acesso em: 06 fev. 2022.
- AYALEW, A. A. Chromatographic and spectroscopic determination of solvent-extracted *Lantana camara* leaf oil. **J. Int. Med. Res.**, v. 48, n. 10, p. 1-12, 1 out. 2020. Disponível em: <https://doi.org/10.1177/0300060520962344>. Acesso em: 28 jun. 2022.
- AYINDE, A. A.; MORAKINYO, O. M.; SRIDHAR, M. K. C. Repellency and larvicidal activities of *Azadirachta indica* seed oil on *Anopheles gambiae* in Nigeria. **Heliyon**,

v. 6, n. 5, p. 1-7, 1 maio 2020. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S2405844020307659>. Acesso em: 28 abr. 2022.

AYOOLA, A. A. *et al.* A Search for Alternative Solvent To Hexane During Neem Oil Extraction. **International Journal of Science and Technology**, v. 4, n. 4, p. 66-70, abr. 2014. Disponível em: <https://core.ac.uk/reader/32224850>. Acesso em: 09 dez. 2021.

AZIZBEKYAN, R. R. Biological Preparations for the Protection of Agricultural Plants (Review). **Applied Biochemistry and Microbiology**, v. 55, n. 8, p. 816-823, 1 dez. 2019. Disponível em: <https://doi.org/10.1134/S0003683819080027>. Acesso em: 25 out. 2022.

BABY, A. R. *et al.* *Azadirachta indica* (Neem) as a Potential Natural Active for Dermo-cosmetic and Topical Products: A Narrative Review. **Cosmetics**, v. 9, n. 3, p. 58, jun. 2022. Disponível em: <https://www.mdpi.com/2079-9284/9/3/58>. Acesso em: 21 ago. 2022.

BAI, L.; CARLTON JR., D. D.; SCHUG, K. A. Complex mixture quantification without calibration using gas chromatography and a comprehensive carbon reactor in conjunction with flame ionization detection. **Journal of Separation Science**, v. 41, n. 21, p. 4031-4037, 2018. Disponível em: <https://onlinelibrary.wiley.com/doi/abs/10.1002/jssc.201800383>. Acesso em: 20 out. 2022.

BALANDRIN, M. F.; LEE, S. M.; KLOCKE, J. A. Biologically active volatile organo-sulfur compounds from seeds of the neem tree, *Azadirachta indica* (Meliaceae). **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v. 36, n. 5, p. 1048-1054, 1 set. 1988. Disponível em: <https://doi.org/10.1021/jf00083a035>. Acesso em: 28 ago. 2022.

BARMAN, P.; AHMED, N.; CHAKRABORTY, D. Neem - A Cynosure of Modern Medicine: A Review. **International Journal of Livestock Research**, v. 9, n. 2, p. 1-7, 1 jan. 2019. Disponível em: <https://ijlr.org/issue/neem-a-cynosure-of-modern-medicine-a-review/?key=abstract>. Acesso em: 20 maio 2022.

BENELLI, P. **Agregação de valor ao bagaço de laranja (*Citrus sinensis* L. Osbeck) mediante obtenção de extratos bioativos através de diferentes técnicas de extração.** 2010. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Alimentos) - Universidade Federal de Santa Catarina, Centro Tecnológico, Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Alimentos, Florianópolis, 25 out. 2012. Disponível em: <https://repositorio.ufsc.br/handle/123456789/93869>. Acesso em: 02 jan. 2022.

BERG, J. M. *et al.* **Bioquímica**. 7. ed. Rio de Janeiro: Guanabara Koogan, 2014. 1097 p. *E-book*.

BICCHI, C. *et al.* Quantitative analysis of essential oils: a complex task. **Flavour and Fragrance Journal**, v. 23, n. 6, p. 382-391, 2008. Disponível em: <https://onlinelibrary.wiley.com/doi/abs/10.1002/ffj.1905>. Acesso em: 20 out. 2022.

BITTENCOURT, A. M. *et al.* O cultivo do nim indiano (*Azadirachta indica* A. JUSS.): uma visão econômica. **FLORESTA**, v. 39, n. 3, 11 set. 2009. Disponível em: <https://revistas.ufpr.br/floresta/article/view/15362>. Acesso em: 20 jun. 2022.

- BITTENCOURT, A. M. **O cultivo do nim indiano (*Azadirachta indica* A. Juss).** 2006. Dissertação (Mestrado em Ciências Florestais) - Universidade Federal do Paraná, Setor de Ciências Agrárias, Programa de Pós-Graduação em Engenharia Florestal, Curitiba, 14 jun. 2013. Disponível em: <https://acervodigital.ufpr.br/handle/1884/10304>. Acesso em: 20 dez. 2021.
- BOMFORD, M. K.; ISMAN, M. B. Desensitization of fifth instar *Spodoptera litura* to azadirachtin and neem. **Entomologia Experimentalis et Applicata**, v. 81, n. 3, p. 307-313, 1996. Disponível em: <https://onlinelibrary.wiley.com/doi/abs/10.1046/j.1570-7458.1996.00101.x>. Acesso em: 22 jan. 2022.
- BRAHMACHARI, G. Neem - An Omnipotent Plant: A Retrospection. **ChemBioChem**, v. 5, n. 4, p. 408-421, 2004. Disponível em: <https://onlinelibrary.wiley.com/doi/abs/10.1002/cbic.200300749>. Acesso em: 18 dez. 2021.
- BRITO, H. M. *et al.* Toxicidade de formulações de nim (*Azadirachta indica* A. Juss.) ao ácaro-rajado e a *Euseius alatus* De Leon e *Phytoseiulus macropilis* (Banks) (Acari: Phytoseiidae). **Neotropical Entomology**, v. 35, n. 4, p. 500-505, ago. 2006. Disponível em: <http://www.scielo.br/j/ne/a/kgbXKDB4wbZgJcrX7Fr9ZQp/?lang=pt>. Acesso em: 29 jan. 2022.
- BROUGHTON, H. B. *et al.* X-Ray crystallographic structure determination of detigloyldihydroazadirachtin and reassignment of the structure of the limonoid insect anti-feedant azadirachtin. **J. Chem. Soc., Chem. Commun.**, n. 1, p. 46-47, 1 jan. 1986. Disponível em: <https://pubs.rsc.org/en/content/articlelanding/1986/c3/c39860000046>. Acesso em: 25 jan. 2022.
- BUKVICKI, D. R. *et al.* Assessment of the Chemical Composition and In Vitro Antimicrobial Potential of Extracts of the Liverwort *Scapania Aspera*. **Natural Product Communications**, v. 8, n. 9, p. 1-4, 1 set. 2013. Disponível em: <https://doi.org/10.1177/1934578X1300800932>. Acesso em: 25 set. 2022.
- BURZYNSKI-CHANG, E. A. *et al.* HS-SPME-GC-MS Analyses of Volatiles in Plant Populations-Quantitating Compound × Individual Matrix Effects. **Molecules: A Journal of Synthetic Chemistry and Natural Product Chemistry**, v. 23, n. 10, p. 2436, 23 set. 2018. Disponível em: <https://www.ncbi.nlm.nih.gov/pmc/articles/PMC6222754/>. Acesso em: 21 out. 2022.
- BUTTERWORTH, J. H.; MORGAN, E. D. Isolation of a substance that suppresses feeding in locusts. **Chemical Communications (London)**, n. 1, p. 23-24, 1 jan. 1968. Disponível em: <https://pubs.rsc.org/en/content/articlelanding/1968/c1/c19680000023>. Acesso em: 25 jan. 2022.
- BUTTERWORTH, J. H.; MORGAN, E. D.; PERCY, G. R. The structure of azadirachtin; the functional groups. **Journal of the Chemical Society, Perkin Transactions 1**, p. 2445-2450, 1 jan. 1972. Disponível em: <https://pubs.rsc.org/en/content/articlelanding/1972/p1/p19720002445>. Acesso em: 25 jan. 2022.

- CAMPOS, E. V. R. *et al.* Neem Oil and Crop Protection: From Now to the Future. **Frontiers in Plant Science**, v. 7, p. 1494, 2016. Disponível em: <https://www.frontiersin.org/articles/10.3389/fpls.2016.01494>. Acesso em: 22 ago. 2022.
- CANTRELL, M. S. *et al.* Determination of Organosulfides from Onion Oil. **Foods**, v. 9, n. 7, p. 884, jul. 2020. Disponível em: <https://www.mdpi.com/2304-8158/9/7/884>. Acesso em: 26 fev. 2022.
- CARPANEZZI, A. A.; NEVES, E. J. M. **Balanco dos aspectos técnicos do cultivo do nim no Brasil**. 21. ed. Colombo: Embrapa Florestas, 2010. 28 p. Disponível em: <http://www.infoteca.cnptia.embrapa.br/handle/doc/882545>. Acesso em: 21 dez. 2021.
- CARVALHO, A. M. S. *et al.* Phytol, a Chlorophyll Component, Produces Antihyperalgesic, Anti-inflammatory, and Antiarthritic Effects: Possible NFκB Pathway Involvement and Reduced Levels of the Proinflammatory Cytokines TNF-α and IL-6. **Journal of Natural Products**, v. 83, n. 4, p. 1107-1117, 24 abr. 2020. Disponível em: <https://doi.org/10.1021/acs.jnatprod.9b01116>. Acesso em: 22 set. 2022.
- CASILLAS-VARGAS, G. *et al.* Antibacterial fatty acids: An update of possible mechanisms of action and implications in the development of the next-generation of antibacterial agents. **Progress in Lipid Research**, v. 82, p. 101093, 1 abr. 2021. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0163782721000096>. Acesso em: 27 set. 2022.
- CHAUDHARI, A. B. *et al.* Synthesis, characterization and application of *Azadirachta indica* juss (neem oil) fatty amides (AIJFA) based polyurethanes coatings: A renewable novel approach. **Progress in Organic Coatings**, Coatings Science International 2012. v. 76, n. 12, p. 1779-1785, 1 dez. 2013. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0300944013001355>. Acesso em: 20 jun. 2022.
- CHAUDHARY, M. F. *et al.* Neem oil. In: INAMUDDIN; BODDULA, R.; ASIRI, A. M. (org.). **Green Sustainable Process for Chemical and Environmental Engineering and Science**. Elsevier, 2021. p. 57-73. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/B9780128218860000087>. Acesso em: 27 out. 2022.
- CHINNASAMY, G. *et al.* Synthesis, Characterization, Antibacterial and Wound Healing Efficacy of Silver Nanoparticles From *Azadirachta indica*. **Frontiers in Microbiology**, v. 12, p. 14, fev. 2021. Disponível em: <https://www.frontiersin.org/article/10.3389/fmicb.2021.611560>. Acesso em: 10 maio 2022.
- CHINNASAMY, N. *et al.* Toxicological studies on debitterized neem oil (*Azadirachta indica*). **Food and Chemical Toxicology**, v. 31, n. 4, p. 297-301, 1 abr. 1993. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/027869159390079E>. Acesso em: 20 jun. 2022.
- CHOI, S. M. *et al.* Volatile composition and sensory characteristics of onion powders prepared by convective drying. **Food Chemistry**, v. 231, p. 386-392, 15 set. 2017. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0308814617305289>. Acesso em: 30 jun. 2022.

CIRIMINNA, R. *et al.* Sicilian Opuntia ficus-indica seed oil: Fatty acid composition and bio-economical aspects. **European Journal of Lipid Science and Technology**, v. 119, n. 11, p. 1-17, 2017. Disponível em: <https://onlinelibrary.wiley.com/doi/abs/10.1002/ejlt.201700232>. Acesso em: 31 ago. 2022.

COLLINS, C. H.; BRAGA, G. L.; BONATO, P. S. **Introdução a métodos cromatográficos**. 1. ed. Campinas, São Paulo: Editora da UNICAMP, 2006. 456 p. *E-book*.

DE GROOT, A.; JAGTMAN, B. A.; WOUTERSEN, M. Contact Allergy to Neem Oil. **Dermatitis**, v. 28, n. 6, p. 360-362, dez. 2017. Disponível em: https://journals.lww.com/dermatitis/Abstract/2017/11000/Contact_Allergy_to_Neem_Oil.6.aspx. Acesso em: 20 jun. 2022.

DE WIT, M.; HUGO, A.; SHONGWE, N. South African Cactus Pear Seed Oil: A Comprehensive Study on 42 Spineless Burbank Opuntia ficus-indica and Opuntia robusta Cultivars. **European Journal of Lipid Science and Technology**, v. 120, n. 3, p. 1-24, 2018. Disponível em: <https://onlinelibrary.wiley.com/doi/abs/10.1002/ejlt.201700343>. Acesso em: 31 ago. 2022.

DELGADO, F. J. *et al.* Characterisation by SPME-GC-MS of the volatile profile of a Spanish soft cheese P.D.O. Torta del Casar during ripening. **Food Chemistry**, v. 118, n. 1, p. 182-189, 1 jan. 2010. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0308814609005512>. Acesso em: 21 out. 2022.

DESAI, S. N. *et al.* Extraction and microencapsulation of Buchanania lanzan Spreng seed oil. **Chemical Papers**, v. 76, n. 6, p. 3521-3530, 1 jun. 2022. Disponível em: <https://doi.org/10.1007/s11696-022-02116-0>. Acesso em: 26 jun. 2022.

DEWICK, P. M. **Medicinal natural products: a biosynthetic approach**. 3. ed. Chichester, West Sussex, United Kingdom: John Wiley & Sons Ltd, 2009. *E-book*.

DILLARD, C. J.; GERMAN, J. B. Phytochemicals: nutraceuticals and human health. **Journal of the Science of Food and Agriculture**, v. 80, n. 12, p. 1744-1756, 28 jul. 2000. Disponível em: <https://onlinelibrary.wiley.com/doi/abs/10.1002/1097-0010%2820000915%2980%3A12%3C1744%3A%3AAID-JSFA725%3E3.0.CO%3B2-W>. Acesso em: 19 jun. 2022.

DJIBRIL, D. *et al.* Physical characteristics, chemical composition and distribution of constituents of the neem seeds (*Azadirachta indica* A. Juss) collected in Senegal. **Research Journal of Chemical Sciences**, v. 5, n. 7, p. 52-58, 2015. Disponível em: <https://www.cabdirect.org/cabdirect/abstract/20153330058>. Acesso em: 21 jun. 2022.

EBRAHIMI, M.; SAFARALIZADE, M. H.; VALIZADEGAN, O. Contact toxicity of *Azadirachta indica* (Adr. Juss.), *Eucalyptus camaldulensis* (Dehn.) and *Laurus nobilis* (L.) essential oils on mortality cotton aphids, *Aphis gossypii* Glover (Hem.: Aphididae). **Archives of Phytopathology and Plant Protection**, v. 46, n. 18, p. 2153-2162, 1 nov. 2013. Disponível em: <https://doi.org/10.1080/03235408.2013.774526>. Acesso em: 07 maio 2022.

EGBUNA, C. *et al.* Biopesticides, Safety Issues and Market Trends. *In*: EGBUNA, C.; SAWICKA, B. (org.). **Natural Remedies for Pest, Disease and Weed Control**. Academic Press, 2020. p. 43-53. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/book/9780128193044/natural-remedies-for-pest-disease-and-weed-control?via=ihub>. Acesso em: 07 jul. 2022.

EGBUNA, C. *et al.* **Phytochemistry: Marine Sources, Industrial Applications, and Recent Advances**. 1. ed. Nova York: Apple Academic Press, 2018. v. 3. 502 p. Disponível em: <https://www.taylorfrancis.com/books/edit/10.1201/9780429426155/phytochemistry-chukwuebuka-egbuna-jonathan-chinenye-ifemeje-shashank-kumar-nadia-sharif>. Acesso em: 20 jun. 2022.

EIFEDIYI, E. K. *et al.* Effects of neem seed cake and NPK fertilizer on the growth and yield of sesame (*Sesamum indicum* L.). **Cercetări Agronomice în Moldova**, v. 50, n. 2, p. 57-72, 2017. Disponível em: <https://pubag.nal.usda.gov/catalog/5731336>. Acesso em: 23 out. 2022.

FABER, D. Poisoning the World for Profit: Petro-Chemical Capital and the Global Pesticide Crisis. **Capitalism Nature Socialism**, v. 31, n. 4, p. 1-17, 1 out. 2020. Disponível em: <https://doi.org/10.1080/10455752.2020.1829794>. Acesso em: 24 out. 2022.

FELIPE, L. O.; BICAS, J. L. Terpenos, aromas e a química dos compostos naturais. **Química Nova na Escola**, v. 39, n. 2, 2017. Disponível em: http://qnesc.s bq.org.br/online/qnesc39_2/04-QS-09-16.pdf. Acesso em: 02 out. 2022.

FENG, R.; ISMAN, M. B. Selection for resistance to azadirachtin in the green peach aphid, *Myzus persicae*. **Experientia**, v. 51, n. 8, p. 831-833, 1 ago. 1995. Disponível em: <https://doi.org/10.1007/BF01922438>. Acesso em: 22 jan. 2022.

FERNANDES, S. **Doseamento da Azadiractina e avaliação da atividade antimicrobiana em produtos contendo óleo de Neem**. 2014. Dissertação (Mestrado em Bioquímica em Saúde ramo de Biotecnologia) - Instituto Politécnico do Porto, Escola Superior de Tecnologia da Saúde do Porto, Porto, Portugal, set. 2014. Disponível em: <https://re-cipp.ipp.pt/handle/10400.22/5755>. Acesso em: 09 jul. 2022.

FERNANDES, S. R. *et al.* Chemistry, bioactivities, extraction and analysis of azadirachtin: State-of-the-art. **Fitoterapia**, v. 134, p. 141-150, 1 abr. 2019. Disponível em: <https://link.springer.com/article/10.1007/BF01922438>. Acesso em: 22 jun. 2022.

FERREIRA, A. M. *et al.* Utilização dos ácidos graxos no tratamento de feridas: uma revisão integrativa da literatura nacional. **Revista da Escola de Enfermagem da USP**, v. 46, p. 752-760, jun. 2012. Disponível em: <http://www.scielo.br/j/reusp/a/QTP7Znpf4L64MwzPGFLDz8G/?lang=pt>. Acesso em: 27 set. 2022.

FLORES-CÉSPEDES, F. *et al.* Preparation and Characterization of Azadirachtin Alginate - Biosorbent Based Formulations: Water Release Kinetics and Photodegradation Study. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v. 63, n. 38, p. 8391-8398, 30 set. 2015. Disponível em: <https://doi.org/10.1021/acs.jafc.5b03255>. Acessando em: 25 jan. 2022.

GHOSH, S. *et al.* Neem oil as natural pesticide: Pseudo ternary diagram and computational study. **Journal of the Indian Chemical Society**, v. 98, n. 7, p. 1-7, 1 jul. 2021. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0019452221000881>. Acessando em: 11 mar. 2022.

GIRISH, K.; SHANKARA, B. S. Neem - A Green Treasure. **Electronic Journal of Biology**, v. 4, n. 3, p. 102-111, 2008. Disponível em: <https://ejbio.imedpub.com/abstract/neem--a-green-treasure-5927.html>. Acesso em: 21 ago. 2022.

GOPINATH, H.; KARTHIKEYAN, K. Neem in Dermatology: Shedding Light on the Traditional Panacea. **Indian Journal of Dermatology**, v. 66, n. 6, p. 706, 2021. Disponível em: <https://www.ncbi.nlm.nih.gov/pmc/articles/PMC8906293/>. Acesso em: 21 ago. 2022.

GOSSÉ, B. *et al.* Analysis of Components of Neem (*Azadirachta indica*) Oil by Diverse Chromatographic Techniques. **Journal of Liquid Chromatography & Related Technologies**, v. 28, n. 14, p. 2225-2233, 1 ago. 2005. Disponível em: <https://doi.org/10.1081/JLC-200064164>. Acesso em: 08 jul. 2022.

GRANADO-CASAS, M.; MAURICIO, D. Oleic Acid in the Diet and What It Does: Implications for Diabetes and Its Complications. In: WATSON, R. R.; PREEDY, V. R. (org.). **Bioactive Food as Dietary Interventions for Diabetes (Second Edition)**. Academic Press, 2019. p. 211-229. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/B978012813822900014X>. Acesso em: 27 set. 2022.

GRUBER, A. K. Biología y ecología del árbol de nim (*Azadirachta indica* a. Juss.) Extracción, medición, toxicidad y potencial de crear resistencia. **CEIBA**, v. 33, n. 1B, p. 249-256, 1992. Disponível em: <https://revistas.zamorano.edu/index.php/CEIBA/article/view/515>. Acesso em: 27 jan. 2022.

GUCHHAIT, K. C. *et al.* Antibiofilm and anticancer activities of unripe and ripe *Azadirachta indica* (neem) seed extracts. **BMC Complementary Medicine and Therapies**, v. 22, n. 1, p. 1-18, 14 fev. 2022. Disponível em: <https://link.springer.com/article/10.1186/s12906-022-03513-4>. Acesso em: 21 jun. 2022.

GUMIERO, V. C. **Estudo do efeito do extrato de nim (*Azadirachta indica*) em cultura de células de *Rubus fruticosus***. 2008. Dissertação (Mestrado em Produtos Naturais e Sintéticos) - Universidade de São Paulo, Programa de Pós-Graduação em Faculdade de Ciências Farmacêuticas de Ribeirão Preto, Ribeirão Preto, 18 nov. 2008. Disponível em: <https://teses.usp.br/teses/disponiveis/60/60138/tde-31072009-172410/pt-br.php>. Acesso em: 20 dez. 2021.

GUPTA, A. K. Use of neem and neem based products in organic farming. **Indian Farming**, v. 72, n. 1, 22 fev. 2022. Disponível em: <https://epubs.icar.org.in/index.php/IndFarm/article/view/121692>. Acesso em: 22 ago. 2022.

GUPTA, S. C. *et al.* Neem (*Azadirachta indica*): An indian traditional panacea with modern molecular basis. **Phytomedicine**, v. 34, p. 14-20, 15 out. 2017. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0944711317300764>. Acesso em: 18 dez. 2021.

GUTBROD, K.; ROMER, J.; DÖRMANN, P. Phytol metabolism in plants. **Progress in Lipid Research**, v. 74, p. 1-17, 1 abr. 2019. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S016378271830002X>. Acesso em: 21 set. 2022.

HAO, F. *et al.* Neem components as potential agents for cancer prevention and treatment. **Biochimica et Biophysica Acta (BBA) - Reviews on Cancer**, v. 1846, n. 1, p. 247-257, 1 ago. 2014. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0304419X14000559>. Acesso em: 28 abr. 2022.

HOSSAIN, M. A. *et al.* Identification and characterization of chemical compounds in different crude extracts from leaves of Omani neem. **Journal of Taibah University for Science**, v. 7, n. 4, p. 181-188, 1 out. 2013. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.jtusci.2013.05.003>. Acesso em: 15 fev. 2022.

ICUMA, I. M. *et al.* **Efeito de extrato aquoso de folhas de neem e mata cachorro no controle da mosca branca do melão**. Planaltina: Embrapa Cerrados, 2002. 2 p. Disponível em: <https://www.infoteca.cnptia.embrapa.br/handle/doc/567456>. Acesso em: 27 jan. 2022.

ISLAM, M. T. *et al.* Phytol: A review of biomedical activities. **Food and Chemical Toxicology**, v. 121, p. 82-94, 1 nov. 2018. Disponível em: Acesso em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S027869151830588X>. Acesso em: 21 set. 2022.

ISLAM, MD. T. *et al.* Phytol in a pharma-medico-stance. **Chemico-Biological Interactions**, v. 240, p. 60-73, 5 out. 2015. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0009279715300247>. Acesso em: 22 set. 2022.

ISLAS, J. F. *et al.* An overview of Neem (*Azadirachta indica*) and its potential impact on health. **Journal of Functional Foods**, v. 74, p. 1-17, 1 nov. 2020. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1756464620303959>. Acesso em: 14 dez. 2021.

ISMAN, M. B. Botanical insecticides: for richer, for poorer. **Pest Management Science**, v. 64, n. 1, p. 8-11, 2008. Disponível em: <https://onlinelibrary.wiley.com/doi/abs/10.1002/ps.1470>. Acesso em: 21 ago. 2022.

ISMAN, M. B. *et al.* Phytochemistry of the Meliaceae. *In*: ROMEO, J. T.; SAUNDERS, J. A.; BARBOSA, P. (org.). **Phytochemical Diversity and Redundancy in Ecological Interactions**. Recent Advances in Phytochemistry. Boston, MA: Springer US, 1996. p. 155-178. Disponível em: https://doi.org/10.1007/978-1-4899-1754-6_6. Acesso em: 17 dez. 2021.

ISMAN, M. B. Factors Limiting Commercial Success of Neem Insecticides in North America and Western Europe. *In*: KOUL, O.; WAHAB, S. (org.). **Neem: Today and in the New Millennium**. Dordrecht: Springer Netherlands, 2004. p. 33-41. Disponível em: https://doi.org/10.1007/1-4020-2596-3_3. Acesso em: 20 ago. 2022.

ISMAN, M. B. Neem and other Botanical insecticides: Barriers to commercialization. **Phytoparasitica**, v. 25, n. 4, p. 339-344, 1 dez. 1997. Disponível em: <https://doi.org/10.1007/BF02981099>. Acesso em: 22 ago. 2022.

JAMIOŁKOWSKA, A.; KOPACKI, M. Natural Compounds Against Plant Pests and Pathogens. *In*: EGBUNA, C.; SAWICKA, B. (org.). **Natural Remedies for Pest, Disease and Weed Control**. Academic Press, 2020. p. 55-63. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/B9780128193044000051>. Acesso em: 05 jul. 2022.

JAUCH, J. Total Synthesis of Azadirachtin-Finally Completed After 22 Years. **Angewandte Chemie International Edition**, v. 47, n. 1, p. 34-37, dez. 2007. Disponível em: <https://onlinelibrary.wiley.com/doi/abs/10.1002/anie.200703814>. Acesso em: 21 jan. 2022.

JISHMA, P. *et al.* Strain-specific variation in plant growth promoting volatile organic compounds production by five different *Pseudomonas* spp. as confirmed by response of *Vigna radiata* seedlings. **Journal of Applied Microbiology**, v. 123, n. 1, p. 204-216, 2017. Disponível em: <https://onlinelibrary.wiley.com/doi/abs/10.1111/jam.13474>. Acesso em: 24 set. 2022.

KALA, S. *et al.* Biopesticides: Formulations and Delivery Techniques. *In*: EGBUNA, C.; SAWICKA, B. (org.). **Natural Remedies for Pest, Disease and Weed Control**. Academic Press, 2020. p. 209-220. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/B978012819304400018X>. Acesso em: 05 jul. 2022.

KAURA, S. K.; GUPTA, S. K.; CHOWDHURY, J. B. Morphological and oil content variation in seeds of *Azadirachta indica* A. Juss. (Neem) from northern and western provenances of India. **Plant Foods for Human Nutrition**, v. 52, n. 4, p. 293-298, 1 dez. 1998. Disponível em: <https://doi.org/10.1023/A:1008013424150>. Acesso em: 22 jun. 2022.

KENENI, Y. G. *et al.* Oil extraction from plant seeds for biodiesel production. **AIMS Energy**, v. 5, n. 2, p. 316-340, 2017. Disponível em: <http://www.aimspress.com/energy/article/1368/fulltext.html>. Acesso em: 22 jun. 2022.

KILANI-MORAKCHI, S.; MORAKCHI-GOUDJIL, H.; SIFI, K. Azadirachtin-Based Insecticide: Overview, Risk Assessments, and Future Directions. **Frontiers in Agronomy**, v. 3, p. 1-13, 2021. Disponível em: <https://www.frontiersin.org/article/10.3389/fagro.2021.676208>. Acesso em: 28 abr. 2022.

KOSTIK, V.; MEMETI, S.; BAUER, B. Fatty acid composition of edible oils and fats. **Journal of Hygienic Engineering and Design**, v. 4, p. 112-116, 2013. Disponível em: <https://eprints.ugd.edu.mk/11460/>. Acesso em: 11 jul. 2022.

KOUL, O. Biological activity of volatile di-n-propyl disulfide from seeds of neem, *Azadirachta indica* (Meliaceae), to two species of stored grain pests, *Sitophilus oryzae* (L.) and *Tribolium castaneum* (Herbst). **Journal of Economic Entomology**, v. 97, n. 3, p. 1142-1147, jun. 2004b. Disponível em: <https://academic.oup.com/jee/article/97/3/1142/2218148?login=false>. Acesso em: 24 set. 2022.

KOUL, O. Neem: A Global Perspective. *In*: KOUL, O.; WAHAB, S. (org.). **Neem: Today and in the New Millennium**. Dordrecht: Springer Netherlands, 2004a. p. 1-19. Disponível em: https://doi.org/10.1007/1-4020-2596-3_1. Acesso em: 19 jan. 2022.

KUMAR TYAGI, A. *et al.* Antimicrobial Potential and Chemical Characterization of Serbian Liverwort (*Porella arboris-vitae*): SEM and TEM Observations. **Evidence-Based Complementary and Alternative Medicine**, v. 2013, p. 1-8, 9 jan. 2013. Disponível em: <https://www.hindawi.com/journals/ecam/2013/382927/>. Acesso em: 25 set. 2022.

KUMAR, R.; MEHTA, S.; PATHAK, S. R. Bioactive constituents of neem. *In*: TEWARI, A.; TIWARI, S. (org.). **Synthesis of Medicinal Agents from Plants**. Elsevier, 2018. p. 75-103. Disponível em: https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/B97800810207150_00040 Acesso em: 20 abril 2022.

KUMAR, S.; SINGH, A. Biopesticides: Present Status and the Future Prospects. **J Fertil Pestic**, v. 6, n. 2, p. 2, 2015. Disponível em: <https://www.longdom.org/archive/jbfbp-volume-6-issue-2-year-2015.html>. Acesso em: 24 out. 2022.

KYLE, P. B. Toxicology: GCMS. *In*: NAIR, H.; CLARKE, W. (org.). **Mass Spectrometry for the Clinical Laboratory**. San Diego: Academic Press, 2017. p. 131-163. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/B9780128008713000079>. Acesso em: 01 nov. 2022.

LEY, S. V.; DENHOLM, A. A.; WOOD, A. The chemistry of azadirachtin. **Natural Product Reports**, v. 10, n. 2, p. 109-157, 1 jan. 1993. Disponível em: <https://pubs.rsc.org/en/content/articlelanding/1993/np/np9931000109>. Acesso em: 25 jan. 2022.

LIENARD, V. *et al.* Biological activity of *Cassia occidentalis* L. against *Callosobruchus maculatus* (F.) (Coleoptera: Bruchidae). **Journal of Stored Products Research**, v. 29, n. 4, p. 311-318, 1 dez. 1993. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/0022474X93900467>. Acesso em: 27 set. 2022.

LIN, M. *et al.* Insecticidal Triterpenes in Meliaceae: Plant Species, Molecules and Activities: Part I (Aphanamixis-Chukrasia). **International Journal of Molecular Sciences**, v. 22, n. 24, p. 13262, jan. 2021. Disponível em: <https://www.mdpi.com/1422-0067/22/24/13262>. Acesso em: 04 set. 2022.

LIU, J. *et al.* Anthocyanins: Promising Natural Products with Diverse Pharmacological Activities. **Molecules**, v. 26, n. 13, p. 3807, jan. 2021. Disponível em: <https://www.mdpi.com/1420-3049/26/13/3807>. Acesso em: 29 out. 2022.

LOGANATHAN, T. *et al.* Physicochemical, Druggable, ADMET Pharmacoinformatics and Therapeutic Potentials of Azadirachtin - a Prenol Lipid (Triterpenoid) from Seed Oil Extracts of *Azadirachta indica* A. Juss. **Journal of Drug Delivery and Therapeutics**, v. 11, n. 5, p. 33-46, 15 set. 2021. Disponível em: <https://jddtonline.info/index.php/jddt/article/view/4981>. Acesso em: 07 maio 2022.

LOKANADHAN, S.; MUTHUKRISHNAN, P.; JEYARAMAN, S. Neem products and their agricultural applications. **JBiopest**, v. 5, p. 72-76, 2012. Disponível em: <http://www.jbiopest.com/users/LW8/page.php?intPageId=230>. Acesso em: 14 jan. 2022.

LOZANO-GRANDE, M. A. *et al.* Plant Sources, Extraction Methods, and Uses of Squalene. **International Journal of Agronomy**, v. 2018, p. e1829160, 1 ago. 2018. Disponível em: <https://www.hindawi.com/journals/ija/2018/1829160/>. Acesso em: 28 out. 2022.

LUDWICZUK, A.; SKALICKA-WOŹNIAK, K.; GEORGIEV, M. I. Terpenoids. *In*: BADAL, S.; DELGODA, R. (org.). **Pharmacognosy**. Boston: Academic Press, 2017. p. 233-266. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/B9780128021040000111>. Acesso em: 19 out. 2022.

LUKONGE, E.; LABUSCHAGNE, M. T.; HUGO, A. The evaluation of oil and fatty acid composition in seed of cotton accessions from various countries. **Journal of the Science of Food and Agriculture**, v. 87, n. 2, p. 340–347, 2007. Disponível em: <https://onlinelibrary.wiley.com/doi/abs/10.1002/jsfa.2731>. Acesso em: 31 ago. 2022.

LUQUE DE CASTRO, M. D.; PRIEGO-CAPOTE, F. Soxhlet extraction: Past and present panacea. **Journal of Chromatography A**, Extraction Techniques. v. 1217, n. 16, p. 2383-2389, 16 abr. 2010. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0021967309016884>. Acesso em: 28 dez. 2021.

MA, J. *et al.* Fatty acid composition of Camellia oleifera oil. **Journal für Verbraucherschutz und Lebensmittelsicherheit**, v. 6, n. 1, p. 9-12, 1 mar. 2011. Disponível em: <https://doi.org/10.1007/s00003-010-0581-3>. Acesso em: 31 ago. 2022.

MACIEL, M. V. *et al.* Atividade inseticida in vitro do óleo de sementes de nim sobre Lutzomyia longipalpis (Diptera: Psychodidae). **Revista Brasileira de Parasitologia Veterinária**, v. 19, n. 1, p. 07-11, 2010. Disponível em: <https://www.scielo.br/j/rbvp/a/jCfNcnW38XWJZ6ttTzBGBXM/abstract/?lang=pt>. Acesso em: 09 jul. 2022.

MAMETOV, R. *et al.* Evolution and Evaluation of GC Columns. **Critical Reviews in Analytical Chemistry**, v. 51, n. 2, p. 150-173, 17 fev. 2021. Disponível em: <https://doi.org/10.1080/10408347.2019.1699013>. Acesso em: 1 out. 2022.

MANK, V.; POLONSKA, T. Use of natural oils as bioactive ingredients of cosmetic products. **Ukrainian food journal**, v. 5, n. 2, p. 281-289, 2016. Disponível em: http://www.irbis-nbu.gov.ua/cgi-bin/irbis_nbu/cgiirbis_64.exe?I21DBN=LINK &P21DBN=UJRN&Z21ID=&S21REF=10&S21CNR=20&S21STN=1&S21FMT=ASPmeta&C21COM=S&S21P03=FILA=&S21STR=UFJ_2016_5_2_7. Acesso em: 02 set. 2022.

MARANGONI, F. *et al.* Dietary linoleic acid and human health: Focus on cardiovascular and cardiometabolic effects. **Atherosclerosis**, v. 292, p. 90-98, 1 jan. 2020. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0021915019315758>. Acesso em: 29 set. 2022.

MARCOMINI, A. M. *et al.* Atividade inseticida de extratos vegetais e do óleo de nim sobre adultos de *alphitobius diaperinus panzer* (coleoptera, tenebrionidae). **Arquivos**

do Instituto Biológico, v. 76, p. 409-416, 25 jun. 2021. Disponível em: <http://www.scielo.br/j/aib/a/FBFJXQQhyTjwRTF79BdWHTy/abstract/?lang=pt>. Acesso em: 20 jun. 2022.

MARRONE, P. G. The Market and Potential for Biopesticides. In: GROSS, A. D. *et al.* (ed.). **Biopesticides: State of the Art and Future Opportunities**. Washington, DC: American Chemical Society, v. 1172. 2014. p. 245-258. Disponível em: <https://doi.org/10.1021/bk-2014-1172.ch016>. Acesso em: 24 out. 2022.

MATIAS, T. P. *et al.* Os agrotóxicos mais vendidos no Brasil: Implicações em meio ambiente e saúde. **Research, Society and Development**, v. 10, n. 8, p. 1–12, 7 jul. 2021. Disponível em: <https://rsdjournal.org/index.php/rsd/article/view/17082>. Acesso em: 17 nov. 2021.

MEGHANI, Z. Regulations Matter: Epistemic Monopoly, Domination, Patents, and the Public Interest. **Philosophy & Technology**, v. 34, n. 4, p. 1449-1474, 1 dez. 2021. Disponível em: <https://doi.org/10.1007/s13347-021-00467-2>. Acesso em: 24 out. 2022.

MEHRANIAN, M. *et al.* Isolation and identification of cuticular compounds from the mediterranean flour moth, *Ephestia kuehniella* Zeller (Lepidoptera: Pyralidae), their antibacterial activities and biological functions. **Archives of Phytopathology and Plant Protection**, v. 50, n. 1-2, p. 47-61, 20 jan. 2017. Disponível em: <https://doi.org/10.1080/03235408.2016.1253264>. Acesso em: 28 out. 2022.

MELGAREJO, P. *et al.* Total lipids content and fatty acid composition of seed oils from six pomegranate cultivars. **Journal of the Science of Food and Agriculture**, v. 69, n. 2, p. 253–256, 1995. Disponível em: <https://onlinelibrary.wiley.com/doi/abs/10.1002/jsfa.2740690216>. Acesso em: 31 ago. 2022.

MOHAMADPOOR, M. *et al.* Evaluation of biocontrol potential of *Achromobacter xylosoxidans* strain CTA8689 against common bean root rot. **Physiological and Molecular Plant Pathology**, v. 117, p. 1-9, 1 jan. 2022. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0885576521001703>. Acesso em: 26 set. 2022.

MONDAL, E.; CHAKRABORTY, K. *Azadirachta indica* - A Tree With Multifaceted Applications: An Overview - ProQuest. **Pharm. Sci. & Res**, v. 8, n. 5, p. 299-306, 2016. Disponível em: <https://www.proquest.com/openview/177f9d614e4eb31ce5151f8a5fe6d781/1?pq-origsite=gscholar&cbl=54977>. Acesso em: 29 jan. 2022.

MONTEIRO, C. M. P. **Análise de substâncias voláteis com interesse forense: validação de um método analítico por GC-FID**. 2012. Dissertação (Mestrando em Medicina Legal) - Universidade de Coimbra, Coimbra, 2017. Disponível em: <https://estudogeral.sib.uc.pt/handle/10316/44171>. Acesso em: 1 out. 2022.

MORAIS, L. A. S. DE; MARINHO-PRADO, J. S. Plantas com Atividade Inseticida. In: HALFELD-VIEIRA, B. de A. *et al.* (ed.). **Defensivos agrícolas naturais: uso e perspectivas**. Brasília, DF: Embrapa, 2016. cap. 19, p. 542-593. Disponível em: <http://www.alice.cnptia.embrapa.br/handle/doc/1061215>. Acesso em: 08 nov. 2021.

MORGAN, E. D. Azadirachtin, a scientific gold mine. **Bioorganic & Medicinal Chemistry**, Modern Trends in Agrochemistry, v. 17, n. 12, p. 4096-4105, 15 jun. 2009. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0968089608011346>. Acesso em: 19 dez. 2021.

MOSSINI, S. A. G.; KEMMELMEIER, C. A árvore nim (*Azadirachta indica* A. Juss): múltiplos usos. **Acta Farmacéutica Bonaerense**, v. 24, n. 1, p. 139-148, 2005. Disponível em: <http://sedici.unlp.edu.ar/handle/10915/6725>. Acesso em: 29 dez. 2021.

MOTTA, V. T. **Bioquímica**. 2. ed. MedBook, 2011. *E-book*.

MUBARAK, A. M.; KULATILLEKE, C. P. Sulphur constituents of neem seed volatiles: A revision. **Phytochemistry**, v. 29, n. 10, p. 3351-3352, 1 jan. 1990. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/003194229080213Z>. Acesso em: 04 set. 2022.

MULLA, M. *et al.* Utilization of novel and rapid techniques for characterization of neem *Azadirachta indica* seed oil and palm oil blends. **International Journal of Food Engineering**, v. 16, n. 10, 1 out. 2020. Disponível em: <https://www.degruyter.com/document/doi/10.1515/ijfe-2020-0047/html>. Acesso em: 09 jun. 2022.

NARAYAN BHILWADE, H. *et al.* Squalene as Novel Food Factor. **Current Pharmaceutical Biotechnology**, v. 11, n. 8, p. 875-880, 1 dez. 2010. Disponível em: <https://www.ingentaconnect.com/content/ben/cpb/2010/00000011/00000008/art00011>. Acesso em: 28 out. 2022.

NATHAN, S. S.; KALAIIVANI, K.; MURUGAN, K. Effects of neem limonoids on the malaria vector *Anopheles stephensi* Liston (Diptera: Culicidae). **Acta Tropica**, v. 96, n. 1, p. 47-55, 1 out. 2005. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0001706X05001877>. Acesso em: 27 jan. 2022.

NEVES, B. P. DAS; OLIVEIRA, I. P. DE; NOGUEIRA, J. C. M. **Cultivo e utilização do nim indiano**. Santo Antônio de Goiás: Embrapa Arroz e Feijão, 2003. 12 p. Disponível em: <http://www.infoteca.cnptia.embrapa.br/handle/doc/212487>. Acesso em: 15 dez. 2021.

NEVES, E. J. M.; CARPANEZZI, A. A. **O cultivo do nim (*Azadirachta indica*) para produção de frutos no Brasil**. Colombo: Embrapa Florestas, 2008. 8 p. Disponível em: <http://www.infoteca.cnptia.embrapa.br/handle/doc/315642>. Acesso em: 15 dez. 2021.

NEVES, E. J. M.; CARPANEZZI, A. A. **Prospecção sobre o cultivo do nim (*Azadirachta indica*) no Brasil**. Colombo: Embrapa Florestas, 2009. 34 p. Disponível em: <http://www.infoteca.cnptia.embrapa.br/handle/doc/657534>. Acesso em: 27 jan. 2022.

NICOLETTI, M.; MURUGAN, K. Neem the tree of 21st century. **PhOL - Farmacologia OnLine**, v. 3, p. 115-121, 30 dez. 2013. Disponível em: https://pharmacologyonline.silae.it/front/archives_2013_3. Acesso em: 17 jan. 2022.

NISYA, F. N.; PRIJONO, D.; NURKANIA, A. Application of diethanolamide surfactant derived from palm oil to improve the performance of biopesticide from neem oil.

IOP Conference Series: Earth and Environmental Science, v. 65, p. 1-11, maio 2017. Disponível em: <https://doi.org/10.1088/1755-1315/65/1/012005>. Acesso em: 10 mar. 2022.

NWANKWO, D. O. L. *et al.* Isolation, Antimicrobial properties and characterization of endophytic secondary metabolites obtained from *Azadirachta indica*. **Journal of Current Biomedical Research**, v. 1, n. 3, p. 39-56, 22 dez. 2021. Disponível em: <https://journals.unizik.edu.ng/index.php/jcbr/article/view/782>. Acesso em: 10 maio 2022.

NZIKOU, J. M. *et al.* Characteristics and Composition of Jatropha curcas Oils, Variety Congo-Brazzaville. **Research Journal of Applied Sciences, Engineering and Technology**, v. 1, n. 3, p. 154-159, out. 2009. Disponível em: <https://www.airitilibrary.com/Publication/alDetailedMesh?docid=20407467-200910-201009060080-201009060080-154-159>. Acesso em: 27 out. 2022.

OJEWUMI, M. E. *et al.* Central Composite Design for Solvent Extraction of Oil from Neem (*Azadirachta indica*) seed. **IOP Conference Series: Materials Science and Engineering**, v. 1107, n. 1, p. 1-14, abr. 2021. Disponível em: <https://doi.org/10.1088/1757-899x/1107/1/012109>. Acesso em: 05 fev. 2022.

OLIVEIRA, I. P. DE *et al.* **Manejo sustentável e nutrição mineral do nim indiano**. Santo Antônio de Goiás: Embrapa Arroz e Feijão, 2005. 16 p. Disponível em: <http://www.infoteca.cnptia.embrapa.br/handle/doc/191783>. Acesso em: 27 jan. 2022.

OLOFSSON, P. *et al.* Phytol: A Chlorophyll Component with Anti-inflammatory and Metabolic Properties. In: JACOB, C. *et al.* (org.). **Recent Advances in Redox Active Plant and Microbial Products: From Basic Chemistry to Widespread Applications in Medicine and Agriculture**. Dordrecht: Springer Netherlands, 2014. p. 345-359. Disponível em: https://doi.org/10.1007/978-94-017-8953-0_13. Acesso em: 22 set. 2022.

OUYANG, G.; VUCKOVIC, D.; PAWLISZYN, J. Nondestructive Sampling of Living Systems Using in Vivo Solid-Phase Microextraction. **Chemical Reviews**, v. 111, n. 4, p. 2784-2814, 13 abr. 2011. Disponível em: <https://doi.org/10.1021/cr100203t>. Acesso em: 21 out. 2022.

PASSOS, F. R. S. *et al.* Anti-inflammatory and modulatory effects of steroidal saponins and saponinogenins on cytokines: A review of pre-clinical research. **Phytomedicine**, v. 96, p. 153842, 1 fev. 2022. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0944711321003834>. Acesso em: 29 out. 2022.

PAULO, H. H. DE. **Efeitos de extratos de fumo e nim sobre *Myzus persicae* (Sulzer) (Hemiptera: Aphididae) e *Coleomegilla maculata* DeGeer (Coleoptera: Coccinellidae)**. 2017. Dissertação (Mestrado em Fitossanidade e Biotecnologia Aplicada) - Instituto de Ciências Biológicas e da Saúde, Universidade Federal Rural do Rio de Janeiro, Seropédica, Rio de Janeiro, 12 jul. 2017. Disponível em: <https://tede.ufrj.br/handle/jspui/4555>. Acesso em: 20 dez. 2021.

PAVIA, D. L. *et al.* **Introdução à espectroscopia**. 1. ed. Cengage Learning, 2010. 708 p. *E-book*.

PENG, S. *et al.* Novel solid-phase microextraction fiber coatings: A review. **Journal of Separation Science**, v. 45, n. 1, p. 282-304, 2022. Disponível em: <https://onlinelibrary.wiley.com/doi/abs/10.1002/jssc.202100634>. Acesso em: 06 out. 2022.

PENTEADO, S. DO R. C. *et al.* Escolitídeos como bioindicadores do “declínio do nim” no Brasil. **Pesquisa Florestal Brasileira**, v. 31, n. 65, p. 69-69, 17 mar. 2011. Disponível em: <https://pfb.cnpf.embrapa.br/pfb/index.php/pfb/article/view/179>. Acesso em: 20 jun. 2022.

PERERA, A. G. W. U.; KARUNARATNE, M. M. S. C.; CHINTHAKA, S. D. M. Bioactivity and Volatile Profiling of *Azadirachta indica* Leaves for the Management of Maize Weevil, *Sitophilus zeamais* (Motsch.) Infestations. **Journal of Tropical Forestry and Environment**, v. 8, n. 1, 30 jun. 2018. Disponível em: <http://journals.sjp.ac.lk/index.php/JTFE/article/view/3479>. Acesso em: 11 maio 2022.

POOLE, C. F. Sample preparation for gas chromatography. *In*: POOLE, C. F. (org.). **Gas Chromatography (Second Edition)**. Handbooks in Separation Science. Amsterdam: Elsevier, 2021. p. 615-653. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/B9780128206751000058>. Acesso em: 01 nov. 2022.

PRASAD, R.; PRASAD, S. Neem and the Environment. **International journal of plant and environment**, v. 4, n. 01, p. 01-09, 31 jan. 2018. Disponível em: <https://www.ijplantenviro.com/index.php/IJPE/article/view/1033>. Acesso em: 23 out. 2022.

RAGUNATH, C. *et al.* Phytochemical Screening and GC-MS Analysis of Bioactive Constituents in the Methanolic Extract of *Caulerpa racemosa* (Forssk.) J. Agardh and *Padina boergesenii* Allender & Kraft. **CURRENT APPLIED SCIENCE AND TECHNOLOGY**, v.20, n. 3, p. 380-393, 28 abr. 2020. Disponível em: <https://li01.tcithaijo.org/index.php/cast/article/view/242066>. Acesso em: 26 jun. 2022.

RANDALL, G. E. *et al.* **Química orgânica experimental: técnicas de escala pequena**. 3. ed. São Paulo: Cengage e Learning, 2012. 1040 p. *E-book*.

RANI, N. *et al.* Pharmacological Properties and Therapeutic Potential of Naringenin: A Citrus Flavonoid of Pharmaceutical Promise. **Current Pharmaceutical Design**, v. 22, n. 28, p. 4341-4359, 1 ago. 2016. Disponível em: <https://www.ingentaconnect.com/content/ben/cpd/2016/00000022/00000028/art00002>. Acesso em: 29 out. 2022.

RAO, C. J. D.; SESHADRI, T. R. Fatty acids of Neem oil. **Proceedings of the Indian Academy of Sciences - Section A**, v. 15, n. 3, p. 161-167, 1 mar. 1942. Disponível em: <https://doi.org/10.1007/BF03051848>. Acesso em: 30 ago. 2022.

RAZA, W. *et al.* Volatile organic compounds produced by *Pseudomonas fluorescens* WR-1 restrict the growth and virulence traits of *Ralstonia solanacearum*. **Microbiological Research**, v. 192, p. 103-113, 1 nov. 2016. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0944501316300489>. Acesso em: 26 set. 2022.

RUKMINI, C. Chemical and nutritional evaluation of neem oil. **Food Chemistry**, v. 26, n. 2, p. 119-124, 1 jan. 1987. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/0308814687901221>. Acesso em: 29 jun. 2022.

SAHA TCHINDA, J.-B. *et al.* Fatty acid profiles, antioxidant, and phenolic contents of oils extracted from *Acacia polyacantha* and *Azadirachta indica* (Neem) seeds using green solvents. **Journal of Food Processing and Preservation**, v. 45, n. 2, p. 1-13, 2021. Disponível em: <https://onlinelibrary.wiley.com/doi/abs/10.1111/jfpp.15115>. Acesso em: 03 fev. 2022.

SANTOS, G. DOS; FABRICANTE, J. R. Potencial de invasão biológica do nim (*Azadirachta indica* A. Juss.) no nordeste brasileiro. **Revista de Ciências Ambientais**, v. 14, n. 3, p. 07-12, 17 dez. 2020. Disponível em: <https://revistas.unilasalle.edu.br/index.php/Rbca/article/view/5093>. Acesso em: 20 jun. 2022.

SATYAL, P. *et al.* The Chemical Compositions of the Volatile Oils of Garlic (*Allium sativum*) and Wild Garlic (*Allium vineale*). **Foods**, v. 6, n. 8, p. 63, ago. 2017. Disponível em: <https://www.mdpi.com/2304-8158/6/8/63>. Acesso em: 29 jun. 2022.

SAVOIRE, R.; LANOISELLÉ, J.-L.; VOROBIEV, E. Mechanical Continuous Oil Expression from Oilseeds: A Review. **Food and Bioprocess Technology**, v. 6, n. 1, p. 1-16, 1 jan. 2013. Disponível em: <https://doi.org/10.1007/s11947-012-0947-x>. Acesso em: 03 maio 2022.

SCHMUTTERER, H. Properties and Potential of Natural Pesticides from the Neem Tree, *Azadirachta Indica*. **Annual Review of Entomology**, v. 35, n. 1, p. 271-297, 1990. Disponível em: <https://doi.org/10.1146/annurev.en.35.010190.001415>. Acesso em: 22 dez. 2021.

SHARIARE, M. H. *et al.* Liposomal drug delivery of Corchorus olitorius leaf extract containing phytol using design of experiment (DoE): In-vitro anticancer and in-vivo anti-inflammatory studies. **Colloids and Surfaces B: Biointerfaces**, v. 199, p. 111543, 1 mar. 2021. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0927776520309000>. Acesso em: 22 set. 2022.

SHINA, S. *et al.* Determination of Fatty Acids and Physicochemical Properties of Neem (*Azadirachta Indica* L) Seed Oil Extracts. **AJOL**, v. 8, p. 149-160, 1 mar. 2022. Disponível em: <https://www.ajol.info/index.php/dujopas/article/view/224786>. Acesso em: 25 abr. 2022.

SHIVASHANKAR, S.; ROY, T. K.; MOORTHY, P. N. K. Headspace Solid Phase Micro Extraction and GC/MS Analysis of the Volatile Components in Seed and Cake of *Azadirachta indica* A. juss. **Chem Bull Politech Univ Timisoara**, v. 57, n. 1, p. 6, 2012. Disponível em: http://chemicalbulletin.upt.ro/Chemical-Bulletin-Article_GfEDd.html. Acesso em: 08 jul. 2022.

SILVA, C. J. DA. **O Nim indiano (*Azadirachta indica*) utilizado como arborização urbana no distrito de Iara - Barro - CE.** 2019. Trabalho de Conclusão de Curso (Licenciatura em Geografia) - Centro de Formação de Professores, Universidade Federal

de Campina Grande, Cajazeiras, Paraíba, 28 nov. 2019. Disponível em: <http://dspace.sti.ufcg.edu.br:8080/jspui/handle/riufcg/10944>. Acesso em: 25 ago. 2022.

SILVA, E. C. T. **As drogas de abuso em contexto forense**. 2020. Dissertação (Mestrado em Medicina Legal e Ciências Forenses) - Faculdade de Medicina da Universidade de Coimbra, Instituto Nacional de Medicina Legal e Ciências Forenses, 2020. Disponível em: <https://estudogeral.sib.uc.pt/handle/10316/94258>. Acesso em: 01 out. 2022.

SILVA, J. C. T. *et al.* Purification of the seven tetranortriterpenoids in neem (*Azadirachta indica*) seed by counter-current chromatography sequentially followed by isocratic preparative reversed-phase high-performance liquid chromatography. **Journal of Chromatography A**, 4th International Conference on Countercurrent Chromatography. v. 1151, n. 1, p. 203-210, 1 jun. 2007. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0021967307006127>. Acesso em: 23 jan. 2022.

SKOOG, D. A.; HOLLER, F. J.; NIEMAN, T. A. **Princípios de análise instrumental**. 5. ed. Porto Alegre: Bookman, 2002. *E-book*.

SOUZA, F. M. D.; ESPINHEIRA, M. J. C. L.; MARQUES, T. M. Revisão bibliográfica sobre os diferentes métodos de extração de óleo essencial. *In*: FARIA, A. N. (org.). **Princípios físico-químicos em farmácia**. Ponta Grossa, PR: Atena, 2019. p. 147-182. Disponível em: <https://www.atenaeditora.com.br/arquivos/ebooks/principios-fisico-quimicos-em-farmacia>. Acesso em: 04 jan. 2022.

SOUZA, R. M. *et al.* Primeiro registro de *Atta sexdens rubropilosa* Forel atacando árvores de nim, *Azadirachta indica* A. Juss. **Arquivos do Instituto Biológico**, v. 76, p. 729-733, 25 jun. 2021. Disponível em: <http://www.scielo.br/j/aib/a/cLGMKLWWXjHTXSFWNSbgMFd/?lang=pt>. Acesso em: 20 jun. 2022.

SUGANTHY, M.; GAJENDRA, C. Chemical characterization of *Strychnos nux-vomica* L. leaves for biopesticidal properties using GC-MS. **International Journal of Chemical Studies**, v. 8, n. 1, p. 1112-1116, 2020. Disponível em: <https://www.chemijournal.com/archives/?year=2020&vol=8&issue=1&ArticleId=8398&si=false>. Acesso em: 27 jun. 2022.

SUTEU, D. *et al.* Challenge of Utilization Vegetal Extracts as Natural Plant Protection Products. **Applied Sciences**, v. 10, n. 24, p. 8913, jan. 2020. Disponível em: <https://www.mdpi.com/2076-3417/10/24/8913>. Acesso em: 27 jun. 2022.

SWAPNA SONALE, R.; RAMALAKSHMI, K.; UDAYA SANKAR, K. Characterization of Neem (*Azadirachta indica* A. Juss) seed volatile compounds obtained by supercritical carbon dioxide process. **Journal of Food Science and Technology**, v. 55, n. 4, p. 1444-1454, 1 abr. 2018. Disponível em: <https://doi.org/10.1007/s13197-018-3060-y>. Acesso em: 6 set. 2022.

TESFAYE, B. *et al.* Extraction and comparison of essential oil from neem seed by using soxhlet extraction and simple distillation methods. **International Journal of Engineering Technologies and Management Research**, v. 5, n. 9, p. 74-81, 21 mar. 2020. Disponível em: https://www.granthaalayahpublication.org/ijetmr-ojms/index.php/ijetmr/article/view/10_IJETMR18_A07_475. Acesso em: 05 mar. 2022.

TESFAYE, B.; TEFERA, T. Extraction of Essential Oil from Neem Seed by Using Soxhlet Extraction Methods. **International Journal of Advanced engineering, Management and Science**, v. 3, n. 6, p. 646-650, 2017. Disponível em: <http://ijaems.com/detail/extraction-of-essential-oil-from-neem-seed-by-using-soxhlet-extraction-methods/>. Acesso em: 1 maio 2022.

TULASHIE, S. K. *et al.* Potential of neem extracts as natural insecticide against fall armyworm (*Spodoptera frugiperda* (J. E. Smith) (Lepidoptera: Noctuidae). **Case Studies in Chemical and Environmental Engineering**, v. 4, p. 1-7, 1 dez. 2021. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S2666016421000529>. Acesso em: 09 maio 2022.

TYAGI, T.; AGARWAL, M. Phytochemical screening and GC-MS analysis of bioactive constituents in the ethanolic extract of *Pistia stratiotes* L. and *Eichhornia crassipes* (Mart.) solms. **Journal of Pharmacognosy and Phytochemistry**, v. 6, n. 1, p. 195-206, 2017. Disponível em: <https://www.phytojournal.com/archives/2017.v6.i1.1079/phytochemical-screening-and-gc-ms-analysis-of-bioactive-constituents-in-the-ethanolic-extract-of-pistia-stratiotes-l-and-eichhornia-crassipes-mart-solms>. Acesso em: 28 out. 2022.

UGOEZE, K. C. *et al.* Assessment of the phytoconstituents and optimal applicable concentration of aqueous extract of *Azadirachta indica* leaves for wound healing in male Wistar rats. **Thai Journal of Pharmaceutical Sciences (TJPS)**, v. 45, n. 1, 13 jan. 2021. Disponível em: <http://www.tjps.pharm.chula.ac.th/ojs/index.php/tjps/article/view/290>. Acesso em: 11 maio 2022.

UGOEZE, K. C.; OLUIGBO, K. E.; CHINKO, B. C. Phytomedicinal and Nutraceutical Benefits of the GC-FID Quantified Phytocomponents of the Aqueous Extract of *Azadirachta indica* leaves. **Journal of Pharmacy and Pharmacology Research**, v. 4, n. 4, p. 149-163, 8 dez. 2020. Disponível em: <http://www.fotunejournals.com/phytomedicinal-and-nutraceutical-benefits-of-the-gcfid-quantified-phytocomponents-of-the-aqueous-extract-of-azadirachta-indica-lea.html>. Acesso em: 03 fev. 2022.

UPADHYAY, S. N. *et al.* Immunomodulatory effects of neem (*Azadirachta indica*) oil. **International Journal of Immunopharmacology**, v. 14, n. 7, p. 1187-1193, 1 out. 1992. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/0192056192900540>. Acesso em: 20 maio 2022.

UWINEZA, P. A.; WAŚKIEWICZ, A. Recent Advances in Supercritical Fluid Extraction of Natural Bioactive Compounds from Natural Plant Materials. **Molecules**, v. 25, n. 17, p. 1-23, jan. 2020. Disponível em: <https://www.mdpi.com/1420-3049/25/17/3847>. Acesso em: 28 abr. 2022.

UZUN, B.; ARSLAN, Ç.; FURAT, Ş. Variation in Fatty Acid Compositions, Oil Content and Oil Yield in a Germplasm Collection of Sesame (*Sesamum indicum* L.). **Journal of the American Oil Chemists' Society**, v. 85, n. 12, p. 1135-1142, 2008. Disponível em: <https://onlinelibrary.wiley.com/doi/abs/10.1007/s11746-008-1304-0>. Acesso em: 31 ago. 2022.

VAN HOOGEVEST, P.; WENDEL, A. The use of natural and synthetic phospholipids as pharmaceutical excipients. **European Journal of Lipid Science and Technology**, v. 116, n. 9, p. 1088-1107, 2014. Disponível em: <https://onlinelibrary.wiley.com/doi/abs/10.1002/ejlt.201400219>. Acesso em: 27 set. 2022.

VASUDHAUDUPA, A. *et al.* The antimicrobial and antioxidant property, GC–MS analysis of non-edible oil-seed cakes of neem, madhuca, and simarouba. **Bulletin of the National Research Centre**, v. 45, n. 1, p. 41, 15 fev. 2021. Disponível em: <https://doi.org/10.1186/s42269-021-00498-x>. Acesso em: 12 fev. 2022.

VEITCH, G. E.; BOYER, A.; LEY, S. V. The Azadirachtin Story. **Angewandte Chemie International Edition**, v. 47, n. 49, p. 9402-9429, 2008. Disponível em: <https://onlinelibrary.wiley.com/doi/abs/10.1002/anie.200802675>. Acesso em: 25 jan. 2022.

VERMA, N. K.; ROSHAN, A. A brief study on Neem (*Azadirachta indica* a.) and its application- A review. **Research Journal of Phytomedicine**, v. 1, n. 1, p. 01-03, 7 jul. 2015. Disponível em: <http://asdpub.com/index.php/rjp/article/view/137>. Acesso em: 23 out. 2022.

VIANA, P. A.; PRATES, H. T.; RIBEIRO, P. E. DE A. **Uso do extrato aquoso de folhas de nim para o controle de *Spodoptera frugiperda* na cultura do milho**. Sete Lagoas: Embrapa Milho e Sorgo- Circular Técnica (INFOTECA-E), 2006. 5 p. Disponível em: <https://www.infoteca.cnptia.embrapa.br/handle/doc/490420>. Acesso em: 27 jan. 2022.

WALTER, J. F. commercial Experience with Neem Products. *In*: HALL, F. R.; MENN, J. J. (org.). **Biopesticides: Use and Delivery**. Métodos em Biotecnologia. Totowa, NJ: Humana Press, 1999. 155-170 p. Disponível em: <https://doi.org/10.1385/0-89603-515-8:155>. Acesso em: 23 ago. 2022.

WANG, Z.; JOCELYN PARÉ, J. R. Chapter 3 Gas chromatography (GC): Principles and applications. *In*: PARÉ, J. R. J.; BÉLANGER, J. M. R. (org.). **Techniques and Instrumentation in Analytical Chemistry**. Instrumental Methods in Food Analysis. Elsevier, 1997. v. 18p. 61-91. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0167924497800121>. Acesso em: 1 out. 2022.

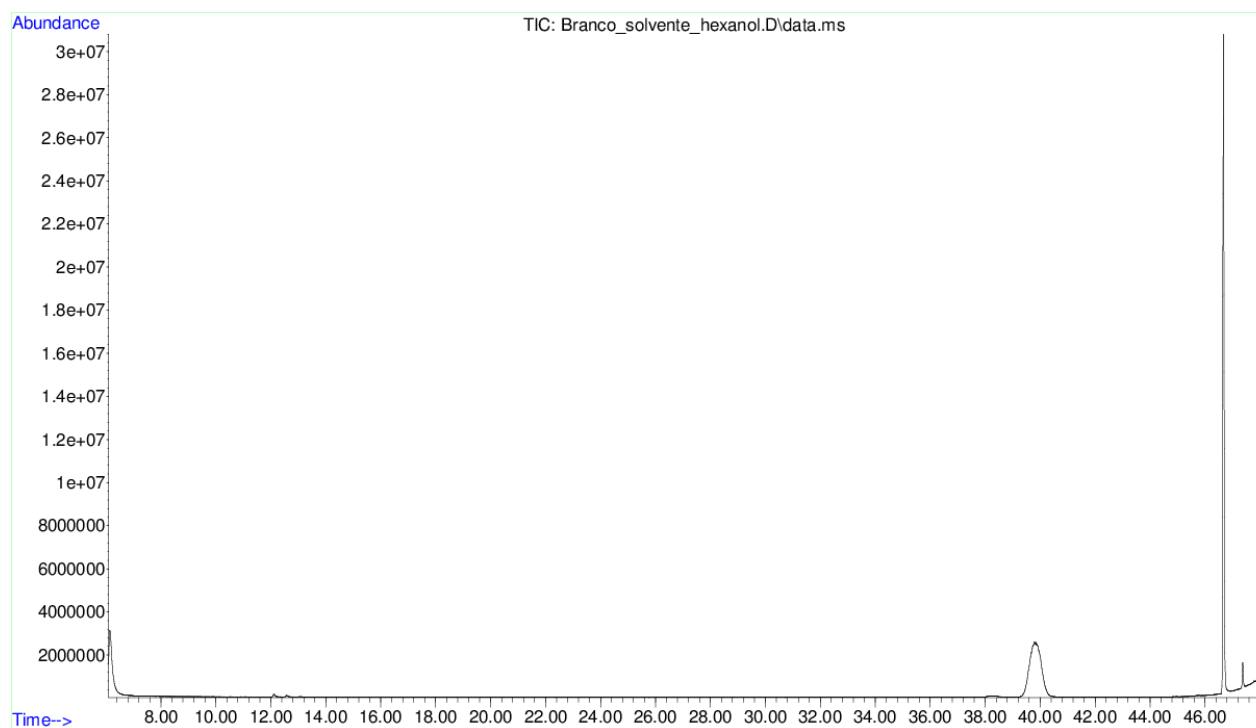
WINNETT, V. *et al.* Inhibition of *Klebsiella pneumoniae* growth by selected Australian plants: natural approaches for the prevention and management of ankylosing spondylitis. **Inflammopharmacology**, v. 25, n. 2, p. 223-235, 1 abr. 2017. Disponível em: <https://doi.org/10.1007/s10787-017-0328-1>. Acesso em: 26 set. 2022.

Y, U. H.; E, I. Y. K.; A, T. B. Anti-dermatophytic activity of hexane extracts of *Azadirachta indica* A. Juss. **African Journal of Microbiology Research**, v. 13, n. 26, p. 421-429, 31 ago. 2019. Disponível em: <https://academicjournals.org/journal/AJMR/article-abstract/61B445A61684>. Acesso em: 1 maio 2022.

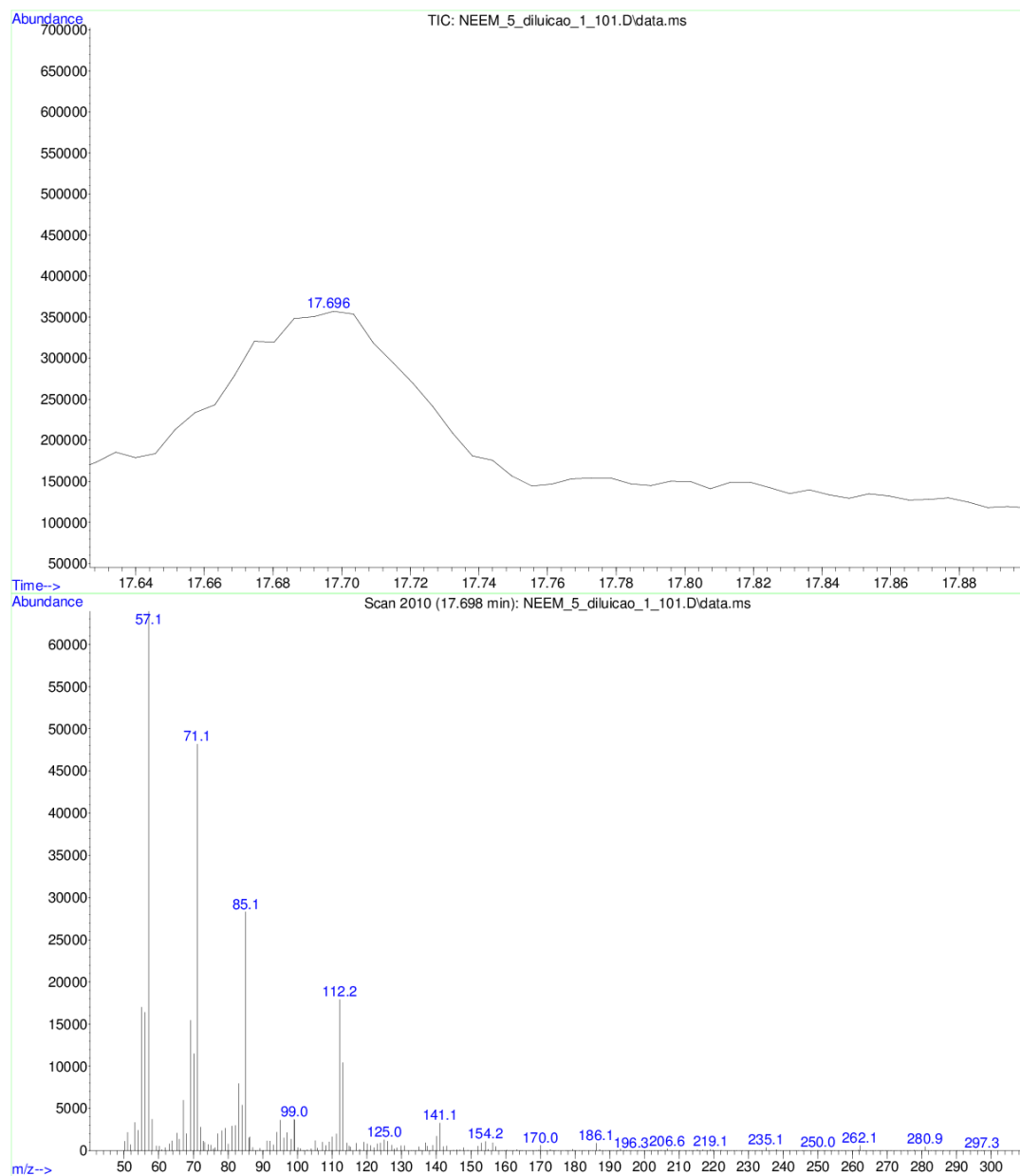
- YAMI, A. M.; IBRAHIM, M. E.; RAJI, A. Extraction and characterization of oil from neem and yellow oleander seeds for biodiesel production. **European Journal of Materials Science and Engineering**, v. 5, n. 4, p. 212-221, 2020. Disponível em: <https://doaj.org/article/c2dd8fd961ea4e47a6473f6cf3516a27>. Acesso em: 22 jun. 2022.
- ZAMBIAZI, R. C. *et al.* Fatty acid composition of vegetable oils and fats. **Boletim do Centro de Pesquisa de Processamento de Alimentos**, v. 25, n. 1, 30 jul. 2007. Disponível em: <https://revistas.ufpr.br/alimentos/article/view/8399>. Acesso em: 11 jul. 2022.
- ZANNO, P. R. *et al.* Structure of the insect phagorepellent azadirachtin. Application of PRFT/CWD [partially relaxed Fourier transform/continuous wave decoupling] carbon-13 nuclear magnetic resonance. **ACS Publications**, p. 1975-1977, 2 abr. 1975. Disponível em: <https://pubs.acs.org/doi/pdf/10.1021/ja00840a073>. Acesso em: 25 jan. 2022.
- ZHANG, H.; MALLIK, A.; ZENG, R. S. Control of Panama Disease of Banana by Rotating and Intercropping with Chinese Chive (*Allium Tuberosum* Rottler): Role of Plant Volatiles. **Journal of Chemical Ecology**, v. 39, n. 2, p. 243-252, 1 fev. 2013. Disponível em: <https://doi.org/10.1007/s10886-013-0243-x>. Acesso em: 24 set. 2022.
- ZHAO, B. *et al.* Characterization of the Chemical Composition of Chinese *Moringa oleifera* Seed Oil. **Journal of the American Oil Chemists' Society**, v. 96, n. 5, p. 523-533, 2019. Disponível em: <https://onlinelibrary.wiley.com/doi/abs/10.1002/aocs.12203>. Acesso em: 26 jun. 2022.
- ZHAO, Y. *et al.* Starch Molecular Structural Features and Volatile Compounds Affecting the Sensory Properties of Polished Australian Wild Rice. **Foods**, v. 11, n. 4, p. 511, jan. 2022. Disponível em: <https://www.mdpi.com/2304-8158/11/4/511>. Acesso em: 23 set. 2022.

APÊNDICE

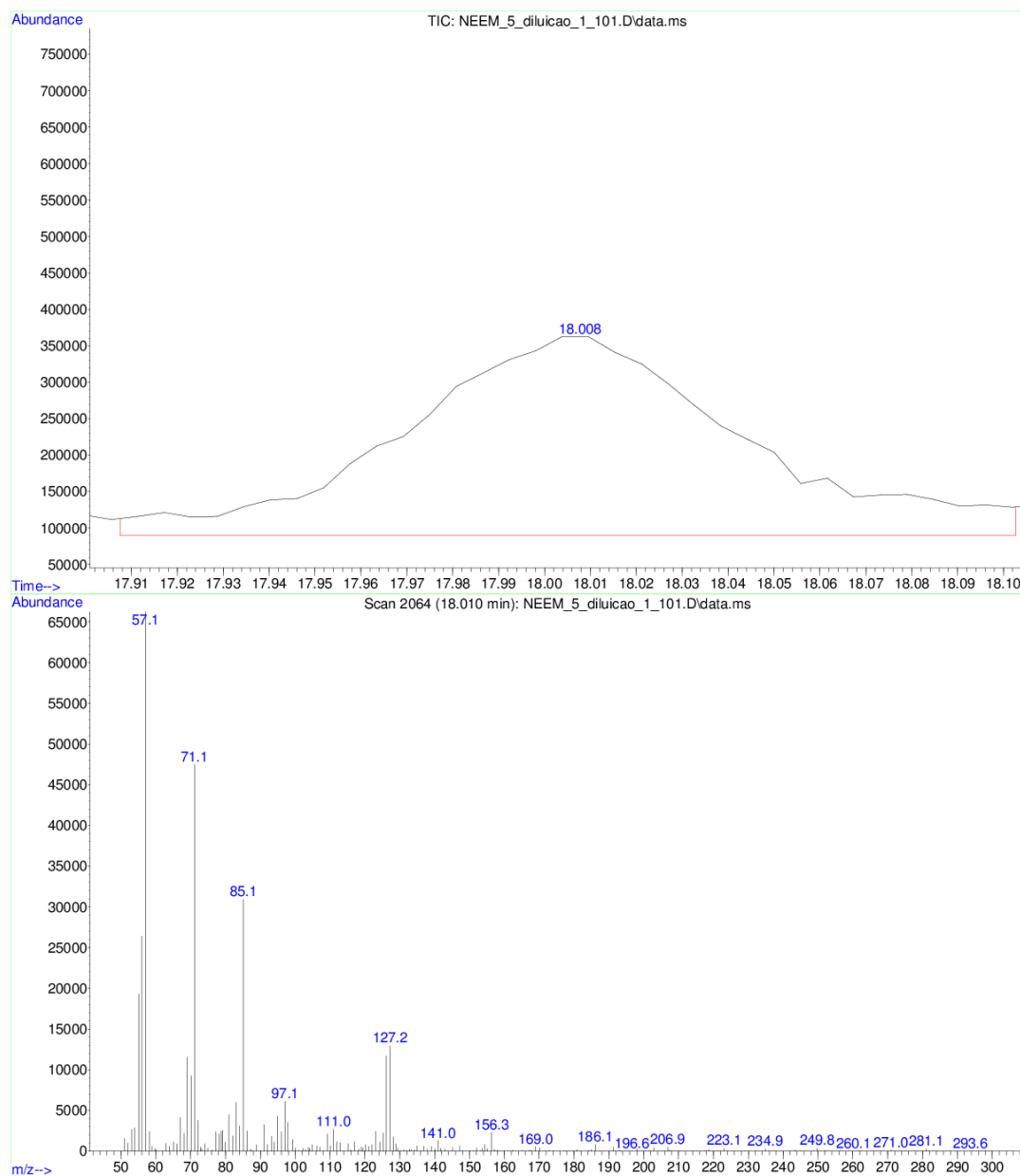
APÊNDICE A – TIC do branco solvente hexano grau GC



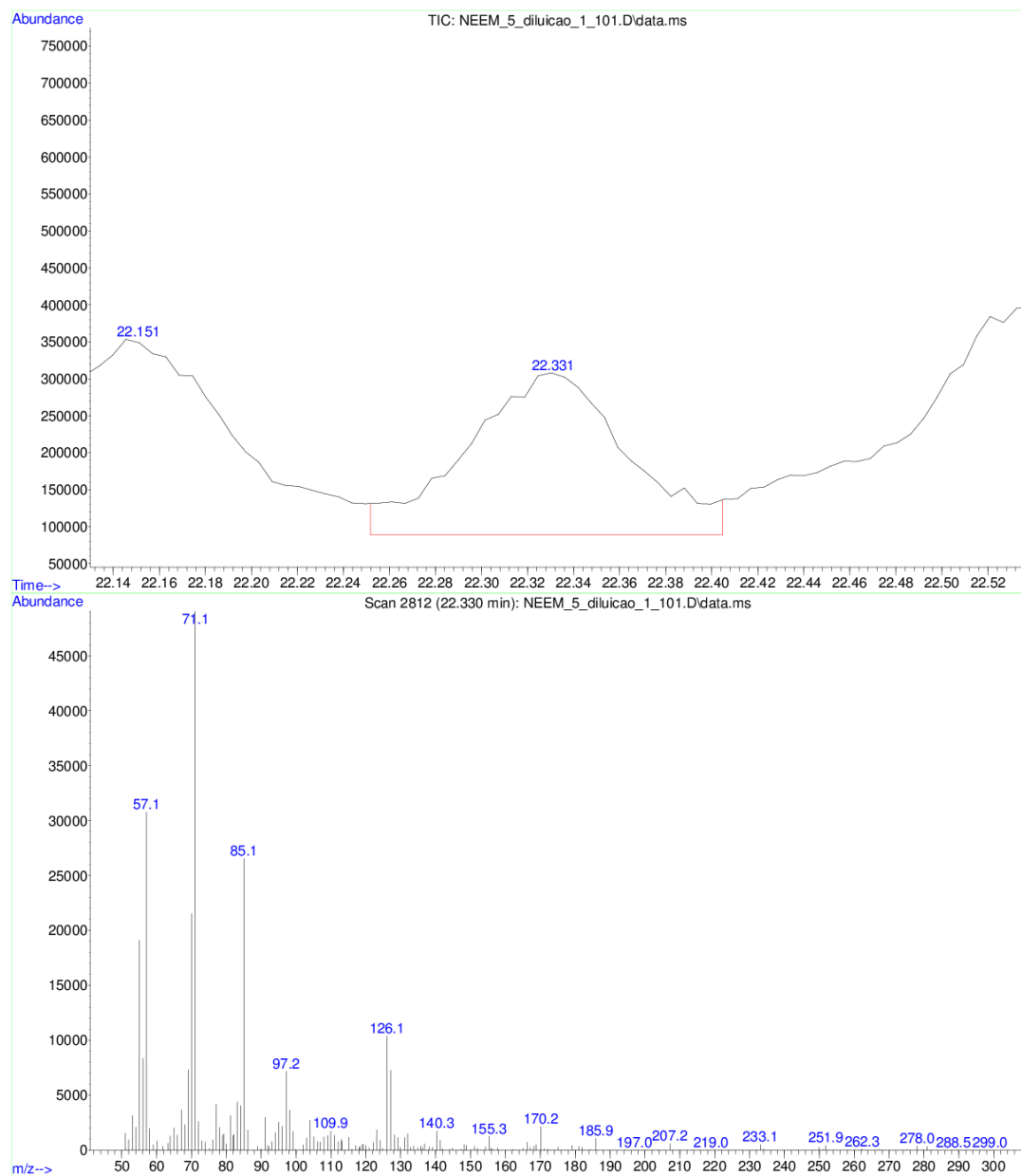
APÊNDICE B – TIC e SCAN do 2-metildecano



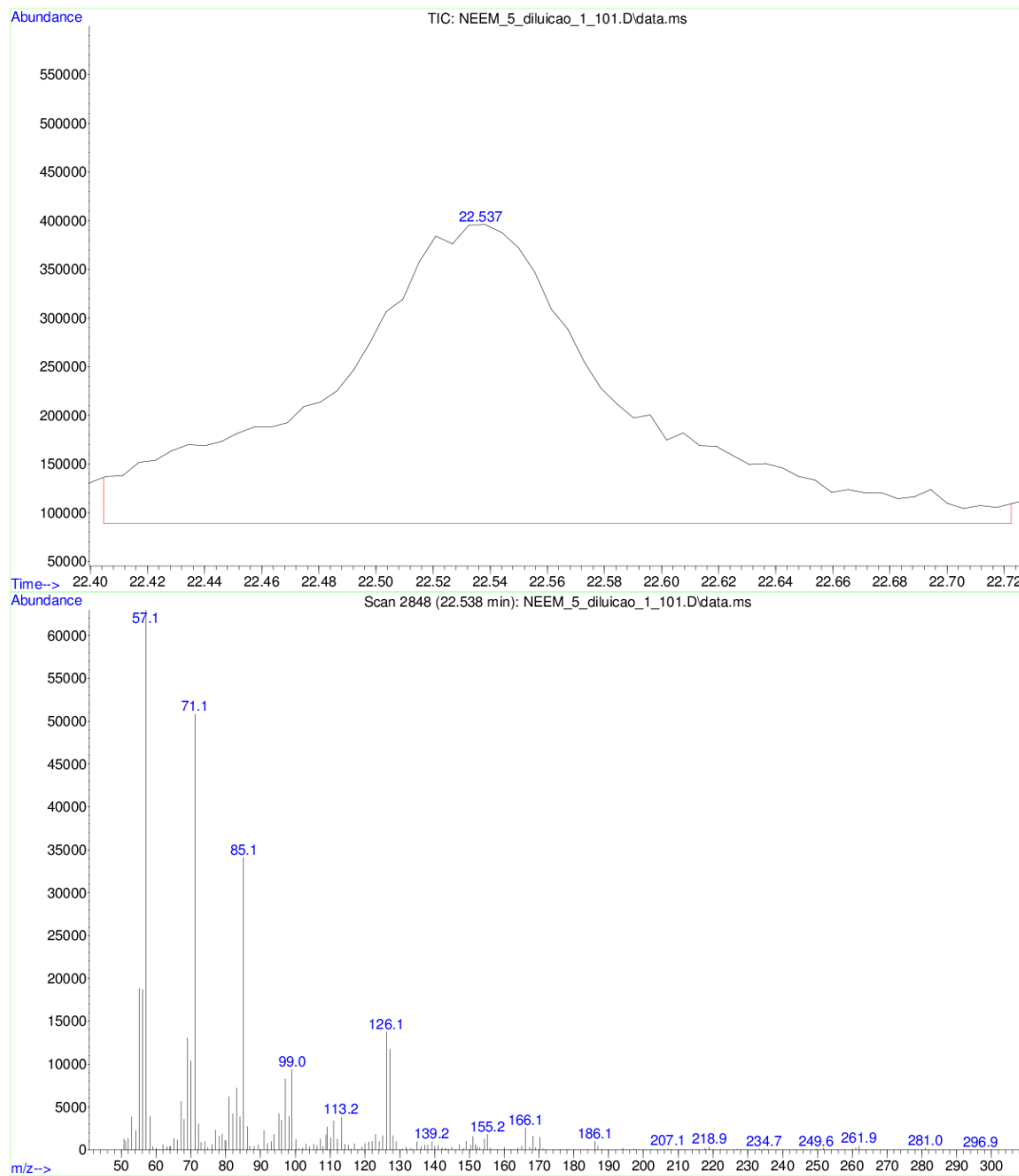
APÊNDICE C – TIC e SCAN do 3-metildecano



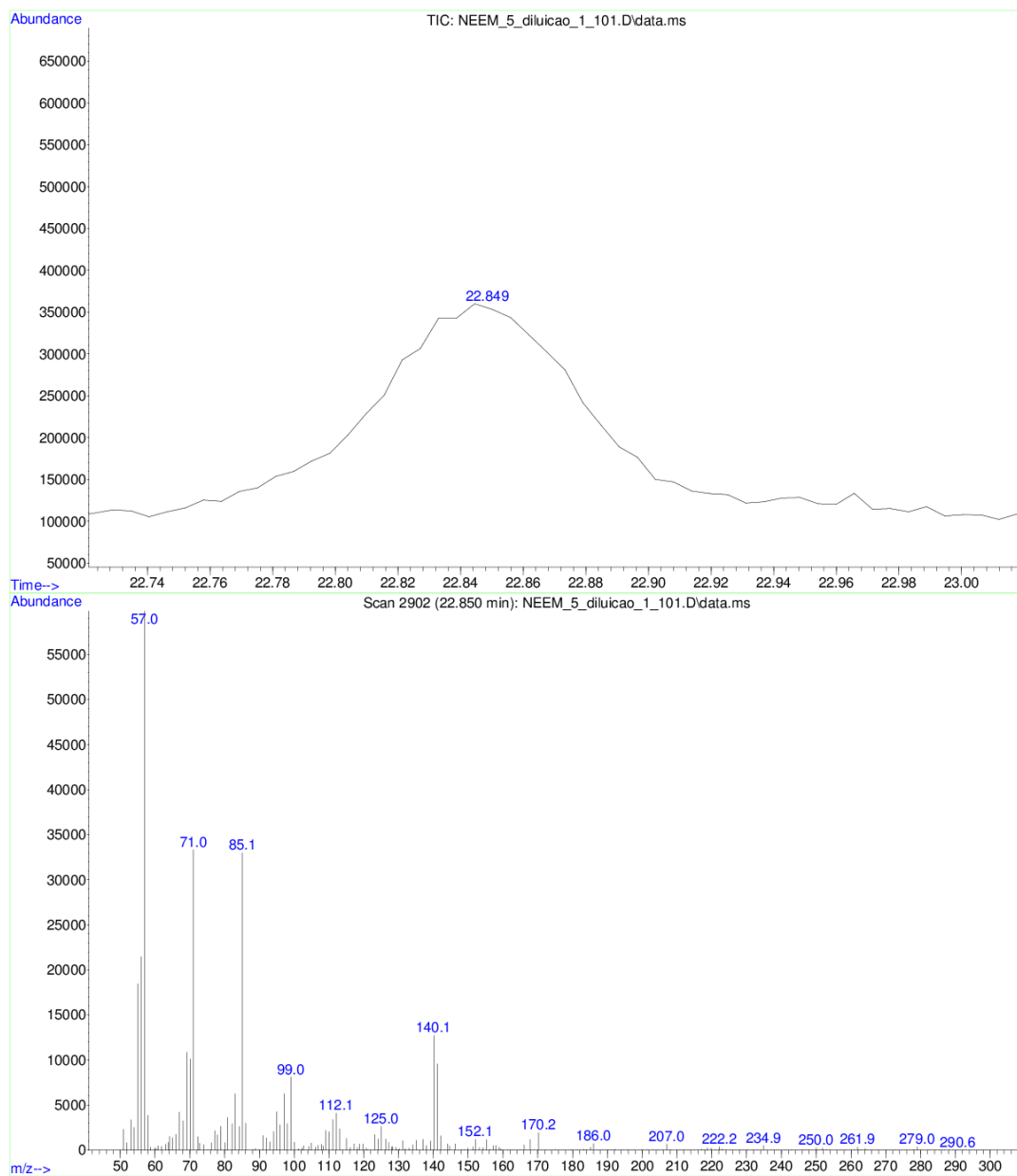
APÊNDICE D – TIC e SCAN do 4-metilundecano



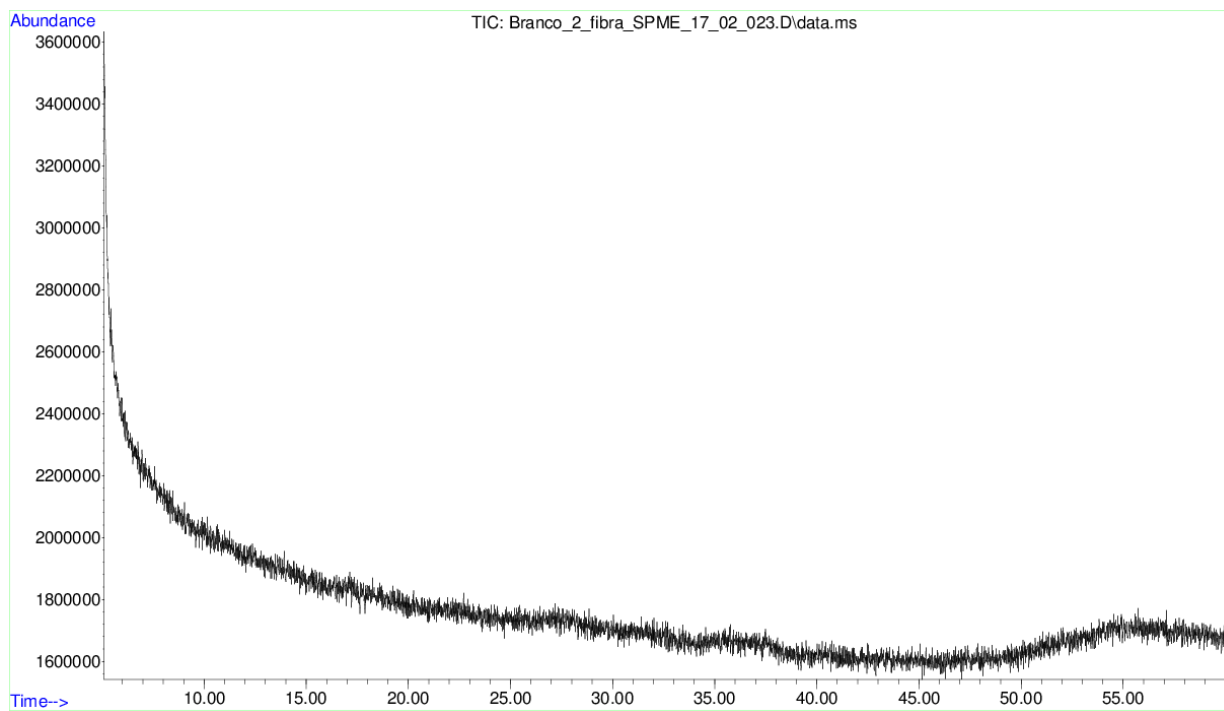
APÊNDICE E – TIC e SCAN do 2-metilundecano



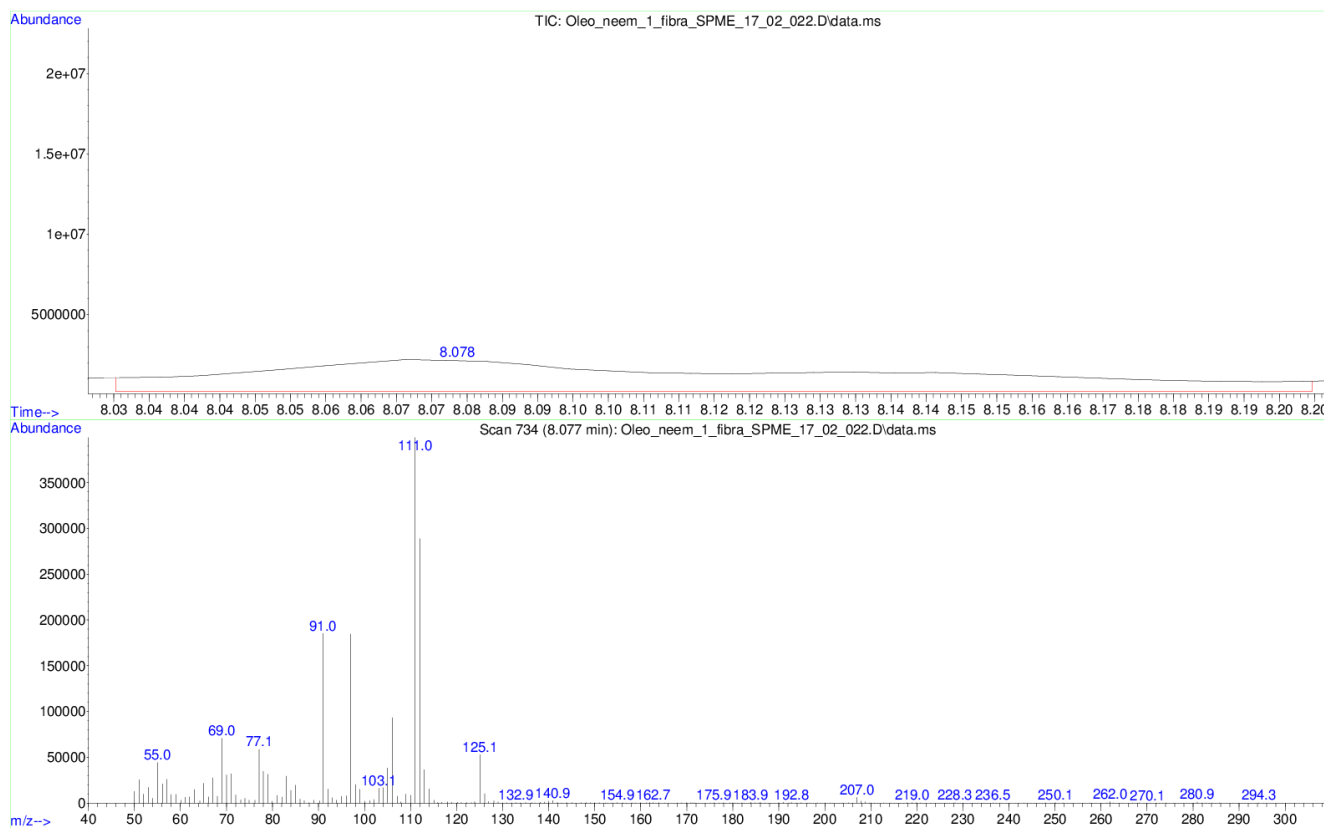
APÊNDICE F – TIC e SCAN do 3-metilundecano



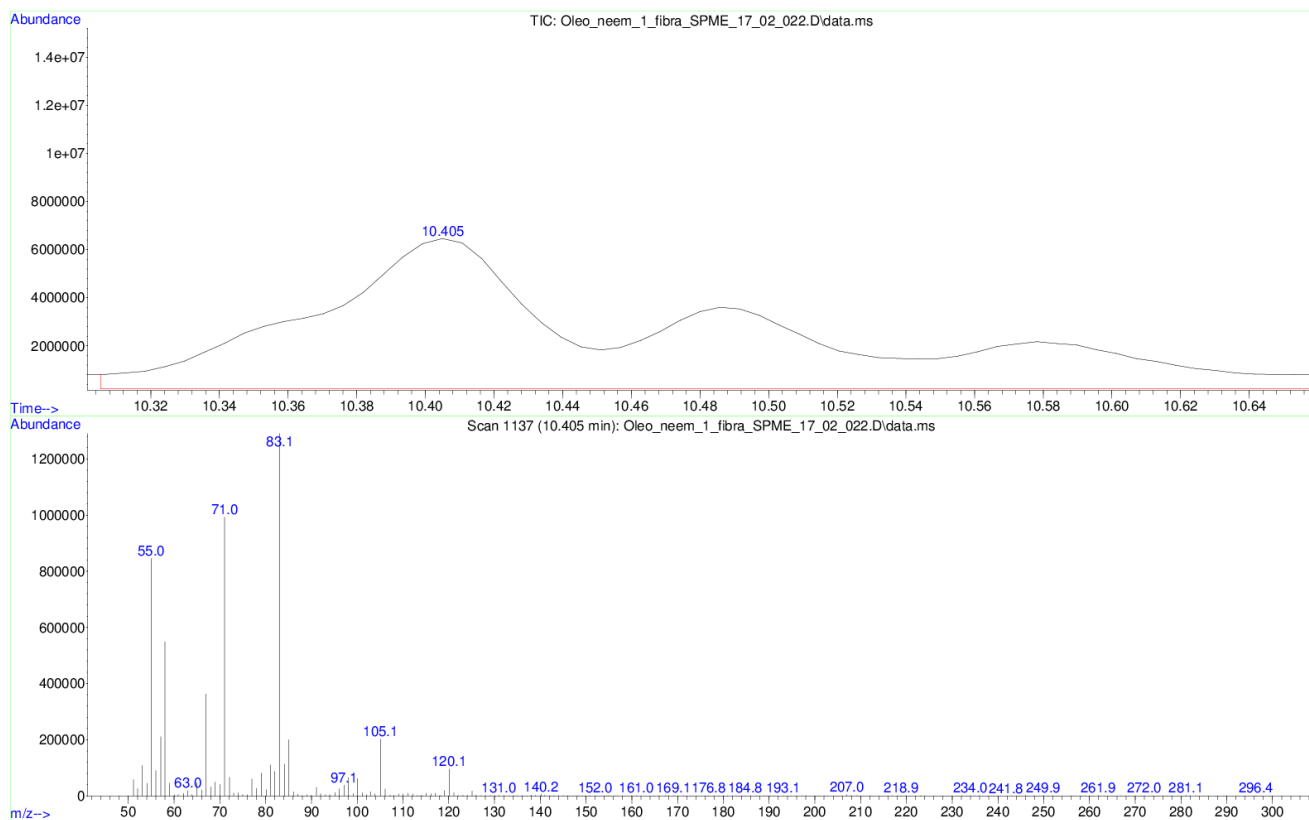
APÊNDICE G – TIC do branco da fibra MEFS



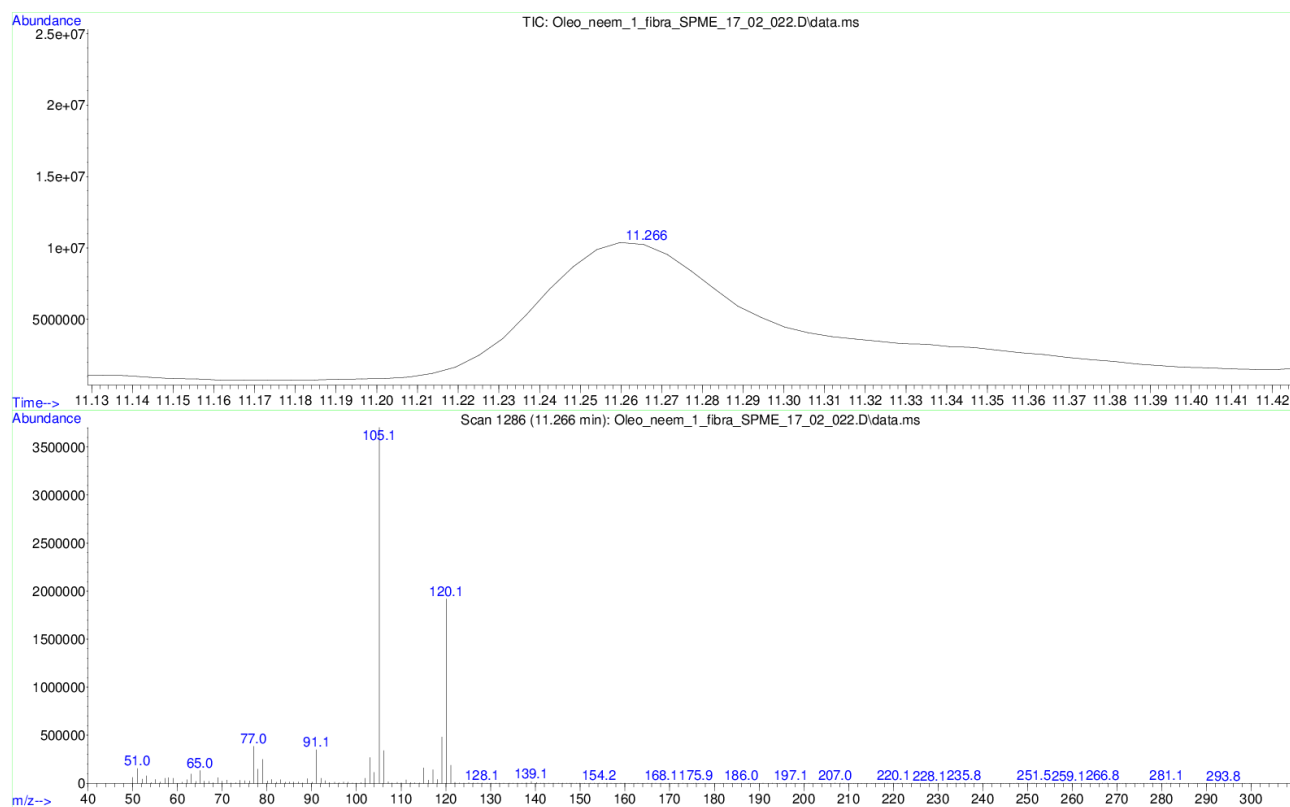
APÊNDICE H – TIC e SCAN do 3,4-dimetiltiofeno



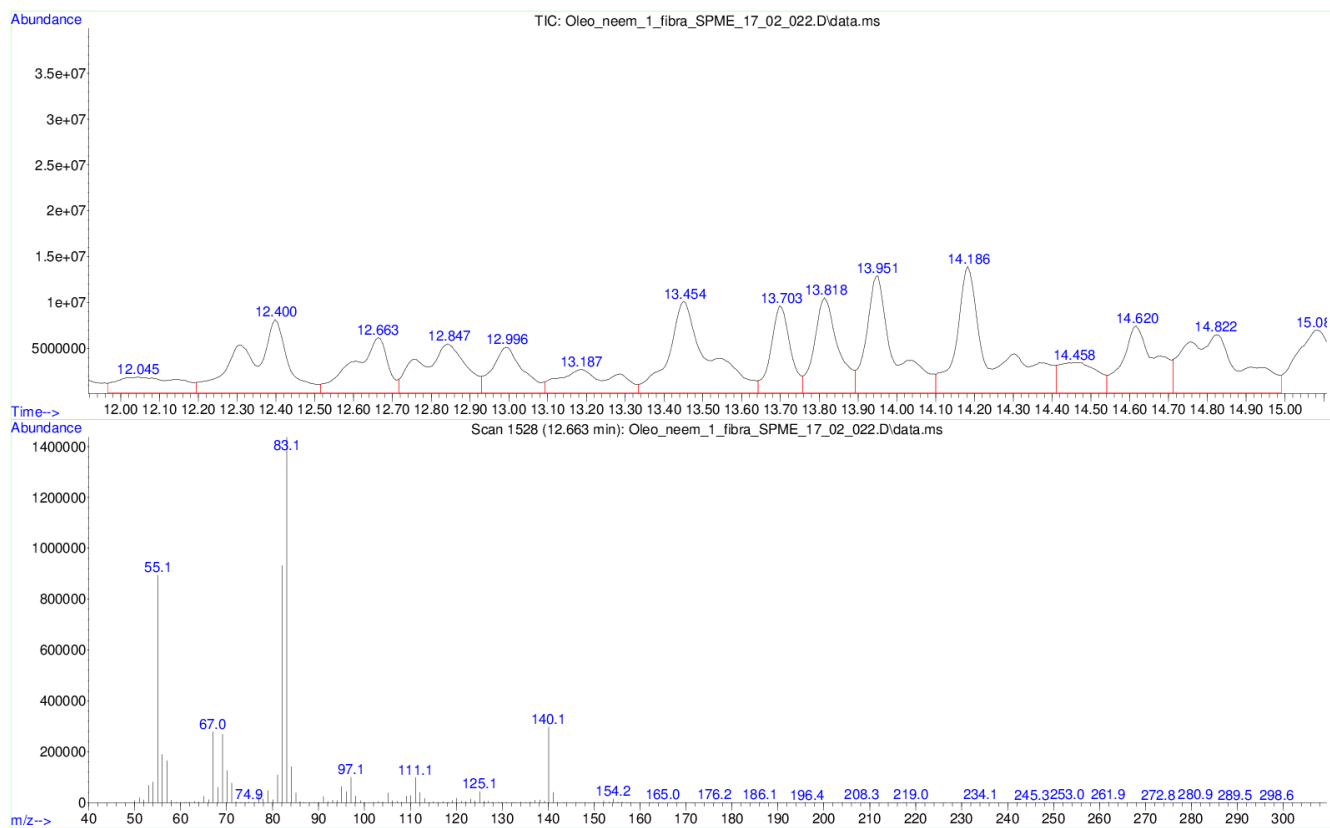
APÊNDICE I – TIC e SCAN do 2,5-diol-3-hexano



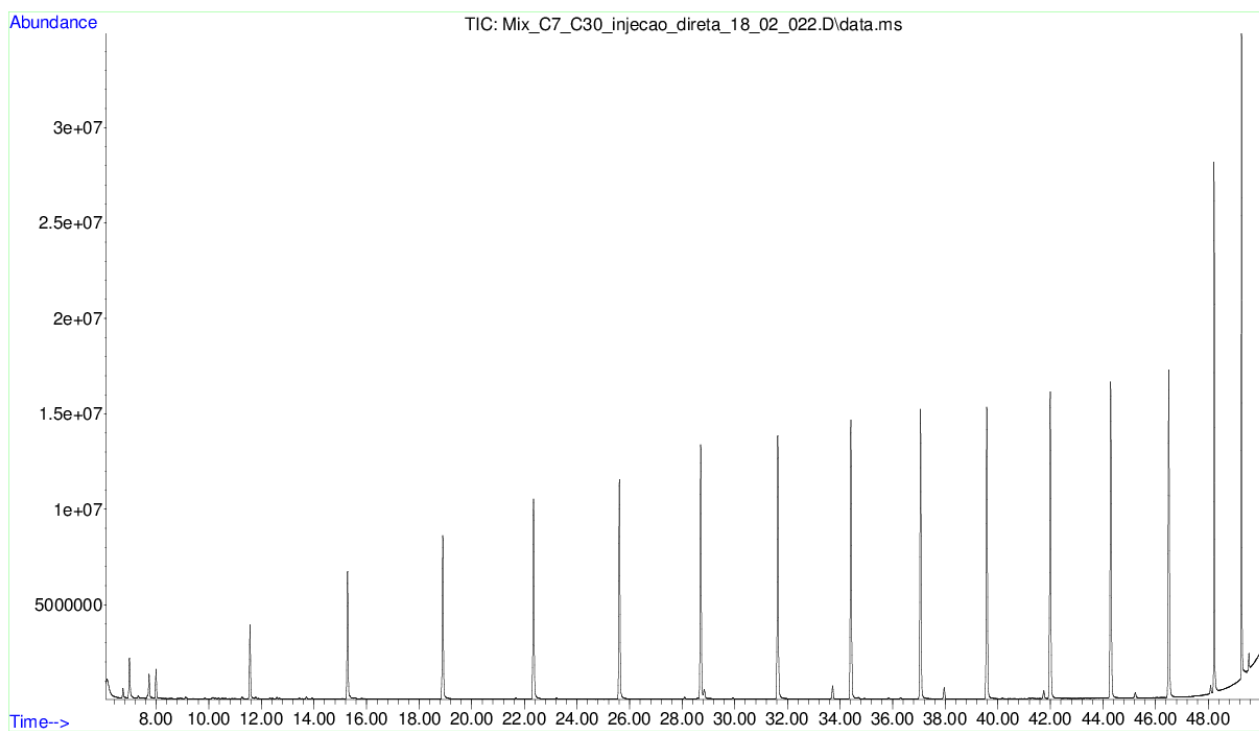
APÊNDICE J – TIC e SCAN do 1,2,3-trimetilbenzeno



APÊNDICE K – TIC e SCAN do bulticiclohexano



APÊNDICE K – TIC do padrão de n-alcenos C₇-C₃₀ para cálculo do índice do *Kovats* para análise injeção manual com fibra MEFS



APÊNDICE L – TIC do padrão de n-alcenos C₇-C₃₀ para cálculo do índice do *Kovats* da análise injeção automática com solvente

