

ESTUDOS DE COMPOSTOS VOLÁTEIS E SEMI-VOLÁTEIS DE PLANTAS DO GÊNERO EUPATORIUM POR HS-SPME/GC-MS.

Daíse Miranda Ávila (PIBIC/CNPq/FA/UEM), Debora Cristina Baldoqui (Coorientador), Willian Ferreira da Costa (Orientador), e-mail: wfcosta@uem.br

Universidade Estadual de Maringá / Centro de Ciências Biológicas e da Saúde/Maringá, PR.

Área: Ciências Exatas e da Terra-Química

Palavras-chave: Óleo essencial, micro extração em fase sólida no modo *headspace*, temperatura.

Resumo:

Neste trabalho foram desenvolvidos estudos de compostos semi-voláteis empregando a técnica da micro extração em fase sólida no modo *headspace* (HS-SPME) de plantas do gênero experimental *Eupatorium*. Inicialmente foi estudada a melhor temperatura de extração dos óleos essenciais destas plantas visando estabelecer a melhor condição para o estudo. As plantas estudadas foram *Lessingianthus rubricaulis* e *Symphopappus cuneatus*. 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 planta *Lessingianthus rubricaulis* variou de acordo com a temperatura empregada. No óleo essencial obtido a 80°C, o composto α -copaeno foi o majoritário, e o composto majoritário obtido a 50°C, assim como na planta *Symphopappus cuneatus*, foi o espatulenol.

Introdução

A composição química dos óleos essenciais extraídos das plantas pode variar de acordo com as condições de extração empregadas. Sendo assim, realizou-se a extração em duas temperaturas diferentes para analisar os componentes voláteis presentes nas plantas *Lessingianthus rubricaulis* e *Symphopappus cuneatus*. A técnica utilizada foi a micro extração em fase sólida no modo *headspace*, que consiste em um amostrador (tipo seringa) o qual possui uma fibra de sílica fundida ou metal, revestida com um fino filme de polímero ou sólido adsorvente, sendo que a seringa é inserida em um frasco lacrado e a fibra é exposta à fração volátil na fase gasosa, e após um determinado tempo é retirada do frasco e inserida no injetor do cromatógrafo sendo a fibra exposta e assim ocorre a dessorção térmica e então segue a

análise cromatográfica, e ao final a fibra é recondicionada para a próxima análise.

Materiais e métodos

A extração dos óleos essenciais presentes nas plantas do gênero *Eupatorium* empregando a técnica de micro extração em fase sólida no modo *headspace* foi realizada com aproximadamente 200 mg da amostra de planta seca. O método consiste em expor a fibra de uma seringa à fração volátil. Empregou-se uma fibra PDMS/DVB de 65 μm que ficou exposta em um frasco lacrado contendo a amostra, que foi aquecido por 1 hora em um bloco aquecedor Tecnal modelo TE-021 Dry Block a 50°C, e depois realizou-se outra análise a 80°C. A amostra 1 (*Lessingianthus rubricaulis*) foi extraída nas duas temperaturas estudadas, depois de estabelecida a melhor temperatura de estudo, a amostra 2 (*Symphiopappus cuneatus*) foi extraída somente nesta temperatura.

As 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 *splitless* para a técnica de micro extração em fase sólida no modo *headspace*, a temperatura do injetor foi de 240 °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 240 °C e a fonte de ionização mantida a 240 °C, o detector de massas operou no modo *TIC* (*Total Ion Chromatogram*) monitorando relação massa/carga (*m/z*) de 40 – 450 Daltons.

Resultados e Discussão

Os compostos obtidos e identificados para as plantas *Lessingianthus rubricaulis* (amostra 1) e *Symphiopappus cuneatus* (amostra 2), estão apresentados na Tabela 01.

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

Compostos	IR	IR*	% Área		
			Amostra 1 80°C	Amostra 1 50°C	Amostra 2 80°C
α -pineno	928	936	0.24	-	2.43
β -pineno	971	977	1.04	-	-

β -cimeno	1021	1022	0.10	1.42	1.60
D-limoneno	1023	1029	0.17	-	3.50
Naftaleno	1179	1186	0.52	3.85	0.17
α -cubebeno	1346	1351	0.14	0.06	1.54
(+)-ciclosativeno	1365	1368	2.18	-	-
α -copaeno	1374	1376	12.70	1.57	1.14
β -elemeno	1388	1390	2.09	0.53	1.83
α -gurjuneno	1403	1408	1.36	-	-
Cariofileno	1418	1420	12.41	2.08	-
trans-geranil acetona	1448	1451	5.18	8.04	1.64
α -cariofileno	1453	1453	6.24	1.26	-
Alo-aromadendreno	1456	1460	1.29	-	0.61
γ -muuroleno	1477	1476	1.68	-	4.05
β -selineno	1486	1486	3.15	0.91	2.34
Elixene	1493	1492	5.85	-	-
α -muuroleno	1497	1498	2.61	0.32	1.37
γ -cadineno	1512	1511	0.68	0.23	1.92
δ -cadineno	1517	1523	2.73	0.25	1.31
Dihidroactinidiolide	1523	1535	1.28	3.26	0.72
trans-nerolidol	1560	1561	1.94	0.89	6.30
Espatulenol	1575	1576	7.94	8.59	18.75
Óxido de cariofileno	1579	1580	2.85	1.62	4.55

IR: índice de Retenção calculado; *IR: índice de Retenção literatura.

Dentre os compostos listados na Tabela 1, verifica-se que o constituinte majoritário do óleo essencial da amostra 1 apresentou diferenças de acordo com a temperatura empregada. No óleo essencial estudado a 80°C o composto α -copaeno (12.70%) foi o majoritário, e no obtido a 50°C, foi o composto espatulenol (8.59%). Assim como na amostra 1 a 50°C, o composto majoritário da amostra 2 foi o espatulenol (18.75%). A literatura traz que o espatulenol apresenta propriedades antibacterianas e moderada atividade citotóxica contra células do tipo KB (LIMBERGER et al., 2004).

Os compostos não majoritários presentes em grandes concentrações na amostra 1 estudada a 80°C foram o cariofileno, espatulenol, α -cariofileno, elixene, trans-geranil acetona, β -selineno e óxido de cariofileno.

Na amostra 1 estuda a 50°C destaca-se o trans-geranil acetona, naftaleno e dihidroactinidiolide.

Em relação a amostra 2 encontram-se como compostos majoritários o espatulenol, trans-nerolidol, óxido de cariofileno, γ -muuroleno, D-limoneno e α -pineno, sendo que esse último apresenta atividade antiedematogênica e efeito antinociceptivo periférico. (CELEDONIO, 2008).

Como mostra a Tabela 1, a diferença de temperatura faz com que alguns compostos se diferencie em uma mesma amostra, como por exemplo o (+)-ciclosativeno, α -gurjuneno, β -pineno, α -pineno e alo-aromadendreno, que estão presentes na amostra 1 a 80°C mas não se encontram na mesma a 50°C.

De acordo com a Tabela 1, pode-se notar que a grande maioria dos compostos apresentam valores de índice de retenção próximos ao que a biblioteca NIST, constante no software do equipamento, juntamente com valores encontrados na literatura. A proximidade entre esses valores aumenta a confiabilidade dos resultados obtidos.

Conclusões

A temperatura de extração teve influência nos resultados obtidos para a planta *Lessingianthus rubricaulis*, havendo alteração no constituinte majoritário. Vários compostos voláteis semelhantes foram encontrados nas plantas *Lessingianthus rubricaulis* e *Symphypappus cuneatus* analisadas na mesma condição de temperatura (80°C), este fato era previsto visto que as duas plantas são do gênero *Eupatorium*.

Agradecimentos

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

Referências

CELEDONIO, N. R. **Estudo do mecanismo de ação antinociceptivo e antiedematogênico do óleo essencial de *Croton argyrophyloides* e seus constituintes: alfa-pineno e trans-cariofileno.** 141f. Dissertação (Mestrado em Ciências Fisiológicas) - Universidade Estadual do Ceará, Fortaleza, 2008.

LIMBERGER, R. P. et al. Óleos voláteis de espécies de *Myrcia* nativas do Rio Grande do Sul. **Química Nova**, São Paulo, v. 27, n. 6, p. 916-919, 2004.