

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 α -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⁻¹.

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⁻¹ 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 | - | - |
| Espatuleno | 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, α -tujeno, cariofileno, elixeno, globulol, β -felandreno e β -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, β -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 α -cadinol, espatulenol, elixeno, epiglobulol, β -elemeno, cariofileno, α -pineno, β -pineno e D-limoneno; e para extração por *headspace* os compostos espatulenol, β -elemeno, cariofileno, 2-isopropenil-4a,8-dimetil-1,2,3,4,4a,5,6,7-octahidronaftaleno, β -selineno, β -pineno, α -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).**