

## ESTUDO COMPARATIVO DE ÓLEOS ESSENCIAIS DE PLANTAS DO GÊNERO *Eupatorium* EXTRAÍDOS POR ARRASTE A VAPOR E HS-GC-MS.

Vanessa Duarte Soares (PIBIC/CNPq/FA/Uem), Willian Ferreira da Costa (Orientador), e-mail: wfcosta@uem.br

Universidade Estadual de Maringá / Centro de Ciências Exatas.

**Área: Ciências Exatas e da Terra-Química**

**Palavras-chave:** Óleo essencial, extração por arraste a vapor, *headspace*.

### Resumo:

Neste trabalho foram desenvolvidos estudos para a comparação entre os métodos de extração por arraste a vapor e HS-GC-MS de óleos essenciais de plantas do gênero *Eupatorium*, as plantas estudadas foram *Eupatorium multifidum*, *Eupatorium congestum* e *Eupatorium filifolium*. As análises foram realizadas empregando cromatografia em fase gasosa acoplada a espectrometria de massas (GC-MS). A identificação dos compostos foi realizada pela comparação de seus espectros de massas com os da biblioteca NIST 2.0 e pela determinação dos seus índices de retenção e comparação destes com valores da literatura. O constituinte majoritário do óleo essencial da *Eupatorium congestum* variou de acordo com a técnica de extração aplicada. No óleo essencial obtido por hidrodestilação, o composto laevigatina foi o majoritário e no obtido por *headspace*, foi o composto germacreno D. Os compostos majoritários das plantas *Eupatorium multifidum* e *Eupatorium filifolium* em ambos os métodos de extrações foram os compostos  $\alpha$ -pineno e o composto etanone-1-[2,3-dihidro-2,3-dihidroxi-2-(1-metiletetil)-5-benzofuranil], respectivamente.

### Introdução

Os componentes dos extratos voláteis de plantas (óleos essenciais) podem diferenciar de acordo com as técnicas e condições de extração utilizadas. Assim sendo, empregou-se duas técnicas de extração para a caracterização e comparação dos constituintes químicos voláteis presentes nas plantas *Eupatorium multifidum*, *Eupatorium congestum* e *Eupatorium filifolium*, os métodos utilizados foram a extração por arraste a vapor, com extrator do tipo Clevenger e a extração pela técnica de *headspace*. A extração por arraste a vapor consiste em manter o material vegetal imerso em água sob aquecimento, resultando na formação de vapores que conduzem os compostos voláteis até o condensador, onde há uma troca de calor, condensando os compostos voláteis extraídos (Silva, 2012). A técnica de *headspace* consiste no aquecimento de uma quantidade de amostra em um frasco próprio para análise, onde a amostra fica lacrada, seguido da

coleta da fração volátil na parte superior do material vegetal. Este método de extração permite que o processo ocorra a temperaturas mais baixas, reduzindo a probabilidade de degradação dos componentes voláteis, assim como a não utilização de solventes orgânicos sendo empregada pequena quantidade da amostra da planta para essa análise.

## Materiais e métodos

A extração dos óleos essenciais presentes nas plantas do gênero *Eupatorium* empregando a hidrodestilação foi realizada utilizando o equipamento do tipo Clevenger, na qual as amostras sofreram extração por 6 horas. O extrator montado funciona em circuito fechado de forma a apresentar perda mínima de substâncias voláteis, projetado, especificamente, para destilação de óleos essenciais mais leves que a água. O óleo foi recolhido sem adição de solvente e armazenado a 4°C até procedimento de análise e caracterização.

A extração dos constituintes voláteis pela técnica de *headspace* foi realizada com aproximadamente 200 mg da amostra de planta seca, o método consiste no aquecimento da amostra em frasco próprio para análise *headspace*, onde a amostra lacrada foi aquecida por 100°C por 30 minutos, em seguida 2,0 mL dos compostos voláteis da amostra são coletados na parte superior do frasco e injetados, com uma seringa no GC-MS.

Ambas análises foram realizadas em um sistema composto por um cromatógrafo em fase gasosa FOCUS GC (Thermo Electron), acoplado a um espectrômetro de massas DSQ II (Thermo Electron), contendo um detector com fonte de ionização por impacto de elétrons (70 eV) e um analisador de massas quadrupolo. O sistema possui um injetor automático Triplus.

A separação cromatográfica foi realizada em uma coluna capilar modelo DB-5ms com dimensões 30m x 0.25mm x 0.25 µm recoberta com fase de 5% de fenilpolisilfenileno-siloxano e gás de arraste hélio, 99,999% de pureza, com uma vazão de 1,0 ml.min<sup>-1</sup>.

As injeções foram realizadas no modo *split* com razão de 1:20 para as amostras extraídas pelo método de hidrodestilação e *splitless* para a técnica *headspace*, a temperatura do injetor foi de 250 °C. A programação de temperatura do GC foi: 50 °C constante por 1 minuto e aumentada para 240 °C a uma razão de 3 °C min<sup>-1</sup> a qual permaneceu por 5 min. A temperatura da linha de transferência foi de 280 °C e a fonte de ionização mantida a 230 °C, o detector de massas operou no modo *TIC* (*Total Ion Chromatogram*) monitorando relação massa/carga (*m/z*) de 40 – 550 Daltons.

## Resultados e Discussão

Os compostos obtidos e identificados para os dois métodos de extração, das plantas estudadas, constam na Tabela 01.

**Tabela 01-** Compostos obtidos para as amostras do gênero *Eupatorium* por análise em GC/MS.

Compostos	*IR	**IR	%Área					
			Amostra 01		Amostra 02		Amostra 03	
			HD	HS	HD	HS	HD	HS
α-tujeno	921-928	931	5.55	-	-	1.21	-	-
α-pineno	926-935	939	45.2	64.8	-	2.29	2.43	3.74
β-felandreno	967-977	972	1.57	2.09	-	-	-	-
β-pineno	971-978	980	1.40	-	-	8.48	2.18	4.00
p-cimeno	1029-1030	1026	-	7.38	-	0.79	-	1.05
D-limoneno	1024-1032	1029	0.99	-	-	-	1.38	6.18
Verbenona	1213	1213	-	2.70	-	-	-	-
β-elemeno	1380-1385	1396	0.36	-	0.44	0.78	3.89	8.30
Cariofileno	1408-1421	1418	5.14	2.02	2.98	13.6	2.87	5.76
Germacreno D	1480-1484	1480	-	0.12	7.98	17.3	-	2.11
β-selineno	1488	1585	-	-	-	-	-	4.37
A	1497	1466	-	-	-	-	-	4.59
Elixeno	1483-1501	1492	2.74	-	-	7.78	5.12	-
β-bisaboleno	1499-1511	1508	-	-	0.47	3.03	-	-
Espatulenol	1566-1583	1576	14.7	3.20	17.4	13.4	5.66	9.38
Epiglobulol	1582	1584	-	-	0.47	-	4.23	-
α-cadinol	1631-1645	1640	-	-	0.90	0.35	5.97	2.69
Laevigatina	1721-1736	1733	-	-	41.6	3.01	-	-
B	1723-1736	-	-	-	-	-	37.3	19.5

\*IR: índice de Retenção calculado; \*\*IR': índice de Retenção literatura; HD: extração por arraste a vapor; HS: extração por *headspace*; A = 2-isopropenil-4a,8-dimetil-1,2,3,4,4a,5,6,7-octahidronaftaleno; B Etanone-1-[2,3-dihidro-2,3-dihidroxi-2-(1-metiletênil)-5-benzofuranil].

De acordo com a Tabela 01, podemos notar que a grande maioria dos componentes apresentam valores de índice de retenção próximos ao que a biblioteca NIST constante do software do equipamento juntamente com valores encontrados na literatura. A proximidade entre esses valores aumenta a confiabilidade dos resultados obtidos.

Dentre os compostos listados na Tabela 01, para as duas técnicas de extração dos compostos voláteis, verifica-se que o constituinte majoritário do óleo essencial da *Eupatorium congestum* apresentou diferenças de acordo com a técnica de extração aplicada. No óleo essencial obtido por hidrodestilação o composto laevigatina (41.6%) foi o majoritário e no obtido por *headspace*, foi o composto germacreno D (17.3%). O composto majoritário da planta *Eupatorium multifidum* em ambos os métodos de extrações foi o composto α-pineno 45.2% para arraste a vapor e 64.8% na extração por *headspace*, e para a planta *Eupatorium filifolium* foi composto etanone-1-[2,3-dihidro-2,3-dihidroxi-2-(1-metiletênil)-5-benzofuranil] 37.3% e 19.5% arraste a vapor e extração por *headspace* respectivamente.

Dentre os compostos obtidos para a amostra 02 (*Eupatorium congestum*) foram identificados constituintes voláteis que de acordo com a literatura são frequentes nos óleos voláteis dessa espécie (Murakami, 2009).

Em relação aos resultados obtidos para as plantas *Eupatorium multifidum* (amostra 01) e *Eupatorium filifolium* (amostra 03) observa-se maior similaridade entre os compostos voláteis obtidos a partir dos dois métodos de extração utilizados.

Na amostra 01, destaca-se, para a técnica de extração por arraste a vapor os compostos espatulenol,  $\alpha$ -tujeno, cariofileno, elixeno, globulol,  $\beta$ -felandreno e  $\beta$ -pineno como compostos majoritários; enquanto que entre os constituintes voláteis majoritários para a extração por *headspace* tem-se os compostos p-cimeno, espatulenol, biciclo[3.1.0]hex-2-eno-4-metileno-1-(1-metiletil), verbenona,  $\beta$ -felandreno, cariofileno.

A mesma analogia quando realizada para a amostra 03 levou-se a obtenção e identificação para o método de extração por arraste a vapor os constituintes majoritários  $\alpha$ -cadinol, espatulenol, elixeno, epiglobulol,  $\beta$ -elemeno, cariofileno,  $\alpha$ -pineno,  $\beta$ -pineno e D-limoneno; e para extração por *headspace* os compostos espatulenol,  $\beta$ -elemeno, cariofileno, 2-isopropenil-4a,8-dimetil-1,2,3,4,4a,5,6,7-octahidronaftaleno,  $\beta$ -selineno,  $\beta$ -pineno,  $\alpha$ -pineno e germacreno D.

## Conclusões

O método de extração teve influência nos resultados obtidos para a planta *Eupatorium congestum* havendo alteração no constituinte majoritário. Entre as plantas *Eupatorium multifidum* e *Eupatorium filifolium* os compostos majoritários voláteis obtidos são muito semelhantes em ambos os métodos, no entanto, apresentaram número maior compostos na técnica por *headspace*, sendo que possivelmente, o tempo de extração e a temperatura empregada na hidrodestilação podem levar a perda de compostos que podem ter sido degradados.

## Agradecimentos

PIBIC/CNPq/FA/UEM, DQI-UEM e COMCAP-UEM.

## Referências

MURAKAMI, C. **Estudo da composição química e atividades biológicas de óleos voláteis de *Chromolaena laevigata* (Lam.) King & Rob. Em diferentes fases fenológicas.** Tese (Mestrado) – Instituto de Botânica da Secretaria de Estado do Meio Ambiente, São Paulo, 2009.

CIRIACO, M. F, TCACENCO, C.M; SILVA, A.M; SOARES, M.G; LAGO, J. G. **influência do método de extração nos teores de voláteis dos frutos de *Schinus terebinthifolius* IRaddi (Anacardiaceae).**