

Relatório no âmbito do projeto

Report on project

Valorização de Sobrantes Florestais - Produção, Caraterização e Qualificação do Óleo Essencial de *Cryptomeria japonica* D. Don

Agosto, 2019

August, 2019



Ciências
ULisboa

CQB
Centro
de Química
e Bioquímica

Centro de Biotecnologia Vegetal (CBV), CESAM Lisboa
Centro de Química e Bioquímica (CQB)

Cofinanciado por



GOVERNO
DOS AÇORES



UNIÃO EUROPEIA

Fundo Europeu de
Desenvolvimento Regional

Índice / Table of contents

CBV, CESAM Lisboa.....	1
Análise de óleo essencial / Essential oil analysis - <i>Cryptomeria japonica</i> (Thunb. ex L.f.) D.Don	1
Análise por Cromatografia Gasosa (GC) e Cromatografia Gasosa acoplada a Espectrometria de Massa (GC-MS)	1
Analysis by Gas Chromatography (GC) and Gas Chromatography coupled to Mass Spectrometry (GC-MS).....	1
 CQB	 5
Análise por Espectroscopia de Ressonância Magnética Nuclear de ^{13}C (^{13}C RMN).....	5
Analysis by ^{13}C Nuclear Magnetic Resonance Spectroscopy (^{13}C NMR)	11

Análise de óleo essencial / Essential oil analysis - *Cryptomeria japonica* (Thunb. ex L.f.) D.Don

Análise por Cromatografia Gasosa (GC) e Cromatografia Gasosa acoplada a Espectrometria de Massa (GC-MS)

Analysis by Gas Chromatography (GC) and Gas Chromatography coupled to Mass Spectrometry (GC-MS)

Identificação do Produtor / Identification of the Producer

Produtor / Producer	Azorina S. A.
Responsável para contacto / Contact Name	António J. R. M. Almeida / Maria C. S. M. Rodrigues
Endereço / Address	Av. Antero de Quental 9 C 2ºAndar, 9500-160 Ponta Delgada, Açores, Portugal
Telefone / Phone	296240602
Email	Antonio.JR.Almeida@azores.gov.pt Maria.CSM.Rodrigues@azores.gov.pt

Identificação da planta e momento de colheita / Plant identification and harvest time

Nome científico / Scientific name:	<i>Cryptomeria japonica</i> (Thunb. ex L.f.) D.Don
Nome vulgar / Common name:	Criptoméria, Cedro-japonês / Japanese red-cedar
Família / Family:	Cupressaceae
Parte da planta / Plant part	<i>vide</i> página seguinte / <i>vide</i> overleaf
Floral ou Vegetativo / Floral or Vegetative	
Mês, ano de colheita / Harvest month, year	<i>vide</i> página seguinte / <i>vide</i> overleaf
Exemplar de herbário / Voucher code	
Código de colheita / Harvest code	

Identificação do local de cultura ou colheita / Identification of the place of cultivation or harvesting

Local, país / Place, country	<i>vide</i> página seguinte / <i>vide</i> overleaf
Cultivo, Espontânea / Cultivation, Wild harvest	Matas / Woods
Modo de cultivo / Cultivation method	

Identificação da amostra / Sample identification

Amostra / Sample:	Óleo essencial / Essential oil
Método de extração / Extraction procedure	<i>vide</i> página seguinte / <i>vide</i> overleaf
Tempo de extração / Extraction time	<i>vide</i> página seguinte / <i>vide</i> overleaf
Rendimento (% v/p.f. ou v/p.s.) / Yield (% v/f.w. or v/d.w.)	<i>vide</i> página seguinte / <i>vide</i> overleaf
Mês, ano de engarrafamento / Bottling month, year	
Validade / Shelf life	
Código da amostra / Sample code	<i>vide</i> página seguinte / <i>vide</i> overleaf

Análise do óleo essencial / Essential oil analysis

Identificação dos compostos por Cromatografia Gasosa acoplada a Espectrometria de Massa (GC-MS) e quantificação por Cromatografia Gasosa com Detetor de Ionização de Chama (GC-FID), como detalhado em Faria *et al.* (2016).

Volatiles were analyzed by Gas Chromatography coupled to Mass Spectrometry (GC-MS) for component identification, and by Gas Chromatography with Flame Ionization Detector (GC-FID), for component quantification, as detailed in Faria *et al.* (2016).

Faria *et al.* (2016) *J. Agric. Food Chem.* 64: 7452–7458

Tabela 1. Dados das amostras de óleo essencial de *Cryptomeria japonica* isoladas em agosto de 2019.

Table 1. Data on *Cryptomeria japonica* essential oils samples, isolated in August 2019.

<i>Cryptomeria japonica</i> (L. fil.) D. Don				Óleo Essencial / Essential Oil					
Tipo de material		Sample type	Origem Provenance	MAC MYC	ME EP	TD DT (h:min)	R Yield (%, v/p)	Código Code	
Ramadas e bicadas com estróbilos ♀	Lote não estilhado	Branches from Non-landscaping woodchips with ♀ strobili	Achadinha, Nordeste, S. Miguel, Açores	Aug-19	SD	2:00	0.12	19086A	
Ramadas e bicadas com estróbilos ♀	Lote não estilhado	Branches from Non-landscaping woodchips with ♀ strobili	Caldeira Velha, Ribeira Grande, S. Miguel, Açores	Aug-19	SD	2:03	0.21	19084A	
Ramadas e bicadas (feminino verde escuro)	Lote não estilhado	Branches from Non-landscaping woodchips	Prainha, São Roque do Pico, Pico, Açores	Aug-19	SD	2:00	0.18	19084L P	
Ramadas e bicadas (feminino verde escuro)	Lote não estilhado	Branches from Non-landscaping woodchips	Prainha, São Roque do Pico, Pico, Açores	Aug-19	SD	2:00	0.16	19084A P	

MAC: Mês, ano de colheita. MYC: Month, year of collection. ME: Método de Extração. EP: Extraction Procedure. TD: Tempo de destilação. DT: Distillation time. R: Rendimento. HD: Hydrodistillation. SD: Steam distillation. (?) Valor de rendimento a conferir.

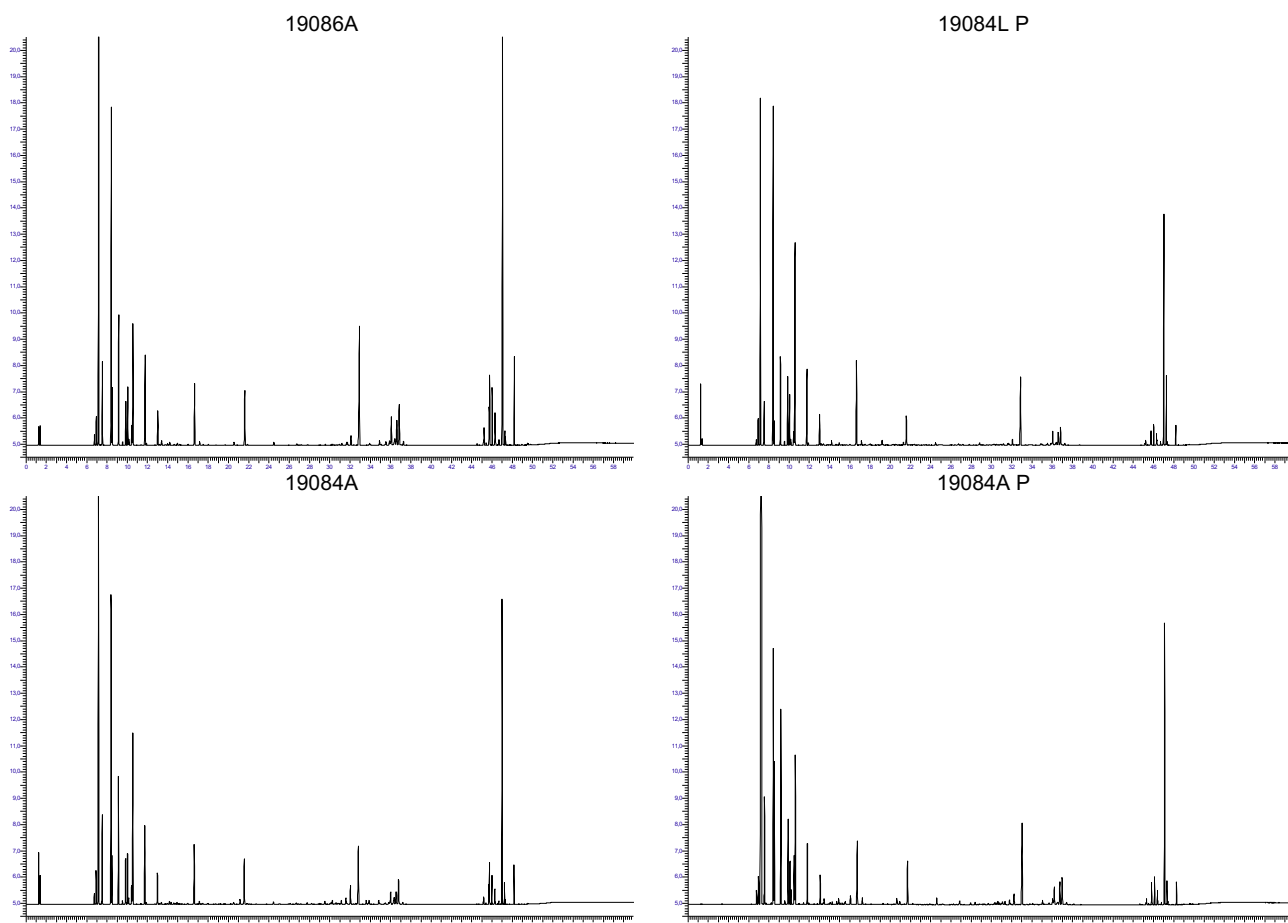


Fig. 1. Perfis cromatográficos das amostras analisadas. / **Fig. 1.** Gas chromatography profiles, taken on the DB-1 column, of the essential oils isolated from *Cryptomeria japonica* samples (for sample codes, see Table 1).

Tabela 2. Composição percentual das amostras de óleo essencial de *Cryptomeria japonica* isoladas em agosto de 2019 (para códigos das amostras *vide* Tabela 1).

Table 2. Percentage composition of the essential oils isolated from *Cryptomeria japonica* samples in August 2019 (for sample codes, *vide* Table 1).

Componentes	Components	IR / RI	19086A	19084A	19084L_P	19084A_P
Triciclono	Tricyclene	921	0.2	0.4	0.2	0.2
α -Tujeno	α -Thujene	924	0.7	1.2	1.0	0.7
α -Pineno	α -Pinene	930	18.2	24.7	14.6	47.1
Canfeno	Camphene	938	2.2	3.0	1.8	2.0
Sabineno	Sabinene	958	10.8	13.1	16.6	6.1
β -Pineno	β -Pinene	963	1.3	1.5	0.5	2.7
β -Mirceno	β -Myrcene	975	3.5	4.6	3.8	4.2
α -Felandreno	α -Phellandrene	995	t	t	0.2	t
δ -3-Careno	δ -3-Carene	1000	1.2	1.7	3.1	1.9
α -Terpineno	α -Terpinene	1002	1.6	1.9	2.3	0.9
<i>p</i> -Cimeno	<i>p</i> -Cymene	1003	0.2	t	0.3	0.3
β -Felandreno	β -Phellandrene	1005	0.6	0.7	0.6	1.1
Limoneno	Limonene	1009	3.7	7.4	10.7	3.4
<i>cis</i> - β -Ocimeno	<i>cis</i> - β -Ocimene	1017	t	t	t	t
<i>trans</i> - β -Ocimeno	<i>trans</i> - β -Ocimene	1027	t	t	t	t
γ -Terpineno	γ -Terpinene	1035	2.6	3.1	3.9	1.5
Hidrato de <i>trans</i> -sabineno	<i>trans</i> -Sabinene hydrate	1037	t	t	t	t
2,5-Dimetil estireno	2,5-Dimethyl styrene	1059	t	t	t	t
Terpinoleno	Terpinolene	1064	1.0	1.3	1.6	0.8
Hidrato de <i>cis</i> -sabineno	<i>cis</i> -Sabinene hydrate	1066	t	t	t	t
Linalol	Linalool	1074	0.1	t	0.2	0.2
<i>trans</i> -Tujona	<i>trans</i> -Thujone	1081	t	t	t	t
Acetato de 1-octen-3-ilo	1-Octen-3-yl acetate	1086	t	t	t	t
α -Canfolenal	α -Campholenal	1092	t	t	t	t
<i>trans</i> - <i>p</i> -2-Menten-1-ol	<i>trans</i> - <i>p</i> -2-Menthen-1-ol	1099	t	t	t	t
Cânfora	Camphor	1102	t	t	t	t
<i>cis</i> - <i>p</i> -2-Menten-1-ol	<i>cis</i> - <i>p</i> -2-Menthen-1-ol	1114	t	t	t	0.2
<i>trans</i> -Pinocanfona (= Pinanona)	<i>trans</i> -3- <i>trans</i> -Pinocamphone (= <i>trans</i> -3-Pinanone)	1121	t	t	t	0.2
Borneol	Borneol	1134	t	t	t	0.3
<i>cis</i> -Pinocanfona	<i>cis</i> -Pinocamphone	1134	t	t	t	t
Terpinen-4-ol	Terpinen-4-ol	1148	2.2	3.0	6.0	2.0
Salicilato de metilo	Methyl salicylate	1159	t	t	t	t
α -Terpineol	α -Terpineol	1159	t	t	0.3	0.2
<i>cis</i> -Piperitol	<i>cis</i> -Piperitol	1182	t	t	t	t
<i>trans</i> -Piperitol	<i>trans</i> -Piperitol	1189	t	t	t	t
Acetato de α -fenchilo	α -Fenchyl acetate	1200	t	t	0.3	t
Piperitona	Piperitone	1211	t	t	t	t
Geraniol	Geraniol	1236	t	t	t	t
Acetato de linalilo	Linalyl acetate	1245	0.1	t	t	t
<i>trans</i> -Anetole	<i>trans</i> -Anethole	1254	t	0.2	0.2	t
Acetato de bornilo	Bornyl acetate	1265	1.9	2.3	1.8	1.4
Acetato de <i>cis</i> -verbenilo	<i>cis</i> -Verbenyl acetate	1266	t	t	t	t
δ -Elemeno	δ -Elemene	1332				
Acetato de α -terpenilo	α -Terpenyl acetate	1334	0.1	t	0.2	0.2
α -Cubebeno	α -Cubebene	1345	t	t	t	t
Acetato de geraniol	Geranyl acetate	1370	t	t	t	t
α -Copaeno	α -Copaene	1375	t	t	t	t
Metil eugenol	Methyl eugenol	1377				
β -Bourboneno	β -Bourbonene	1379	t	t	t	t
β -Elemeno	β -Elemene	1388	t	t	t	t
β -Cariofileno	β -Caryophyllene	1414	t	t	t	t
β -Copaeno	β -Copaene	1426	t	t	t	t
α -Humuleno	α -Humulene	1447	t	t	0.1	t
<i>trans</i> - β -Farneseno	<i>trans</i> - β -Farnesene	1455	t	t	t	t
<i>trans</i> -Cadina-1(6),4-dieno *	<i>trans</i> -Cadina-1(6),4-diene	1467	t	t	t	t
γ -Muroleno	γ -Murolene	1469	t	t	t	t
Germacreno D	Germacrene D	1474	t	0.2	t	t
Biciclogermacreno	Bicyclogermacrene	1487	t	t	t	t
α -Muroleno	α -Murolene	1494	t	0.2	t	0.2
β -Bisaboleno	β -Bisabolene	1500	0.1	0.2	t	0.1
γ -Cadineno	γ -Cadinene	1500	0.1	0.2	t	0.1
<i>trans</i> -Calameneno	<i>trans</i> -Calamenene	1505	t	t	t	t
δ -Cadineno	δ -Cadinene	1505	0.4	1.0	0.4	0.5
Elemol	Elemol	1530	7.2	3.8	5.8	4.0
<i>trans</i> -Nerolidol	<i>trans</i> -Nerolidol	1549	t	t	t	t
Germacreno D-4-ol *	Germacrene D-4-ol *	1557	t	0.3	t	t
Óxido de β -cariofileno	β -Caryophyllene oxide	1561	t	t	t	t

Componentes	Components	IR / RI	19086A	19084A	19084L_P	19084A_P
Gleenol *	Gleenol *	1569	t	t	t	t
Cedrol	Cedrol	1574	t	t	t	t
Anidrooplopanona	Anhydrooplopanone (= β-Oplophenone)	1576	0.2	0.2	t	0.1
10- <i>epi</i> -γ-Eudesmol	10- <i>epi</i> -γ-Eudesmol	1593	t	t	t	t
γ-Eudesmol	γ-Eudesmol	1609	1.5	0.8	1.2	0.9
T-Cadinol	T-Cadinol	1616	0.2	0.2	0.1	0.1
T-Muurolol	T-Muurolol	1616	0.2	0.2	0.1	0.1
α-Muurolol (= δ-Cadinol)	α-Muurolol (= δ-Cadinol)	1618	0.2	0.3	0.1	0.1
β-Eudesmol	β-Eudesmol	1620	1.4	0.9	1.1	1.1
α-Cadinol	α-Cadinol	1626	t	t	t	t
α-Eudesmol	α-Eudesmol	1634	2.2	1.7	1.5	1.3
Criptomeriona *	Cryptomerione *	1686	t	t	t	t
Acetato de oplopanoilo *	Oplopanoyl acetate *	1808	t	t	t	t
Rimueno	Rimuene	1814	t	t	t	t
Isopimara-9(11),15-dieno	Isopimara-9(11),15-diene	1821	0.7	0.4	0.4	0.3
NI 1	UI 1	1915	1.0	0.5	0.1	0.4
NI A'	UI A'	1915	t	t	t	t
NI 2 (Isokaurene *)	UI 2 (Isokaurene *)	1915	1.8	1.3	1.2	0.4
NI 3	UI 3	1924	1.5	1.0	0.9	0.8
Sandaracopimara-8(14),15-dieno	Sandaracopimara-8(14),15-diene	1956	0.8	0.8	0.3	0.5
Isofilocladeno *	Isophyllocladene *	1956	t	t	t	t
Filocladeno*	Phyllocladene	2006	22.5	12.4	11.5	9.4
Caureno	Kaurene	2044	0.4	0.8	3.3	0.7
Abietadieno	Abietadiene	2060	t	t	t	t
NI 4	UI 4 (Nezukol *)	2176	2.7	1.2	0.9	0.6
Phyllocladanol *	Phyllocladanol *	2200	t	t	t	t
Sandaracopimarinol	Sandaracopimarinol	2219				
<i>trans</i> -Totarol *	<i>trans</i> -Totarol *	2265	t	t	t	t
% Identificação	% identification		94.8	97.2	98.2	98.1
Componentes agrupados	Grouped components					
Hidrocarbonetos monoterpénicos	Monoterpene hydrocarbons	47.8	64.6	61.2	72.9	
Monoterpenos oxigenados	Oxygen-containing monoterpenes	4.4	5.3	8.8	4.7	
Hidrocarbonetos sesquiterpénicos	Sesquiterpene hydrocarbons	0.6	1.8	0.5	0.9	
Sesquiterpenos oxigenados	Oxygen-containing sesquiterpenes	13.1	8.4	9.9	7.7	
Hidrocarbonetos diterpénicos	Diterpene hydrocarbons	26.2	15.7	16.7	11.3	
Diterpenos oxigenados	Oxygen-containing diterpenes	2.7	1.2	0.9	0.6	
Fenilpropanóides	Phenylpropanoids	t	0.2	0.2	t	
Outros	Others	t	t	t	t	

IR – Índices de retenção calculados relativamente a uma série de *n*-alcanos C₉-C₂₂ numa coluna DB-1, * Identificação baseada apenas no espectro de massa, NI – Compostos não identificados, t – em Português, v: vestigial (<0.05%).

RI - Retention index calculated relative to C₉-C₂₂ *n*-alkanes on the DB-1 column, * identification based on mass spectra only, UI – unidentified compounds, t - trace (<0.05%).

Agradecimentos: ao CESAM no âmbito do UID/AMB/50017 - POCI-01-0145-FEDER-007638, financiado pela FCT/MCTES e cofinanciado pelo FEDER e Compete 2020, e ao projeto SAI-AZOR/2018/392.

Acknowledgments: Thanks are due to CESAM UID/AMB/50017 - POCI-01-0145-FEDER-007638, supported by FCT/MCTES and the co-funding by FEDER and Compete 2020, and to project SAI-AZOR/2018/392.



GOVERNO
DOS AÇORES



UNIÃO EUROPEIA

Fundo Europeu de
Desenvolvimento Regional

Análise por Espectroscopia de Ressonância Magnética Nuclear de ^{13}C (^{13}C RMN)

Projeto: Valorização de Sobrantes Florestais – Produção, Caracterização e Qualificação de Óleo Essencial de *Cryptomeria japonica* D.Don

Serviço prestado: Análise qualitativa de óleos essenciais (OEs) de *Cryptomeria japonica* dos Açores por Espectroscopia de Ressonância Magnética Nuclear de ^{13}C (^{13}C RMN).

Produtor: Azorina S. A.

Responsável Projeto: António J. R. M. Almeida / Maria Conceição S. M. Rodrigues

Email: Antonio.JR.Almeida@azores.gov.pt; Maria.CSM.Rodrigues@azores.gov.pt

Nome científico: *Cryptomeria japonica* D.Don

Nome comum: Criptoméria, cedro-japonês

Locais de recolha: Achadinha, Nordeste, São Miguel, (**6A**); Caldeira Velha, Ribeira Grande, São Miguel, (**4A**); Prainha, São Roque do Pico (**4AP**); Prainha, São Roque do Pico, (**4LP**), Pico, Portugal.

Tipo de mata: Cultivo

Ano / mês de recolha: 2019 / 08

Cota: 4 e 6

Tipo de solo: Andossolo (A) e Litossolo (L)

Parte da planta: parte aérea – ramas e bicadas (RB), ramas, bicadas e estróbilos (RB+E)

Método de extração: Destilação por arrastamento de vapor

Amostra: 4 Óleos essenciais (OE); **6A** e **4A** (São Miguel); **4AP** e **4LP** (Pico)

Tabela 1. Amostras de OEs de *C. japonica* referentes a agosto de 2019, condições e rendimento de extração.

Código (ano; mês; cota; tipo de solo; nº da amostra)	Processamento da planta (Estado da planta)	Tempo de destilação (h:min)	Rendimento (%, p/p)
19086A	Amostra não estilhada; RB+E (Floral)	2:00	0,12
19084A	Amostra não estilhada; RB+E (Floral)	2:03	0,21
19084AP*	Amostra não estilhada; RB+E (Floral)	2:00	0,16
19084LP*	Amostra não estilhada; RB+E (Floral)	2:00	0,18

*Destilados na Ilha do Pico.

Em simultâneo com as análises de GC e GC-MS dos OEs procedeu-se à análise por ^{13}C RMN das 4 amostras de OEs de *C. japonica*, representativas do mês de agosto de 2019 fornecidos pela Azorina S.A. (Tabela 1). Assim, seguindo o mesmo procedimento das amostras analisadas dos meses anteriores procedeu-se à análise comparativa da constituição química dos dois OEs da Ilha de São Miguel, **6A**, **4A** e dois OEs da Ilha Pico **4AP** e **4LP**.

Da análise dos OEs da ilha de São Miguel, no espectro de ^{13}C RMN do OE de agosto da Achadinha, Nordeste, 1908**6A**, relativamente ao OE do mês anterior (1907**6A**) observa-se um aumento significativo de filocladeno, uma redução de limoneno e embora o α -pineno, sabineno e acetato de bornilo também diminuam a sua variação é menos expressiva. A presença de *ent*-caureno não foi detetada (Anexo, Figura 1).

No espectro de ^{13}C RMN do OE de agosto da Caldeira Velha, Ribeira Grande, 1908**4A** em relação ao OE do mês anterior, 1907**4A**, observa-se uma diminuição considerável de filocladeno, limoneno, canfeno, acetato de bornilo com uma redução pouco significativa de α -pineno. No primeiro OE também se deteta um aumento de sabineno não sendo praticamente detetado *ent*-caureno (Anexo, Figura 2).

Procedeu-se à análise dos OEs do mês de agosto de solos distintos da Prainha, São Roque do Pico da ilha do Pico. Relativamente ao mês anterior, no OE 1908**4AP** identificou-se uma redução na quantidade de todos os constituintes, com exceção do α -pineno que aumentou consideravelmente (Anexo, Figura 3). A diminuição dos constituintes já tinha ocorrido no OE do mês de julho comparativamente com o junho, mas com um aumento ligeiro de sabineno. No OE 1908**4LP** de litossolos, da mesma cota e local relativamente ao mês anterior, 1907**4LP**, a quantidade de sabineno, limoneno e elemol aumentou ligeiramente enquanto que o α -pineno e o filocladeno diminuí com aparecimento de *ent*-caureno (Anexo, Figura 4). Neste mês de agosto, os perfis químicos dos OEs dos dois tipos de solos da Prainha diferenciaram-se uma vez que o OE **4AP** é constituído maioritariamente por α -pineno.

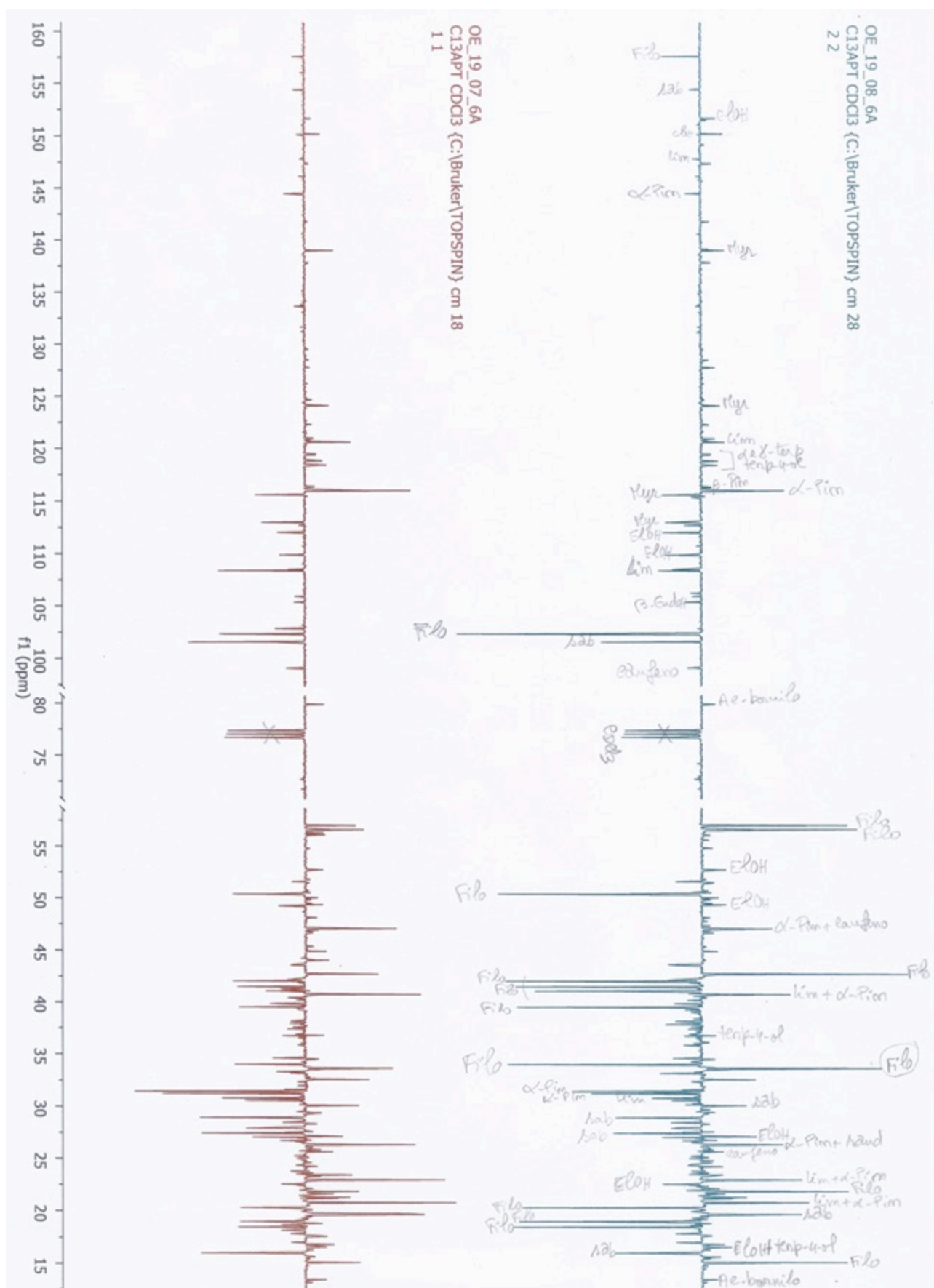
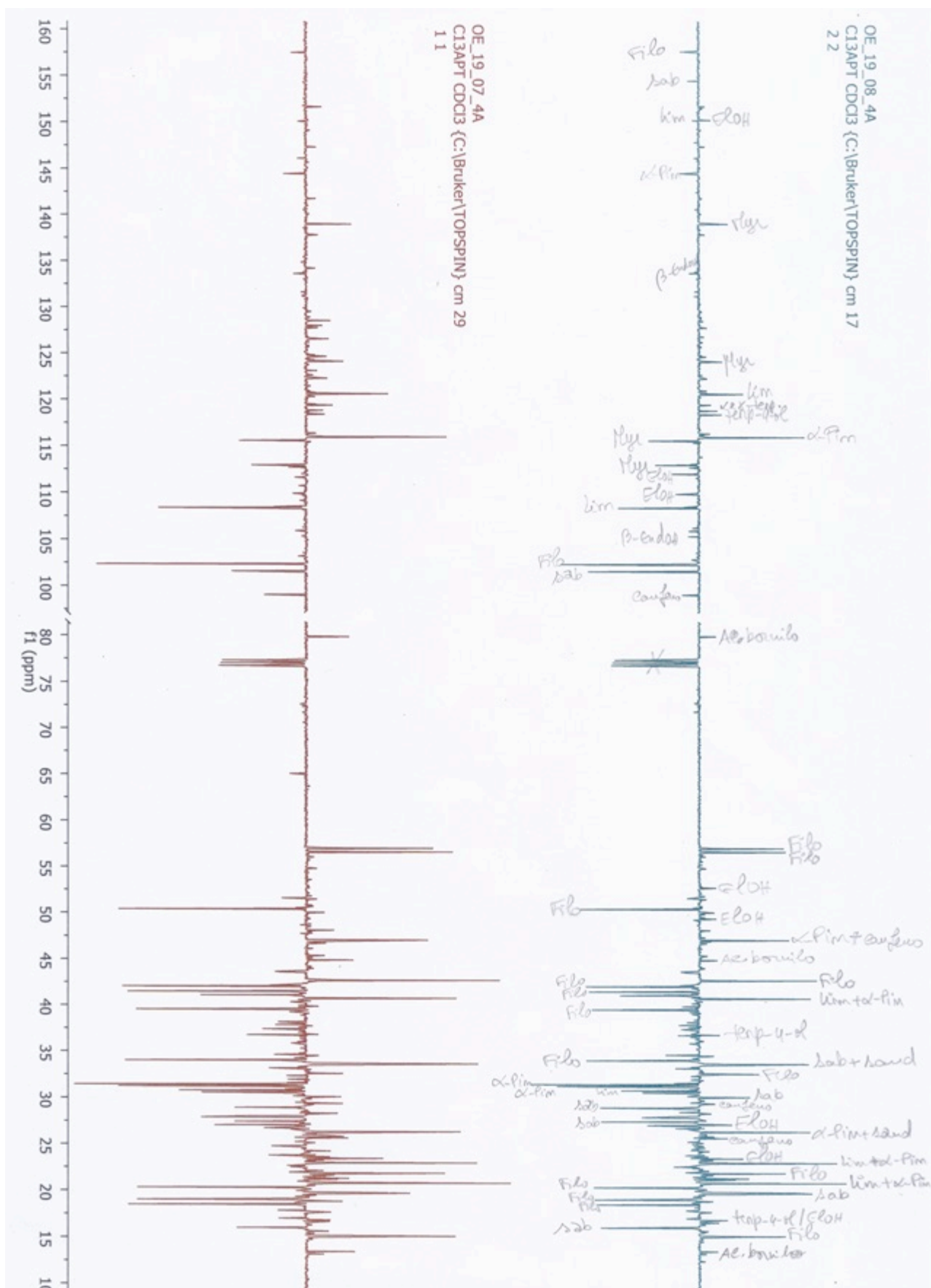
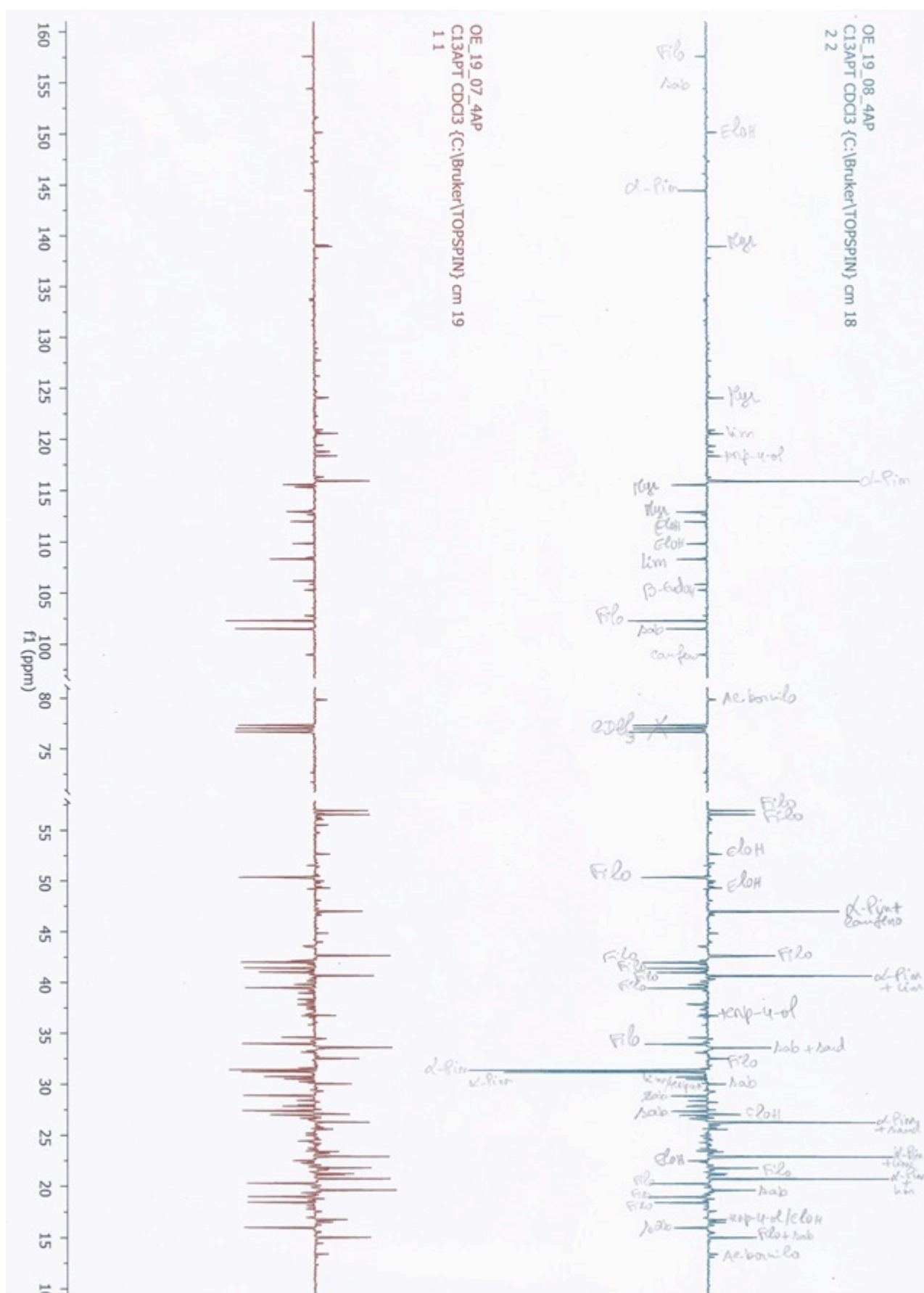


Figura 1. Comparação dos espectros de ^{13}C RMN (APT) dos OEs de **19086A** e **19076A** da ilha de São Miguel em CDCl_3 (δ 10 – 170 ppm). Aparelho de RMN de 400 MHz. Identificação dos compostos: **α -Pin**- α -Pineno; **Sab** – Sabineno; **Lim** – Limoneno; **Myr** – Mirceno; **α - e γ -Terp** – α - e γ -Terpineno; **Terp-4-ol**- Terpinen-4-ol; **EIOH**- Elemol; **Filo** –Filocladeno; **ent-Caur** – *ent*-Caureno; **Sand** – Sandaracopamaradieno; **Ac. bornilo** – acetato de bornilo; canfeno; **β -EudOH** – β -Eudesmol.





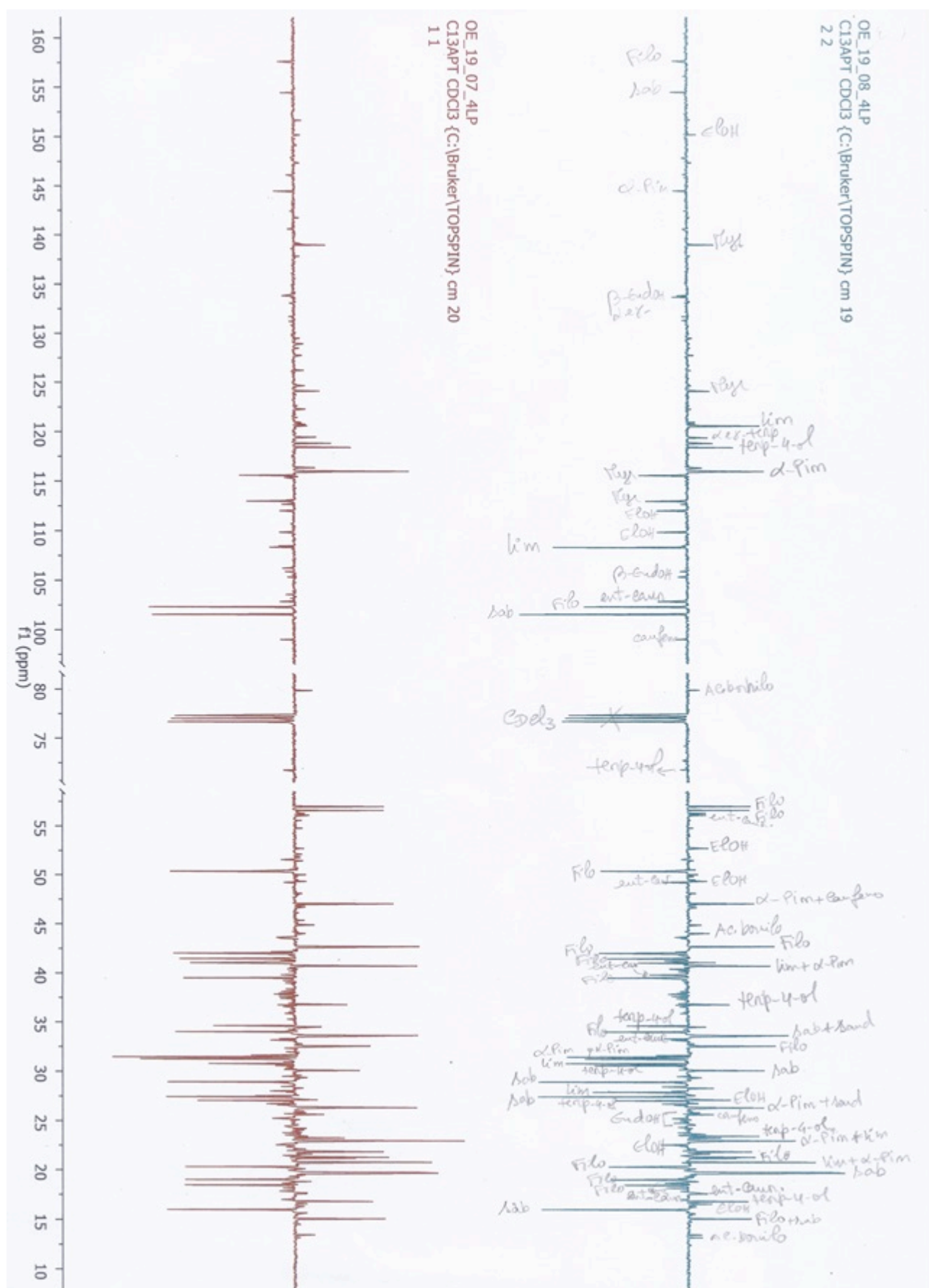


Figura 4- Espectro comparativo dos ^{13}C RMN (APT) dos OEs de 19084LP e 19074LP da ilha do Pico, em CDCl_3 (δ 10 – 170 ppm). Aparelho de RMN de 400 MHz. Identificação dos compostos: **α -Pin** – α -Pineno; **Sab** – Sabineno; **Lim** – Limoneno; **Myr** – Mirceno; **α - e γ -Terp** – α - e γ -Terpineno; **Tern-4-ol** – Terpinen-4-ol; **EOH** – Elemol; **Filo** – Filocladeno; **ent-Caur** – *ent*-Caureno; **Sand**- Sandaracopamaradieno; **EudOH** – Eudesmol; **Ac. bornilo** – Acetato de bornilo; canfeno; **β -EudOH** – β -Eudesmol.

Agradecimentos: ao CQB no âmbito do projeto UID/MULTI/0062/2019 financiado pela FCT/MCTES e ao projeto SAI-AZOR/2018/392.

Analysis by ¹³C Nuclear Magnetic Resonance Spectroscopy (¹³C NMR)

Project: Valorisation of Forestry Residues – Production, Characterization and Quantification of Essential Oils of *Cryptomeria japonica* D. Don

Service provided: Qualitative Analysis of Essential Oils (EOs) of *Cryptomeria japonica* from Azores by ¹³C Nuclear Magnetic Resonance Spectroscopy (¹³C NMR).

Producer: Azorina S. A.

Project manager: António J. R. M. Almeida / Maria Conceição S. M. Rodrigues

Email: Antonio.JR.Almeida@azores.gov.pt; Maria.CSM.Rodrigues@azores.gov.pt

Scientific name: *Cryptomeria japonica* D. Don

Common name: Japanese cedar; Sugi

Place of collection: Achada, Northeast, São Miguel, (**6A**); Caldeira Velha, Ribeira Grande, São Miguel, (**4A**); Prainha, São Roque, Pico (**4AP**); Prainha, São Roque, Pico, (**4LP**)

Type of forest: Cultivar

Production Year / production month: 2019 / 08

Quota: 4 and 6

Type of soils: Andosol (A); Lithosol (L)

Part of plant: Aerial parts – Strobilus and branches from landscaping (RB+E)

Extraction procedure: Steam-distillation

Sample: 4 Essential Oils (EOs); **6A** and **4A** (São Miguel Island); **4AP** and **4LP** (Pico Island)

Table 1. Samples of *C. japonica* EOs collected in August 2019 and extraction conditions.

Code (year; month; quota; soil type; sample number)	Plant processing (plant state)	Distillation time (h:min)	Yield (%, w/w)
19086A	Uncut; RB+E (Floral)	2:00	0.12
19084A	Uncut; RB+E (Floral)	2:03	0.21
19084AP*	Uncut; RB+E (Floral)	2:00	0.16
19084LP*	Uncut; RB+E (Floral)	2:00	0.18

*Distillation at Pico Island.

Four samples of *C. japonica* EOs, representative of August 2019 provided by Azorina S.A. (Table 1), were analyzed by the ¹³C NMR technique simultaneously with the GC and GC-MS analyzes. Thus, following the same procedure used for the other samples from previous months, a comparative analysis of the chemical constituents of the two EOs **6A** and **4A** from São Miguel Island, and two OEs **4AP** and **4LP** from Pico Island, was progressed.

The comparison of the August and July EOs from Achadinha, Nordeste, São Miguel Island (1908**6A** and **19076A**), showed, in the first EO, a substantial increase in phyllocladane and a decrease in limonene content. Although a reduction of α -pinene, sabinene and bornyl acetate has also observed, however this variation was not significant. Additionally, *ent*-kaurene was not detected (Annex, Figure 1).

By comparison of August (1908**4A**) and July (1907**4A2**) EOs from Caldeira Velha, Ribeira Grande, the first EO (1908**4A**) contains a decrease of phyllocladane, limonene, camphene, bornyl acetate and α -pinene whereas sabinene increased. As observed in EO1908**6A**, *ent*-kaurene was not detected either (Annex, Figure 2).

Concerning to EO from Pico Island, two samples from same quota and region, but different soils, were analyzed and compared with Pico's EOs from previous month. In EO1908**4AP** was observed a decrease of almost constituents except for α -pinene that drastically increased (Annex, Figure 3). This variation was also detected in previous month, when compared the EOs 1907**4AP** and 1906**4AP**. Regarding to EO 1908**4LP** the content of sabinene, limonene, elemol increased while α -pinene and phyllocladane decreased. Additionally, the content of *ent*-kaurene can be detected in small amount (Annex, Figure 4). In this month, the chemical profile of Prainha's EOs from different soils are differentiated due to drastic increase of α -pinene content in OE **4AP**.

Figures 1, 2, 3 and 4 were illustrated in pages 7 to 10.

Acknowledgments: Thanks are due to CQB, UID/MULTI/0062/2019 project funding by FCT/MCTES and to project SAI-AZOR/2018/392.



GOVERNO
DOS AÇORES



UNIÃO EUROPEIA

Fundo Europeu de
Desenvolvimento Regional