

## XII ENCONTRO DE EXTENSÃO, DOCÊNCIA E INICIAÇÃO CIENTÍFICA (EEDIC)

### ANÁLISE QUÍMICA E VERIFICAÇÃO DA INFLUÊNCIA DO HORÁRIO DE CORTE NA PRODUÇÃO DE ÓLEO ESSENCIAL DAS FOLHAS DE ALECRIM PIMENTA

Antônio Gildenberg Queiroz Saraiva<sup>1</sup>; Davi da Silva Lima Silvestre<sup>1</sup>; Manoel Patrick da Silva Cavalcante<sup>1</sup>; Roberto Lima de Albuquerque<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Discente do Curso de Farmácia do Centro Universitário Católica de Quixadá;  
E-mail: berg\_queiros@hotmail.com

<sup>2</sup>Docente do curso de Farmácia do Centro Universitário Católica de Quixadá;  
E-mail: robertolima@unicatolicaquixada.edu.br

#### RESUMO

Várias espécies de plantas com efeitos terapêuticos apresentam importância clínica e são comumente aplicadas em tratamentos ou utilizadas em processos químicos para obtenção de fármacos e excipientes. Dentre essas plantas uma que tem considerável destaque é a *Lippia sidoides Cham.* (verbenaceae), mais conhecida como Alecrim Pimenta, um arbusto próprio da região nordeste, de caule frágil e folhas aromáticas. Popularmente utilizada como condimento na gastronomia e no tratamento de feridas, tendo ainda ações cientificamente comprovadas como antisséptico, anti-inflamatório e cicatrizante. O alecrim pimenta é uma planta aromática possuidora de óleo essencial que é um produto obtido do metabolismo secundário da planta, e que pode ser extraído através de diferentes técnicas. Diante das diversas atividades medicinais citadas anteriormente, das aplicações e do interesse industrial deste óleo essencial, como por exemplo, a produção de fármacos, foi notada a necessidade de estudar o ciclo circadiano desta planta, avaliando o efeito do horário de corte sobre o rendimento do óleo essencial e variação na concentração de seus constituintes principais. Objetivando ainda a determinação da melhor época da colheita de *lippia sidoides* cultivada em Quixadá para obtenção da maior quantidade possível de óleo essencial através de hidrodestilação (destilação simples); além de comparar a concentração dos componentes encontrados de acordo com cada horário pré-estabelecido (8:00 às 14:00 horas) por meio de cromatografia gasosa acoplada a espectrometria de massas, e verificar se existe alguma relação entre o horário e a época da colheita do alecrim pimenta com sua taxa de produção dos componentes principais do óleo essencial.

**Palavras-chave:** *Lippia Sidoides*. Óleo essencial. Cromatografia Gasosa.

#### INTRODUÇÃO

Existe uma considerável população dos países em desenvolvimento que depende da medicina tradicional em sua atenção primária. Cerca de 80% desta população usa práticas tradicionais em sua saúde básica, sendo que destes, 85% utilizam de plantas. A população brasileira é umas das quais se enquadra nestas estatísticas, pois possui a maior biodiversidade do planeta e domina grande conhecimento ligado ao uso de plantas na medicina, tendo assim potencial para o desenvolvimento de diversas pesquisas na área.

Dentre essas plantas uma que tem considerável destaque por ser muito utilizada é a *Lippia sidoides Cham.*, (verbenaceae), mais conhecida como alecrim pimenta, alecrim do nordeste e estrepa-cavalo. É um arbusto próprio da região nordeste, de caule frágil e folhas aromáticas. Apresenta sementes bem pequenas e de difícil germinação. Sua principal forma de cultivo é retratada por meio de estaquias. Popularmente ela é utilizada como condimentos na gastronomia e tratamentos de feridas. Seu extrato tem ações comprovadas cientificamente como: antisséptico, anti-inflamatório e cicatrizante.

Além disso, o Alecrim é uma das várias espécies das quais se podem obter óleos essenciais, que são constituintes voláteis, orgânicos responsáveis pelo cheiro característico de muitas plantas e que podem ser extraídos por diferentes técnicas: arraste a vapor d'água, coação, micro-ondas, por meio de supercrítico (pressão de dióxido de carbono) e outros. Estes óleos são muito promissores como objetos de estudo, pois muitos deles têm atividade biológica e apresentam grande importância em vários setores por serem de utilidade nas áreas de aromatizantes, alimentos, bebidas, perfumes e produtos de higiene.

O óleo essencial de alecrim pimenta é rico principalmente em monoterpenos fenólicos, tais como os componentes timol e carvacrol. Sendo o timol o mais potente, responsável pelas ações antimicrobianas contra fungos e bactérias, microácaros, caramujo transmissor da esquistossomose de larvas do mosquito da dengue, indicado ainda como antisséptico no tratamento da acne, sarna, panos brancos, impigens e caspas. Ressaltando que existem medicamentos que utilizam do timol como, por exemplo, pastilhas Angino-Rub®, indicada para processos inflamatórios e dolorosos da boca e garganta, pomada Hirudoid® 300, emplastro Salonpas® que é analgésico e anti-inflamatório de uso tópico.

Portanto este trabalho verificou a influência do horário de corte (08:00h e 14:00h) sobre o rendimento do óleo essencial do alecrim pimenta e seus constituintes principais, durante os meses de março a setembro de 2016. O óleo essencial foi obtido por meio de hidrodestilação, onde foi utilizado um aparelho de destilação simples (balão de fundo redondo, manta aquecedora, sistema de resfriamento e bureta). O presente estudo teve duração de 6 meses (resultados parciais), determinando os rendimentos de óleo em relação à massa seca da planta. As extrações continuarão durante os 6 meses restantes, totalizando 24 amostras ao longo do ano. A identificação dos componentes das duas primeiras amostras do óleo essencial de *Lippia Sidoides Cham.* foi feita através de cromatografia gasosa acoplada a espectros de massa.

## METODOLOGIA

O estudo em questão foi realizado de forma experimental quantitativa e qualitativa, longitudinal explicativa, identificando os rendimentos de óleo nos horários de estudo 08:00 e 14:00 no período de 6 meses. As extrações do óleo essencial de alecrim pimenta foram realizadas no laboratório de Química Orgânica do Centro Universitário Católica de Quixadá (UNICATÓLICA), onde continuarão a ser realizadas até que se complete o período de um ano. Estas extrações começaram no mês de março de 2016 e terminarão em fevereiro de 2017. Enquanto que as análises cromatográficas das amostras estão sendo realizadas em parceria com a Universidade Federal do Ceará (UFC), no Departamento de Química Orgânica e Inorgânica, juntamente com o PADETEC (Parque de Desenvolvimento Tecnológico do Estado do Ceará).

As amostras das plantas foram coletadas do horto da UNICATÓLICA, nos seguintes horários: 08h00min, 14h00min. Desta planta foi trabalhada apenas a parte aérea (folhas e ramos finos), removida por trabalho manual. Para cada extração de óleo foram utilizadas 100 gramas de material botânico e para a determinação de umidade de cada amostra foram utilizadas 50 gramas. A biomassa foi levada para o Laboratório de Química Orgânica, onde foram feitas as extrações. O óleo obtido, ficou armazenado em frascos de vidro (do laboratório de Química Analítica) com temperatura entre 4 e 10 C°.

O óleo essencial foi extraído das folhas por coação (hidrodestilação) com um aparelho de destilação simples. Após a coleta do material fresco, foi feita a pesagem (100g) em balança semi-analítica; em seguida as folhas foram rasgadas e levadas ao balão volumétrico de fundo redondo com capacidade para 1 litro, depois foram recobertas com água (500 mL). O tempo de extração foi de 120 minutos. A manta aquecedora faz com que a água destilada presente no balão volumétrico entre ebulição gerando vapor d'água que segue juntamente com o vapor do óleo pelo tubo de transferência de vapor até o condensador, onde ocorre sua condensação pelo sistema de refrigeração. No final da extração é obtida uma amostra de óleo puro e hidrolato (água e outros ativos). O óleo é quantificado em uma bureta graduada sendo em seguida separado pelo tubo de saída.

Após isso o óleo ainda contém resquícios de água que podem interferir na cromatografia gasosa. Para evitar que isso ocorra é usado o sulfato de sódio anidro que reage somente com as moléculas de água presentes na amostra. Posteriormente o óleo é filtrado e armazenado em recipientes de vidro, ficando sobre conservação em refrigeração. A determinação da umidade da biomassa foi feita por secagem usando desumidificador (da

área de beneficiamento), até peso constante. Os valores são utilizados seguindo o método de Base Livre de Umidade (BLU) para a determinação do teor de óleo em relação à massa seca da planta.

As amostras obtidas em cada horário são identificadas e posteriormente transportadas para a Universidade Federal do Ceará, onde são feitas as análises por CG/EM no Departamento de Química ou no Parque de Desenvolvimento Tecnológico do Ceará (PADETEC).

## RESULTADOS E DISCUSSÃO

O volume de óleo essencial das 12 extrações realizadas no Centro Universitário Católica de Quixadá é registrado no quadro 1:

**Quadro 1 – Volume de óleo de Alecrim pimenta (mL)**

HORÁRIO	MARÇO	ABRIL	MAIO	JUNHO	AGOSTO	SETEMBRO
08:00	1,6	1,4	1,2	1,5	1,3	1,2
14:00	1,9	1,6	1,5	1,3	1	1,2

Volume de óleo obtido por destilação simples (março a setembro) de amostras de 100g de material botânico (somente folhas e ramos finos) de *Lippia Sidoides*.

O Quadro 2 registra a umidade determinada durante o período de estudo já realizado:

**Quadro 2 – Umidade (%)**

HORÁRIO	MARÇO	ABRIL	MAIO	JUNHO	AGOSTO	SETEMBRO
08:00	71,08	70,7	71,56	70,7	64,1	61,75
14:00	65,63	66,16	68,6	68,67	64,8	64,24

Umidade das folhas de Alecrim Pimenta (secagem feita através de desumidificador da área de beneficiamento primário).

O Quadro 3 registra o teor de óleo conforme o modelo de base livre de umidade:

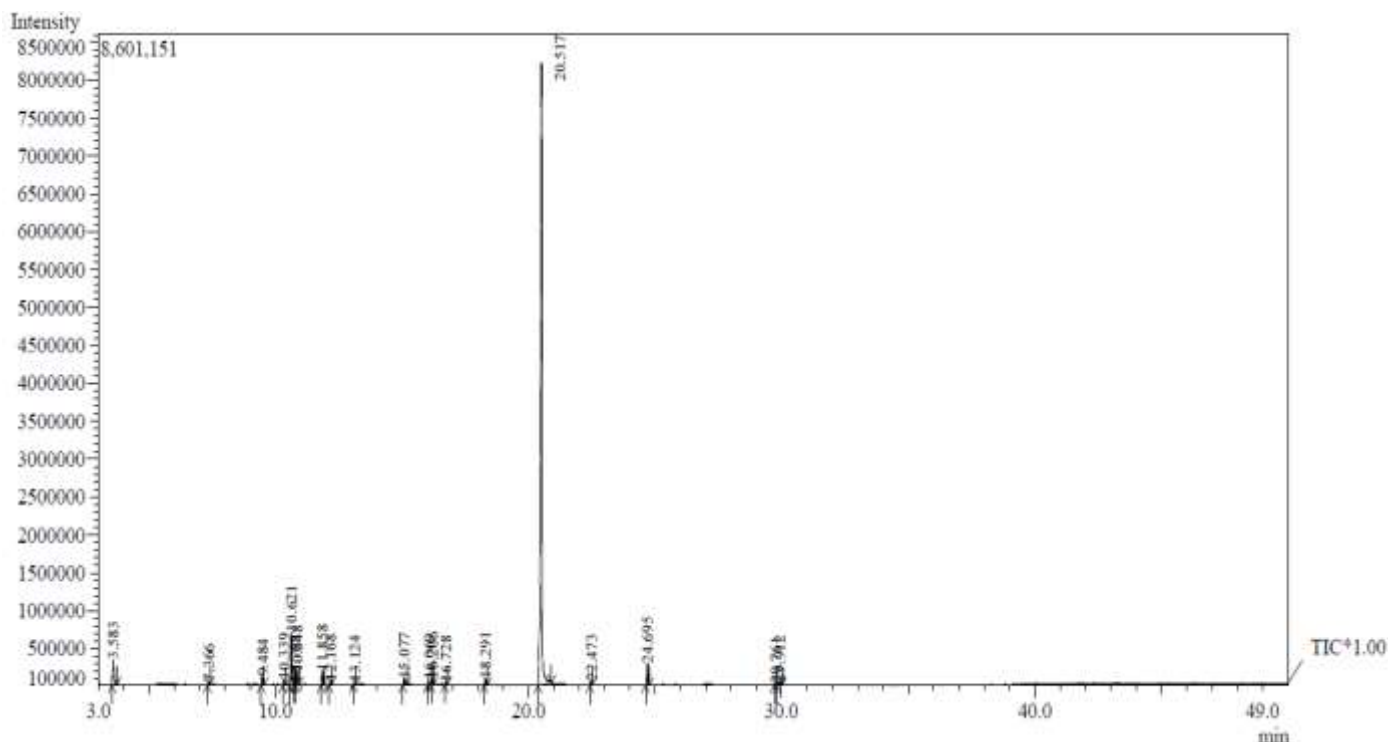
**Quadro 3 – Teor de Óleo (%)**

HORÁRIO	MARÇO	ABRIL	MAIO	JUNHO	AGOSTO	SETEMBRO
08:00	5,53	4,77	4,21	5,12	3,62	3,13
14:00	5,52	4,72	4,77	4,14	2,84	3,35

São considerados os valores de umidade e rendimento de óleo para o cálculo do teor de óleo conforme o modelo de Base Livre de Umidade (BLU). Descrito por Santos *et al.*, 2004.

Cromatografia gasosa acoplada a espectros de massa:

A seguir é apresentado na figura 1 o cromatograma de uma das análises do óleo por cromatografia gasosa. Nela percebe-se os picos dos componentes químicos presente no óleo essencial, além de ser nítido o pico majoritário do Timol no tempo de retenção de 20,517 minutos.



**Figura 1 – Cromatograma do óleo de alecrim pimenta:**

A tabela 1 indica a análise realizada no cromatograma, juntamente com a técnica de espectrometria de massa acoplada, que permitiu a identificação de vinte componentes presentes na primeira amostra de óleo, obtida em março de 2016. O timol se apresenta como componente principal, com um teor de 83,25%. Também está presente o índice de Kovats que é um padrão de comparação para a identificação dos componentes.

Percentual dos componentes encontrados no óleo. Os achados coincidem com os dados encontrados na literatura. O timol é o componente majoritário, correspondendo a 83,25% da amostra do óleo essencial extraído das folhas de alecrim pimenta cultivado no Sertão Central.

**Tabela 1 - Resultado da Cromatografia Gasosa acoplado a espectrometria de massa.**

Componente	Índice de retenção de kovats	Teor (%)
Timol	1262	83,25
Acetato de Timol	1421	0,30
Carofileno	1494	2,00
Espatuleno	1536	0,17
Óxido de Carofileno	1507	0,46
Timol Metil Éter	1231	0,62
$\alpha$ -Terpineol	1143	0,19
Terpineol	1137	0,58
Umbelulone	1073	0,47
Ipsdienol	1120	0,59
$\gamma$ -Terpineno	998	1,12
1,8-Cineol	1059	0,97
o-Cimeno	1042	4,18
(+)-2-Careno	919	0,42
$\beta$ -Mirceno	958	0,62
Total Identificado		95,94

## CONCLUSÕES

Foi visto que a umidade teve relação direta com o rendimento do óleo essencial (para o cálculo de BLU). Quando a umidade reduz, a massa seca aumenta, com isso o rendimento de óleo diminui. Percebemos que ao longo dos meses a planta vai perdendo umidade, chegando a ter uma diferença de 10% entre março e setembro. Conseqüentemente o volume e rendimento de óleo vão diminuindo. Notamos ainda que embora em alguns meses a umidade não tivesse alterações tão consideráveis, o volume de óleo continuava a diminuir, portanto concluímos que a umidade influencia no rendimento, mas também existem outros fatores que podem contribuir para a redução do rendimento de óleo obtido das folhas de Alecrim Pimenta, como por exemplo a floração e a própria influência das variações de temperatura.

## REFERÊNCIAS

ANGELOPOULOU, D.; DEMETZOS, C.; PERDETZOGLU, D. Diurnal and seasonal variation of the essential oil labdanes and clerodanes from *Cistus monspeliens* L. leaves. **Biochemical Systematics and Ecology**, v. 30, p. 189-203, 2002.

BLANCO, M. C. S. G., SOUZA, M. M. S., BOVI, O., MAIA, N. B. **O Óleo Essencial**. Disponível em: <<http://www.cati.sp.gov.br>>. Acesso em 03 de dez. 2015.

CIOLA, R. **Introdução à Cromatografia em Fase Gasosa**. São Paulo: Editora Edgard Bucher, 1973.

S. M. O. Costa, T. L. G. Lemos, F. J. K. Monte, F. J. A. Matos. **Simpósio de Plantas Medicinais do Brasil. Águas de Lindóia**, São Paulo, 1998.

EUROPEAN PHARMACOPOEIA, 4 ed., **Council of Europe**: Strasbourg Cedex, 2002, p. 2028.

EMBRAPA. **Óleos essenciais e sua extração por arraste a vapor**. Rio de Janeiro: EMBRAPA, 1991.

GUIMARÃES, L. G. **Óleos essenciais de lippia sidoides Cham., alomia fastigata (Gardner) Benth, ocotea odorífera (vell.) Rower, mikania glauca Mart. E cordia verbenaceae D.C.:** Identificação e quantificação química, caracterização das estruturas secretoras, atividades antioxidante e antibacteriana. 2010. 225 f. Tese (Doutorado em Agroquímica) - Universidade Federal de Lavras, Lavras, 2010.

HUDAIB, M., SPERONI, E., PIETRA, A.M.D., CAVRINI, V. CG/EM evaluation of thyme (*Thymus Vulgaris* L.) oil composition and variations during the vegetative cycle. **Journal of Pharmaceutical and Biomedical Analysis**. v. 29, p. 691–700, 2002.

LOPES, N.P.; KATO, M.J.; ANDRADE, J.G.S.M.; YOSHIDA, M. Circadian and seasonal variation in the essential oil from *Virola surinamensis* leaves. **Phytochemistry**, v. 46, n. 4, p. 689-693, 1997.

LORENZI, H.; MATOS, F.J.A. **Plantas medicinais no Brasil: nativas e exóticas**. Nova Odessa: Instituto Plantarum, 2008. 544 p.

MACHADO, B. F. M. T.; FERNADES Jr., A. Óleos essenciais: aspectos gerais e usos em terapias naturais. **Cadernos Acadêmicos**, v. 3, n. 2, p. 105-127, 2011.

MATOS, F.J.A. **Plantas medicinais: guia de seleção e emprego de plantas usadas em fitoterapia no nordeste do Brasil**. Fortaleza: UFC, 2000. 344 p.

\_\_\_\_\_. **Farmácias Vivas**: sistema de utilização de plantas medicinais projetado para pequenas comunidades. 4. ed. Fortaleza: Editora UFC, 2002, 267 p.

MATOS, F. J. A; OLIVEIRA, F. *Lippia sidoides* Cham. – Farmacognosia, química e farmacologia. **Revista Brasileira de Farmacognosia**, v. 79, p. 84-87, 1998.

MELO, M. T. P.; RIBEIRO J. M.; MEIRA, M. R.; FIGUEIREDO, L.S; MARTINS, E. R. Teor de óleo essencial de alecrim-pimenta em função do horário de colheita. **Ciência Rural**, Santa Maria, v.41, n.7, p.1166-1169, 2011.

MINISTÉRIO DA SAÚDE. **Política nacional de plantas medicinais e fitoterápicos**. Brasília Ministério da Saúde, Secretaria de Ciência, Tecnologia e Insumos Estratégicos, Departamento de Assistência Farmacêutica. – Brasília: Ministério da Saúde, 2006. 60 p.

NASCIMENTO, I. B; INNECO, R.; MATOS, S. H; BORGES, N. S. S; MARCO, C. C. Influência do horário de corte na produção de óleo essencial de capim-santo (*andropogum SP*). **Revista Caatinga**. v.19, n.2, p.123-127, 2006.

SANTOS, A. S.; ANDRADE, E. H. A.; ZOGHBI, M. G. B.; LUZ, A. I. R.; MAIA, J. G. S. Sesquiterpenes on Amazonian Piper Species. *Acta Amazonica*, v. 28, n. 2, p. 127-130, 1998.

MINISTÉRIO DA AGRICULTURA PECUÁRIA E ABASTECIMENTO. **Descrição de Sistema e de Métodos de Extração de Óleos Essenciais e Determinação de Umidade de Biomassa em Laboratório**. Belém, 2004.

SIMÕES, C. M. O. *et al.* **Farmacognosia: Da planta ao medicamento**.6. ed. Porto Alegre: UFSC, 2007. 1104 p.

STEFFANI, E. **Modelagem matemática do processo de extração supercrítica de óleo essencial de Ho-Sho (Cinnamomum camphora Nees e Eberm var. linaloolífera Fujita) utilizando CO<sub>2</sub>**. Tese (Doutorado) – Universidade Federal de Santa Catarina, 2003.

TERBLANCHÉ, F.C; KORNELIUS, G. Essential oil constituents of the genus *Lippia* (Verbenaceae): a literature review. **Journal of Essencial Oil Research**, Carol stream, v. 8, n. 3, p. 471 – 485, May 1996.