

INSTITUTO FEDERAL DE EDUCAÇÃO CIÊNCIA E TECNOLOGIA
GOIANO – *CAMPUS* RIO VERDE
PRÓ-REITORIA DE PESQUISA E PÓS-GRADUAÇÃO
PROGRAMA DE PÓS GRADUAÇÃO EM AGROQUÍMICA

MELHOR TEMPO DE HIDRODESTILAÇÃO, ATIVIDADE
ANTIOXIDANTE, TEOR E COMPOSIÇÃO QUÍMICA DO
ÓLEO ESSENCIAL DAS FOLHAS DE *Campomanesia*
adamantium SUBMETIDAS À SECAGEM.

Autor: Juliana Dantas de Oliveira
Orientadora: Dra. Cássia Cristina Fernandes Alves

RIO VERDE – GO
Julho – 2015

INSTITUTO FEDERAL DE EDUCAÇÃO CIÊNCIA E TECNOLOGIA
GOIANO – *CAMPUS* RIO VERDE
PRÓ-REITORIA DE PESQUISA E PÓS-GRADUAÇÃO
PROGRAMA DE PÓS GRADUAÇÃO EM AGROQUÍMICA

MELHOR TEMPO DE HIDRODESTILAÇÃO, ATIVIDADE
ANTIOXIDANTE, TEOR E COMPOSIÇÃO QUÍMICA DO
ÓLEO ESSENCIAL DAS FOLHAS DE *Campomanesia*
adamantium SUBMETIDAS À SECAGEM.

Autor: Juliana Dantas de Oliveira
Orientadora: Dra. Cássia Cristina
Fernandes Alves

Dissertação apresentada como
parte das exigências para obtenção
do título de MESTRE EM
AGROQUÍMICA, no Programa de
Pós-Graduação em Agroquímica
do Instituto Federal de Educação,
Ciência e Tecnologia Goiano –
Câmpus Rio Verde – Área de
concentração Agroquímica.

RIO VERDE – GO
Julho – 2015

Oliveira, Juliana Dantas de

O48m Melhor tempo de hidrodestilação, atividade antioxidante
teor e composição química do óleo essencial das folhas de
Campomanesia adamantium submetidas à secagem / Juliana Dantas de
Oliveira – Rio Verde – 2015.
85 f. : il.

Dissertação (Mestrado em Agroquímica) – Instituto Federal
Goiano – Câmpus Rio Verde, 2015.

Orientador: Dra. Cassia Cristina Fernandes Alves.

Bibliografia

1. *Campomanesia adamantium*. 2. Óleo essencial. 3. Secagem I.
Título. II. Instituto Federal Goiano – Câmpus Rio Verde.

CDD:665

INSTITUTO FEDERAL DE EDUCAÇÃO CIÊNCIA E TECNOLOGIA
GOIANO – *CAMPUS* RIO VERDE
PRÓ-REITORIA DE PESQUISA E PÓS-GRADUAÇÃO
PROGRAMA DE PÓS GRADUAÇÃO EM AGROQUÍMICA

MELHOR TEMPO DE HIDRODESTILAÇÃO, ATIVIDADE
ANTIOXIDANTE, TEOR E COMPOSIÇÃO QUÍMICA DO
ÓLEO ESSENCIAL DAS FOLHAS DE *Campomanesia*
adamantium SUBMETIDAS À SECAGEM.

Autora: Juliana Dantas de Oliveira
Orientadora: Dra. Cássia Cristina
Fernandes Alves

TÍTULAÇÃO: Mestre em Agroquímica – Área de concentração
agroquímica

APROVADA em 13 de agosto de 2015

Prof. Dr. Jair Pereira de Melo Junior
Avaliador externo
UniRV

Prof. Dr. Rafael Marques Leal
Avaliador interno
IF Goiano/RV

Prof.^a Dr.^a Cassia Cristina Fernandes Alves
Presidente da banca
IF Goiano/RV

AGRADECIMENTOS

É imprescindível iniciar agradecendo a Deus, pela força e fé, e não permitir que eu desanimasse nos momentos difíceis.

Agradeço aos meus pais, José Barbosa e Ailza Dantas, e minha irmã Poliana Dantas pela confiança em que depositaram em mim, pela força nos momentos de dificuldade, por sempre acreditarem na minha capacidade, pela paciência e compreensão.

Agradeço ao minha orientadora prof^a Dr^a Cassia Cristina Fernandes Alves, pelo apoio, incentivo científico, pela paciência, por todas as vezes que se dedicou a me ajudar e nunca se recusou ao mesmo. À você o meu muito obrigada.

Ao prof. Dr. José Milton Alves, pelo suporte nas análises estatísticas e por conceder seu tempo para ensinar e compreender as análises.

À prof^a Dr^a Cristiane de Melo Cazal, por toda disposição e colaboração ao longo dos trabalhos.

Ao prof. Dr. Moacir Rossi Forim, da Universidade Federal de São Carlos, por disponibilizar seu tempo e receber em seu laboratório para análises cromatográficas.

Aos meus amigos Marcelo Xavier, Waleska Arcanjo pelas ajudas prestadas, pela disposição em me ajudar em todos os momentos em que foram necessários.

À Danielly Karen do laboratório de Produtos Naturais pela importante colaboração e apoio neste trabalho.

Ao Marcus Henrique pela paciência, apoio e incentivo nos momentos difíceis.

À Escola Paroquial pela compreensão nos momentos em que tive que me ausentar.

À Fapeg, pela concessão da bolsa de estudos, essencial ao desenvolvimento desta pesquisa.

À Universidade de Rio Verde pela coleta das folhas para realização dos experimentos para a dissertação e o artigo científico.

A todos que colaboraram direta ou indiretamente para a conclusão dessa etapa valiosa da minha vida pessoal e profissional.

BIOGRAFIA DO AUTOR

Juliana Dantas de Oliveira, filha de José Barbosa Dantas e Ailza Dantas de Oliveira, natural de Santa Helena de Goiás, nasceu em 08 de junho de 1990. Em 2007 concluiu o curso Técnico em Secretariado, no Instituto Federal Goiano, Campus Rio Verde – GO. Em 2008 ingressou no curso de licenciatura e bacharel em Química, também no IFGoiano – Campus Rio Verde. Participou do grupo de pesquisa Quimera Team, durante a iniciação científica, bolsista IFGoiano de 2010 a 2011, posteriormente foi aluna de iniciação científica voluntária, fez estágio na Usina de etanol Raízen, Jataí – GO de 2011 a 2012. Após a graduação começou a atuar como professora na rede estadual de ensino em Santa Helena de Goiás – GO até o presente momento. Em 2013 iniciou o curso de pós graduação em Agroquímica também no IFGoiano – Campus Rio verde.

ÍNDICE

RESUMO.....	XVII
ABSTRACT.....	XIX
1. INTRODUÇÃO.....	1
1.1 Família Myrtaceae	1
1.2 <i>Campomanesia adamantium</i>	2
1.3 Metabolismo especial e óleo essencial	4
1.4. Secagem de plantas produtoras de óleos essenciais.....	5
1.5 Atividade antioxidante	6
OBJETIVO	7
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	7
CAPÍTULO I	13
Teor e composição química do óleo essencial de <i>Campomanesia adamantium</i> (cambess.) o. berg extraído das folhas submetidas a diferentes tempos de hidrodestilação.	13
RESUMO.....	13
CHAPTER I.....	14
Content and essential oil chemical composition <i>Campomanesia adamantium</i> (Cambess.) O.Berg extracted from the leaves submitted to different times of hydrodistillation.	14
ABSTRACT.....	14
1. INTRODUÇÃO.....	15
2. MATERIAL E MÉTODOS	16
2.1 Coleta e seleção manual.....	16
2.2 Obtenção do óleo essencial.....	17
2.3 Análise química do óleo essencial	17
2.4 Análise estatística	17
3. RESULTADOS E DISCUSSÃO.....	18
4. CONCLUSÃO	22

5. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	22
CAPÍTULO II.....	25
Teor e composição química do óleo essencial de folhas de <i>Campomanesia adamantium</i> (Cambess.) O. Berg submetidas a diferentes métodos de secagem.....	26
RESUMO.....	26
CHAPTER II.....	27
Essential oil content and chemical composition of leaves <i>campomanesia adamantium</i> (cambess.) o. berg submitted to different drying methods.	27
ABSTRACT.....	27
1. INTRODUÇÃO	28
2. MATERIAL E MÉTODOS	29
2.1 Coleta e identificação do material vegetal.....	29
2.2 Secagem das folhas de <i>Campomanesia adamantium</i>	29
2.3 Obtenção do óleo essencial.....	30
2.4 Análise química do óleo essencial	30
2.5 Análise estatística	31
3. RESULTADOS E DISCUSSÃO.....	31
3.1 Teor do óleo essencial.....	31
3.2 Composição química do óleo essencial	33
4. CONCLUSÃO	38
5. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	38
CAPÍTULO III.....	42
Composição química e atividade antioxidante do óleo essencial de folhas de <i>campomanesia adamantium</i> (cambess.) o. berg coletada em área do cerrado.	43
RESUMO.....	43
CHAPTER III	44
Chemical composition and antioxidant activity of the essential oil of leaves <i>campomanesia adamantium</i> (cambess.) o. berg collected in the cerrado area.	44
ABSTRACT.....	44
1. INTRODUÇÃO	45
2. MATERIAL E MÉTODOS	46
2.1 Coleta e identificação do material vegetal.....	46
2.2 Obtenção do óleo essencial.....	46

2.3 Análise química do óleo essencial	47
2.4 Atividade antioxidante pela captura de radicais livres com o teste de DPPH.	47
2.5 Análise estatística	48
3. RESULTADOS E DISCUSSÃO	48
3.1 Composição química do óleo essencial	48
3.2 Atividade antioxidante	50
4. CONCLUSÃO	52
5. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	53
CONCLUSÃO GERAL.....	58
APÊNDICE.....	58

ÍNDICE DE TABELAS

CAPÍTULO I

Tabela 1. Composição química do óleo essencial das folhas de <i>C. adamantium</i> submetidas a cinco tempos de hidrodestilação.	19
--	----

CAPÍTULO II

Tabela 1. Teores médios de óleo essencial (%) das folhas de <i>C. adamantium</i> em função de método e tempos de secagem.	31
--	----

Tabela 2. Teores médios de óleo essencial (%) das folhas de <i>C. adamantium</i> em função de dois métodos e oito tempos de secagem.	33
---	----

Tabela 3. Composição química do óleo essencial das folhas de <i>C. adamantium</i> submetidas a oito tempos de secagem à sombra.	35
--	----

CAPÍTULO III

Tabela 1. Componentes identificados no óleo essencial das folhas in natura de <i>C. adamantium</i> coletada em área do Cerrado.	49
--	----

ÍNDICE DE FIGURAS

INTRODUÇÃO	1
Figura 1: Características de algumas Myrtaceae brasileiras. A = córtex esfoliante; B = canais oleíferos presentes em folhas; C = folhas opostas; D – F: tipos de inflorescência; G = fruto carnoso do tipo baga.	2
Figura 2: <i>C. adamantium</i> . Pode ser observada a característica arbustiva desta espécie e a forma e coloração dos frutos (A) folhas (B), flores (C).	3
Figura 3: Principais rotas do metabolismo secundário.	5
CAPÍTULO I	
Figura 1. Teores de óleo essencial de 100g de folhas frescas de <i>C. adamantium</i> obtidos com diferentes tempos de hidrodestilação.	18
CAPÍTULO III	
Figura 1. Porcentagem de atividade antioxidante do óleo essencial de folhas de <i>C. adamantium</i> coletadas em Cerrado Goiano.	51

ÍNDICE DE APÊNDICES

APÊNDICE A – cromatograma dos óleos essenciais de *campomanesia adamantium*.. 58

Figura 1A: Cromatograma do óleo essencial das folhas de <i>C. adamantium</i> submetidas à 1 hora de hidrodestilação. 1 Espatulenol; 2 Óxido cariofileno; 3 β -cariofileno.....	60
Figura 2A: Cromatograma do óleo essencial das folhas de <i>C. adamantium</i> submetidas à 2 horas de hidrodestilação. 1 Espatulenol; 2 Germacreno B; 3 β -cariofileno; 4 Óxido cariofileno.	60
Figura 3A: Cromatograma do óleo essencial das folhas de <i>C. adamantium</i> submetidas à 3 horas de hidrodestilação. 1 Germacreno B; 2 Espatulenol; 3 Óxido cariofileno.....	60
Figura 4A: Cromatograma do óleo essencial das folhas de <i>C. adamantium</i> submetidas à 4 horas de hidrodestilação. 1 Espatulenol; 2 Óxido cariofileno; 3 Germacreno B.....	61
Figura 5A: Cromatograma do óleo essencial das folhas de <i>C. adamantium</i> submetidas à 5 horas de hidrodestilação. 1 Espatulenol.....	61
Figura 6A: Cromatograma do óleo essencial das folhas de <i>C. adamantium</i> submetidas à secagem em estufa in natura. 1 Germacreno B; 2 Espatulenol; 3 Óxido cariofileno. ...	61
Figura 7A: Cromatograma do óleo essencial das folhas de <i>C. adamantium</i> submetidas à secagem em estufa no tempo de 0,25 dias. 1 Germacreno B; 2 Espatulenol; 3 Óxido cariofileno.	61
Figura 8A: Cromatograma do óleo essencial das folhas de <i>C. adamantium</i> submetidas à secagem em estufa no tempo de 0,50 dias. 1 Germacreno B; 2 Espatulenol; 3 Óxido cariofileno.	62
Figura 9A: Cromatograma do óleo essencial das folhas de <i>C. adamantium</i> submetidas à secagem em estufa no tempo de 1 dia. 1 Germacreno B; 2 Espatulenol; 3 Óxido cariofileno.	62

Figura 10A: Cromatograma do óleo essencial das folhas de <i>C. adamantium</i> submetidas à secagem em estufa no tempo de 3 dias. 1 Germacreno B; 2 Epatulenol; 3 Óxido cariofileno.	62
Figura 11A: Cromatograma do óleo essencial das folhas de <i>C. adamantium</i> submetidas à secagem em estufa no tempo de 5 dias. 1 Epatulenol; 2 Óxido cariofileno; 3 Germacreno B.	63
Figura 12A: Cromatograma do óleo essencial das folhas de <i>C. adamantium</i> submetidas à secagem em estufa no tempo de 5 dias. 1 Germacreno B; 2 Epatulenol; 3 Óxido cariofileno.	63
Figura 13A: Cromatograma do óleo essencial das folhas de <i>C. adamantium</i> submetidas à secagem em estufa no tempo de 5 dias. 1 Germacreno B; 2 β – cariofileno.	63
Figura 14 A: Cromatograma do óleo essencial das folhas de <i>C. adamantium</i> submetidas à sombra em estufa in natura. 1 Germacreno B; 2 Epatulenol; 3 Óxido cariofileno. ..	64
Figura 15 A: Cromatograma do óleo essencial das folhas de <i>C. adamantium</i> submetidas à sombra em estufa no tempo de 0,25 dias. 1 Germacreno B; 2 Epatulenol; 3 Óxido cariofileno.	64
Figura 15 A: Cromatograma do óleo essencial das folhas de <i>C. adamantium</i> submetidas à sombra em estufa no tempo de 0,50 dias. 1 Germacreno B; 2 Epatulenol; 3 Óxido cariofileno.	64
Figura 16 A: Cromatograma do óleo essencial das folhas de <i>C. adamantium</i> submetidas à sombra em estufa no tempo de 1 dia. 1 Germacreno B; 2 Epatulenol; 3 Óxido cariofileno.	65
Figura 17 A: Cromatograma do óleo essencial das folhas de <i>C. adamantium</i> submetidas à sombra em estufa no tempo de 3 dias. 1 Germacreno B; 2 Epatulenol; 3 Óxido cariofileno.	65
Figura 18 A: Cromatograma do óleo essencial das folhas de <i>C. adamantium</i> submetidas à sombra em estufa no tempo de 5 dias. 1 Epatulenol; 2 Óxido cariofileno; 3 Germacreno B.	65
Figura 19 A: Cromatograma do óleo essencial das folhas de <i>C. adamantium</i> submetidas à sombra em estufa no tempo de 8 dias. 1 Germacreno B; 2 Epatulenol; 3 Óxido cariofileno; 3 Germacreno B.	66
Figura 20 A: Cromatograma do óleo essencial das folhas de <i>C. adamantium</i> submetidas à sombra em estufa no tempo de 16 dias. 1 Germacreno B; 2 β - copaeno.	66

Figura 21 A: Cromatograma do óleo essencial das folhas de <i>C. adamantium</i> submetidas in natura coletado em área do cerrado: atividade antioxidante. 1 Germacreno B; 2 β – copaeno; 3 Epatulenol.	66
APÊNDICE B – CURVA DE CALIBRAÇÃO DE DPPH.	67
Figura 1 B: Curva de calibração do DPPH.	67
APÊNDICE C – ESTRUTURAS DOS CONSTITUINTES MAJORITÁRIOS.	67
Figura 1 C: Estrutura química do Óxido cariofileno.	67
Figura 2 C: Estrutura química do Epatulenol.	68
Figura 3 C: Estrutura química do Germacreno B.	68

LISTA DE SÍMBOLOS, SIGLAS, ABREVIACÕES E UNIDADES

DPPH	2,2-difenil-1-picril-hidrazil
IR	Índice de retenção
CV	Coefficiente de variação
BHT	Butil-hidroxi-tolueno
ISO	International Standar Organization
CG-EM	Cromatógrafo gasoso acoplado a espectrômetro de massas
DIC	Delineamento inteiramente casualizado
b.s.	Base seca
R²	Coefficiente de determinação
EC₅₀	Concentração do óleo essencial necessária para reduzir 50% do radical livre DPPH.

RESUMO

OLIVEIRA, JULIANA DANTAS. Instituto Federal de Educação Ciência e Tecnologia Goiano, campus Rio Verde – GO, julho de 2015. Melhor tempo de hidrodestilação, atividade antioxidante, teor e composição química do óleo essencial das folhas de *C. adamantium* submetidas à secagem.

Orientadora: Dra Cassia Cristina Fernandes Alves.

Co-orientadora: Dra Cristiane de Melo Cazal.

Campomanesia adamantium conhecida popularmente por gabioba ou guabioba, é uma espécie frutífera nativa do cerrado. As folhas de *C. adamantium* são popularmente utilizadas, por meio de infusão, como agente antidiarreico, depurativo do fígado, anti-inflamatório, anti-pirético, antisséptico das vias urinárias. A composição química dos óleos essenciais extraídos de plantas de uma mesma espécie pode ter alteração nas proporções de seus constituintes por interferência de fatores extrativos, ambientais, genéticos e ontogenéticos. O propósito neste estudo foi determinar alguns fatores que influenciam o teor e composição química do óleo essencial, extraído pelo método de hidrodestilação, das folhas de *C. adamantium*, como o tempo de hidrodestilação, secagem artificial e natural, e também verificar a atividade antioxidante do óleo essencial das folhas de *C. adamantium* coletas na região do Cerrado. As análises químicas foram feitas utilizando-se um cromatógrafo gasoso acoplado a espectrômetro de massa e os constituintes químicos dos óleos essenciais foram identificados através da comparação dos seus espectros de massas com banco de dados do equipamento e, também, pela comparação dos índices de retenção com a literatura. A atividade antioxidante foi avaliada perante o consumo do radical estável DPPH. Ao avaliar o efeito do tempo de hidrodestilação sobre o teor e composição química do óleo essencial das folhas de *C. adamantium* apresentaram diferenças significativas nos diferentes tempos de hidrodestilação testados. A partir de duas horas de hidrodestilação o teor do óleo essencial estabilizou-se. Foram identificados os sesquiterpenos oxigenados espatulenol e o óxido cariofileno como compostos majoritários nos cinco tempos de hidrodestilação. Houve variações das quantidades relativas para os constituintes majoritários espatulenol, óxido cariofileno, germancreno B e cariofileno. No estudo para avaliar a influência de dois métodos e oito tempos de secagem das

folhas do *C. adamantium* sobre o teor e composição química do óleo essencial verificou-se que houve interação do efeito dos métodos com os tempos de secagem. O melhor tempo de secagem dependerá do propósito para o qual o óleo essencial será utilizado, portanto pode extrair o óleo essencial do material vegetal *in natura* como também até 16º dia de secagem. Como foi observado, não ocorreram grandes alterações no óleo essencial nos diferentes métodos de secagem utilizados. Foram identificados 35 e 34 compostos no óleo essencial das folhas de *C. adamantium* submetidas à secagem a estufa e a sombra respectivamente, sendo o espatulenol, óxido cariofileno e o germacreno B os componentes majoritários em todas as amostras. A secagem influenciou aumentando a quantidade relativa apresentada pelos sesquiterpenos germacreno B e β -copaeno e também na diminuição do espatulenol e do óxido cariofileno no 16º dia de secagem. Na avaliação da composição química e atividade antioxidante do óleo essencial das folhas de *C. adamantium* coletadas na região do Cerrado, o óleo essencial apresentou como constituintes majoritários os sesquiterpenos germacreno B e β – cariofileno, sobre a atividade sua capacidade sequestradora de radicais livres é baixa quando comparada a um antioxidante de outros óleos essenciais como o cravo-da-índia, a extrato de *G. biloba*, porém pode ser considerada melhor do que o encontrado em outros óleos essenciais como o ho-sho, indicando um potencial uso em produtos alimentícios.

PALAVRAS-CHAVES: óleo essencial, secagem, atividade antioxidante.

OLIVEIRA, JULIANA DANTAS. Instituto Federal de Educação Ciência e Tecnologia Goiano, campus Rio Verde – GO, julho de 2015. Best time of hydrodistillation, antioxidant activity, content and chemical composition of the essential oil of *C. adamantium* leaves submitted to drying.

Orientadora: Dra Cássia Crstina Fernandes Alves.

Co-orientadora: Dra Cristiane de Melo Cazal.

ABSTRACT

Campomanesia adamantium popularly known as gabirola or guabirola, is a native fruit species of the savannah. The leaves of *C. adamantium* are popularly used by infusion, as antidiarrheal agent, liver cleanser, anti-inflammatory, antipyretic, antiseptic urinary tract. The chemical composition of essential oils extracted from plants of the same species may have changes in the proportions of its constituents by interference from extractive factors, environmental, genetic and ontogenetic. The purpose of this study was to determine some factors that influence the content and chemical composition of essential oil, extracted by hydrodistillation method, the leaves of *C. adamantium*, as the time hydrodistillation, artificial drying and natural, and also check the antioxidant activity of essential oil from the leaves of *C. adamantium* collections in the Cerrado region. The chemical analyzes were made using a gas chromatograph coupled to a mass spectrometer and chemical constituents of essential oils were identified by comparison of their mass spectra with the equipment database and also by comparing retention indices with the literature. The antioxidant activity was evaluated before the consumption of the stable radical DPPH. To evaluate the effect of hydrodistillation time on the content of essential oil chemical composition of *C. adamantium* leaves showed significant differences in the different tested hydrodistillation times. From two hours of hydrodistillation essential oil content is stabilized. The oxygenated sesquiterpenes spathulenol were identified and caryophyllene oxide as major compounds in the five hydrodistillation times. There were variations in the relative amounts for spathulenol major constituents, carifileno oxide, germancreno B and caryophyllene. In the study to assess the influence of two methods to eight drying times of *C. adamantium* sheets on the content and composition of the essential oil it was found that there was an interaction effect with the methods of drying times. The best drying time will depend on the purpose for which the essential oil is used, so can extract the essential oil of the plant material in nature but also to 16th day

of drying. As noted, there were no major changes in the essential oil in different drying methods. They identified 35 and 34 compounds in the essential oil of *C. adamantium* sheets subjected to the drying oven and shadow respectively, and spathulenol, caryophyllene oxide and germacrene B the major components in all samples. Drying influenced by increasing the relative amount presented by sesquiterpenes germacrene B and β -copaene and also in reducing the spathulenol and caryophyllene oxide on the 16th day of drying. In assessing the chemical composition and antioxidant activity of the essential oil of *C. adamantium* leaves collected in the Cerrado region, the essential oil presented as major constituents the germacrene sesquiterpenes B and β - caryophyllene, on their activity scavenging capacity of free radicals is low compared to an antioxidant other essential oils like clove India, *G. biloba* extract, but it can be considered better than that found in other essential oils like ho-sho, indicating a potential use in food products .

KEYWORDS: essential oil, drying, antioxidant activity.

1. INTRODUÇÃO

1.1 Família Myrtaceae

A família Myrtaceae apresenta cerca de 5600 espécies, distribuídas em 132 gêneros (GOVAERTS et al., 2012) com ocorrência na Austrália, sudeste da Ásia e América, com baixa representatividade na África (WILSON et al., 2001). Pertence à ordem Myrtales, que apresenta ao todo 14 famílias e aproximadamente 9000 espécies, sendo que 2/3 das espécies dessa ordem pertencem à família Myrtaceae (JUDD, 2009). As espécies de Myrtaceae (Figura 1) são plantas arbustivas ou arbóreas que possuem diversas alturas, variando desde pequenos arbustos até grandes árvores. Gêneros conhecidos na flora brasileira são: *Psidium*, *Myrcia*, *Eugenia* e *Campomanesia* (CERQUEIRA et al., 2009; CONCEIÇÃO e ARAGÃO, 2010).

Segundo JORGE et al. (2000) a família Myrtaceae é uma das mais características da flora brasileira, apresentando potencial e significativo interesse econômico para o Brasil. Possuem plantas importantes, tanto de ocorrência na flora espontânea como cultivada, incluindo plantas ornamentais como *Callistemon*, *Melaleuca*, *Myrtus*; produtoras de madeira; óleos essenciais como o *Eucalyptus*; além de frutíferas como *Psidium* – goiaba; *Campomanesia* – gabioba; *Eugenia* – grumixama, pitanga, uvaia; *Myrciaria* – jabuticaba; *Syzygium* – jambo, jambolão. Dentre as espécies usadas na medicina popular, podemos citar a goiabeira (*Psidium guajava* L.); Estudos comprovam que seus frutos e principalmente as folhas são ricos em taninos, onde o chá de suas folhas e brotos é muito utilizado pela população como antidiarreico.

Em estudos com espécies da família Myrtaceae foram encontradas substâncias com atividade anti-inflamatória relevante, efeito relacionado à presença de sesquiterpenos (MENEZES et al., 1997). Muitas espécies são empregadas em distúrbios gastrointestinais, estados hemorrágicos e doenças infecciosas. As partes mais usadas são as folhas e cascas, além dos frutos, comumente consumidos na alimentação (CRUZ et al., 2004).

Segundo SALVADOR (2015) diversas atividades biológicas foram relatadas em várias espécies da família Myrtaceae, como hipoglicemiante na myrcia (*Myrcia bella* Cambess) e no jamelão (*Syzygium cumini* L. Skells); antibacteriana na murta (*Myrtus communis* L.).

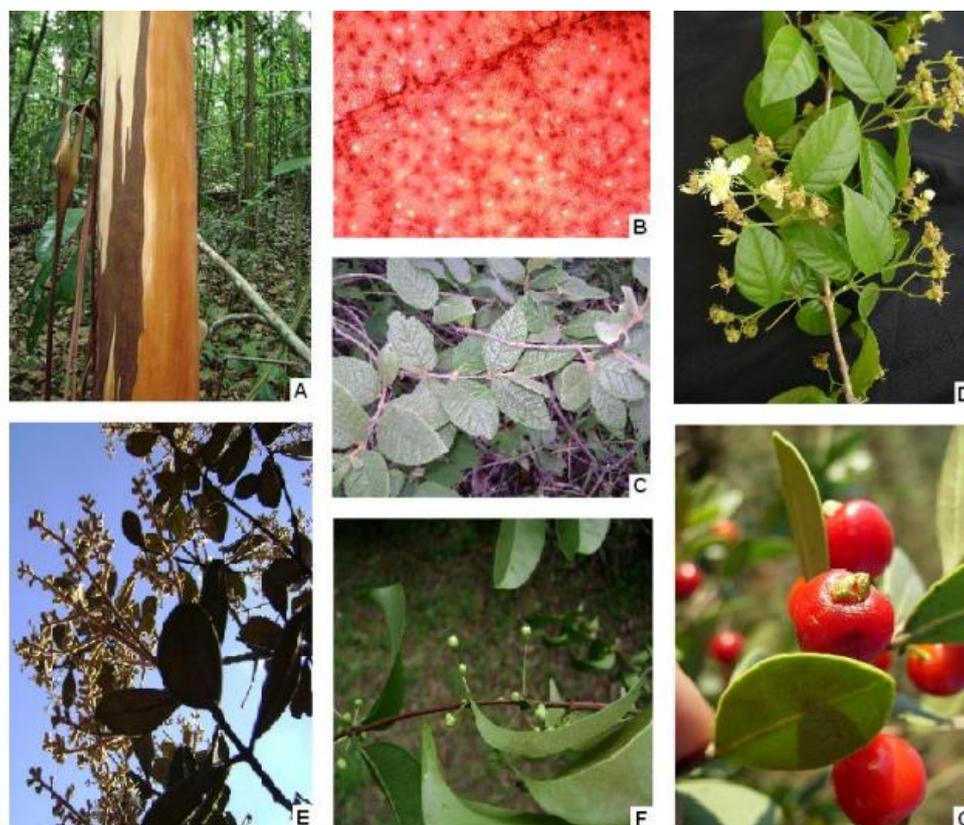


Figura 1: Características de algumas Myrtaceae brasileiras. A = córtex esfoliante; B = canais oleíferos presentes em folhas; C = folhas opostas; D – F = tipos de inflorescência; G = fruto carnoso do tipo baga.

Fonte: OLIVEIRA, 2009.

1.2 *Campomanesia adamantium*

A *Campomanesia adamantium* (Cambess.) O. Berg (guavira, gabirola ou guabirola, Figura 2) é um arbusto decíduo de 0,5-1,5 m de altura; possui folhas subcoriáceas de 3 a 10 cm de comprimento; as flores são solitárias formadas de setembro a outubro e os frutos de 2,0 a 2,5 cm de diâmetro que amadurecem de novembro a dezembro (LORENZI et al., 2006). O tronco é tortuoso e ramificado desde a base, tem casca amarelada e descamante em placas finas. As folhas são simples,

opostas, oblongas (mais longa que larga), glabrescentes (com quase nenhum pelo na folha madura) no caso de *C. adamantium* com medidas que variam de 4,5 a 6,8 cm de comprimento por 1,5 a 2,3 cm de largura (GOGOSZ et al., 2010).

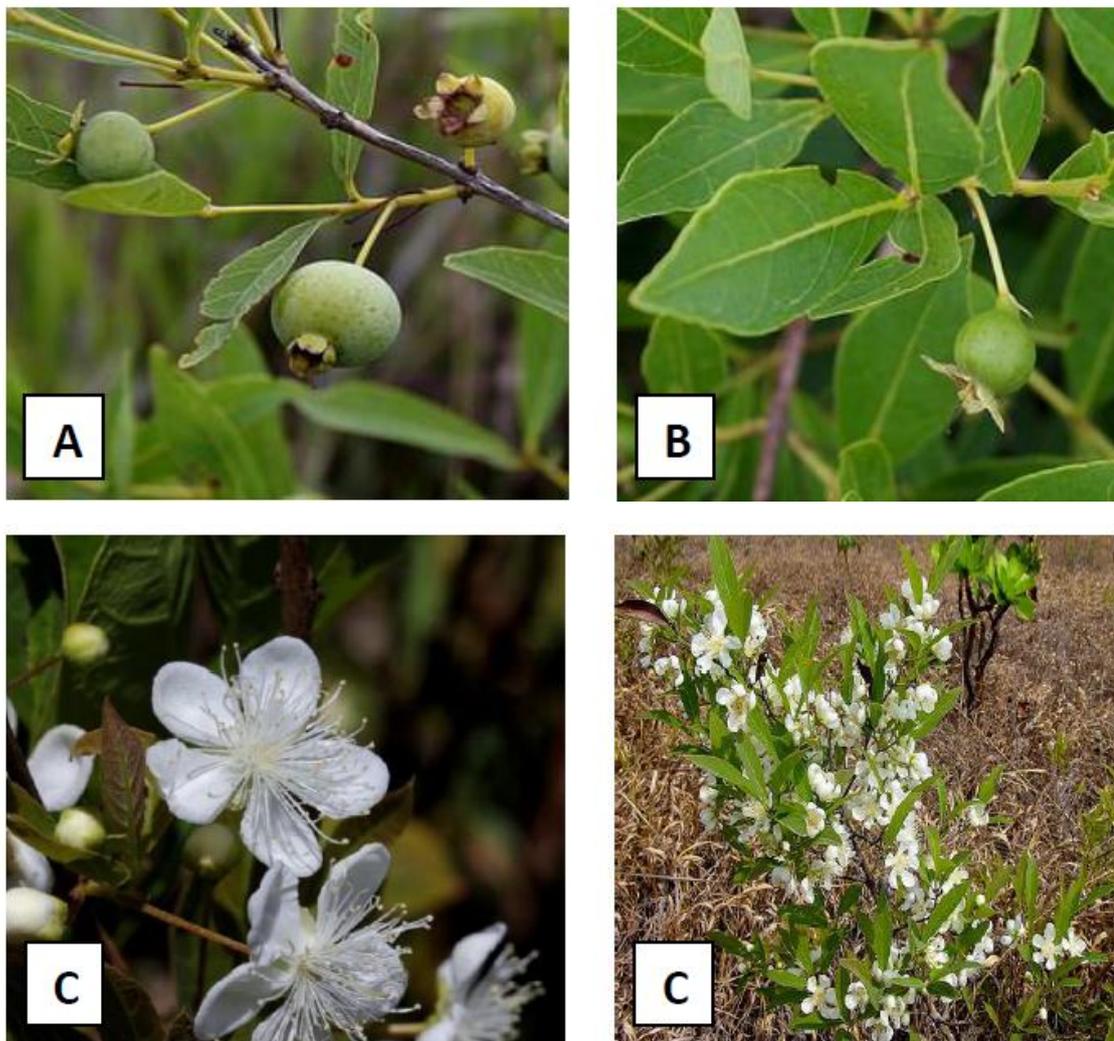


Figura 2: *C. adamantium*. Pode ser observada a característica arbustiva desta espécie e a forma e coloração dos frutos (A) folhas (B), flores (C).

Fonte: KUHLMANN, 2012.

A *C. adamantium* se destaca por diversos usos, como: alimentar, medicinal e para pasto apícola, (VIEIRA et al., 2006), na alimentação humana, seu fruto pode ser ingerido *in natura*, ou na forma de doces, sorvetes, geleias, licores, aguardentes e sucos (GOGOSZ et al., 2010).

Quanto ao uso medicinal, as folhas e os frutos se destacam por apresentarem substâncias que são utilizadas como anti-inflamatórias, antidiarreicas e antissépticas das vias urinárias (PIVA, 2002). Embora sua frutificação seja expressiva, a maioria desses

frutos não é coletada, sendo consumidos por diversas espécies de pássaros e mamíferos (SANTOS et al., 2010).

Apesar de sua importância econômica e cultural, poucos são os estudos químicos encontrados com a espécie *C. adamantium*. Análise dos óleos essenciais das folhas, frutos e flores apresentou baixo teor do óleo essencial com a presença de mono e sesquiterpenos (VALLILO et al., 2006a,b; COUTINHO et al., 2008). COUTINHO (2008) estudou as folhas de *C. adamantium*, que se mostraram ricas em flavanonas e chalconas.

1.3 Metabolismo especial e óleo essencial

Metabolismo é o conjunto de reações químicas que continuamente estão ocorrendo no organismo. Essas reações visam, primariamente, ao aproveitamento de nutrientes para satisfazer as exigências fundamentais das células (SIMÕES e GUERRA, 2004). Nas plantas, há três grandes grupos de metabólitos especiais: terpenos, compostos fenólicos e alcalóides. A Figura 3 mostra as principais rotas do metabolismo secundário. Os terpenos são derivados do isopreno, produzidos a partir do ácido mevalônico ou do piruvato e 3-fosfoglicerato. Os compostos fenólicos são derivados do ácido chiquímico ou do ácido mevalônico. Já os alcalóides são derivados de aminoácidos, tais como os aminoácidos aromáticos (triptofano, tirosina), derivados do ácido chiquímico, ou podem ter sua biossíntese mediada por aminoácidos alifáticos (TAIZ e ZEIGER, 2004).

Os óleos essenciais variam desde hidrocarbonetos terpênicos, álcoois simples e terpênicos, aldeídos, cetonas, fenóis, ésteres, éteres, óxidos, peróxidos, furanos, ácidos orgânicos, lactonas, cumarinas, e até compostos com enxofre. A maior parte dos óleos essenciais é constituída de terpenóides, derivados de unidades de isopreno, enquanto a minoria é de fenilpropanóides, formados a partir do ácido chiquímico (SIMÕES et al., 2004).

Segundo BUSATO et al (2014) a International Standard Organization (ISO 9235:1997) os óleos essenciais são produtos obtidos de partes de plantas através de destilação por arraste a vapor, bem como os produtos obtidos por processamento mecânico dos pericarpos dos frutos cítricos. As principais características de um óleo

essencial são sua fragrância e suas atividades antimicrobianas e antioxidantes, portanto, é largamente utilizado em indústrias de perfume, indústrias farmacêuticas, indústrias de cosméticos, dentre outras (SILVEIRA et al., 2012).

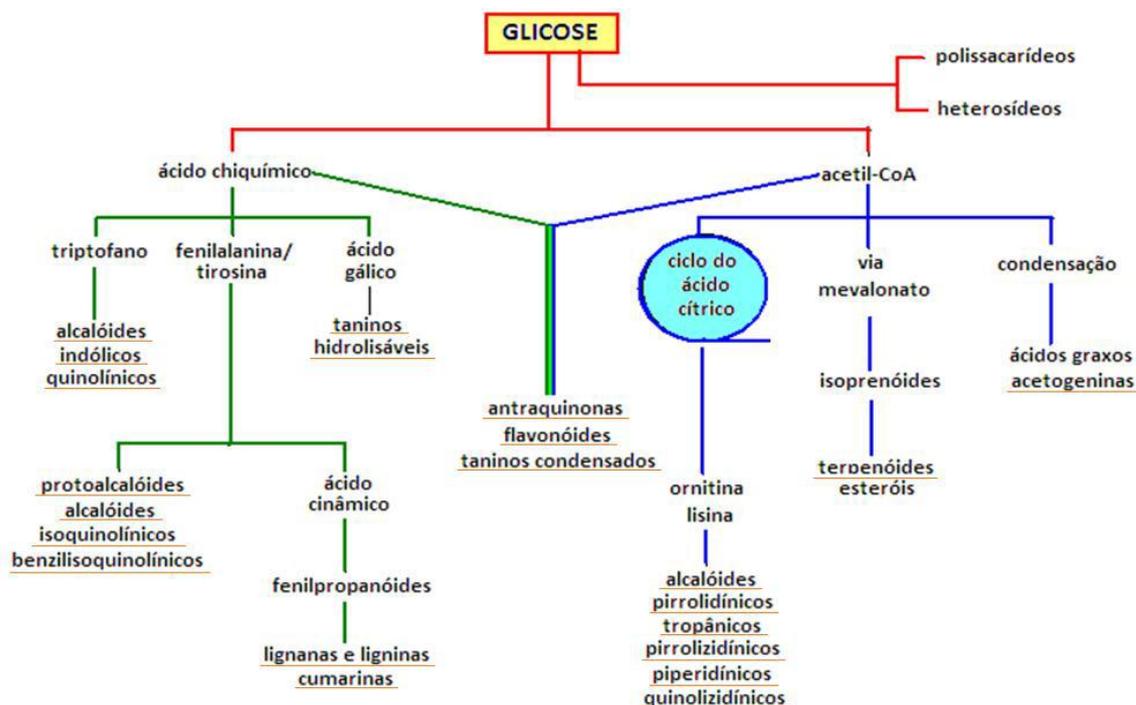


Figura 3: Principais rotas do metabolismo secundário.

Fonte: SIMÕES, 2001.

Os teores e a composição química dos constituintes voláteis presentes nas plantas medicinais e aromáticas depende de vários fatores, como solo, clima, método e tempo de extração e até mesmo o processamento pós-colheita que é dado ao material vegetal. Em relação ao processamento pós-colheita, o que mais interfere no teor desse princípio ativo é a secagem (CORRÊA et al., 2006).

1.4. Secagem de plantas produtoras de óleos essenciais

A secagem diminui a velocidade de deterioração do material, por meio da redução no teor de água, reduzindo a ação das enzimas, possibilitando a conservação das plantas por maior tempo. Com a redução da quantidade de água, aumenta-se, também, a quantidade de princípios ativos em relação à massa seca (SILVA e CASALI, 2000). A secagem de plantas medicinais pode ser realizada de forma natural ou

artificial. A secagem natural pode ser feita à sombra ou sob o sol. Mas para muitas plantas medicinais e aromáticas a secagem ao sol é totalmente desaconselhada, visto que o processo de foto decomposição ocorre intensamente, degradando os componentes químicos e ocasionando alterações de odor, cor e sabor (MARTINS et al., 2003).

De acordo CÔRREA et al. (2004) o processo de secagem permite a conservação das plantas, mantendo sua qualidade física e química por mais tempo. No caso de plantas produtoras de óleo essencial, a secagem deve ser criteriosa em razão da volatilidade dos óleos essenciais. Por isso, a definição de metodologias de secagem mais apropriadas para cada espécie é necessária, visando assegurar os teores de substâncias ativas.

Assim, estudos específicos relacionados à influência das práticas agronômicas na qualidade final das plantas medicinais, aromáticas e condimentares têm sido cada vez mais imprescindíveis para o estabelecimento de boas práticas nos sistemas produtivos destas espécies vegetais, de modo que propiciem a produção abundante e homogênea de matéria-prima de qualidade (IKUTA, 1993).

1.5 Atividade antioxidante

Os antioxidantes são compostos que funcionam como bloqueadores dos processos óxido-redutores desencadeados pelos radicais livres. Frequentemente, o termo “antioxidante” é implicitamente restrito aos compostos inibidores da lipoperoxidação. Entretanto, podem ser definidos mais amplamente como substâncias que, quando presentes em baixas concentrações (comparadas a outras que oxidam um substrato), previnem significativamente sua oxidação (HALLIWEL e GUTTERIDGE, 2000).

Diferentes metodologias têm sido desenvolvidas para obter uma medição, seja qualitativa ou quantitativa, da capacidade antioxidante de diversos compostos, tanto em teste *in vitro* quanto testes *in vivo* utilizando culturas celulares. Dentre os teste *in vitro* existentes, a capacidade de varredura do radical DPPH (1,1-difenil 2-picrilhidrazil) vem sendo cada vez mais utilizada (SPADA et al., 2008; DANI et al.2009; SCOLA et al., 2010). O DPPH é um radical livre estável que pode ser reduzido por um antioxidante, resultando na perda de coloração que é determinada em 517 nm (YAMAGUCHI et al., 1998; ESPIN et al., 2000; FUKUMOTO e MAZZA, 2000)

Em muitos estudos têm sido demonstrado o potencial dos óleos essenciais como antioxidantes de origem vegetal. VARDAR-ÜNLÜ et al. (2003) demonstraram a

atividade antioxidante do óleo essencial de *Thymus pectinatus*. EBRAHIMABADI et al. (2010) demonstraram a atividade antioxidante do óleo essencial de *Stachys inflata* e dos constituintes majoritários linalol e α -terpineol.

MORAIS et al. (2006) encontraram para os óleos essenciais de algumas espécies de *Croton* do nordeste do Brasil atividades maiores que dos antioxidantes BHT e α -tocoferol. No trabalho realizado por EMINAGAOGLU et al. (2007), os óleos essenciais de *Satureja spicigera* C. Koch Boiss e *Satureja cuneifolia* Tem demonstrou atividades antioxidantes maiores que aquelas apresentadas pelos compostos antioxidantes BHT e ácido ascórbico, reafirmando que plantas produtoras de metabólitos especiais apresentam propriedades antioxidantes no retardamento dos processos de peroxidação lipídica em alimentos e na neutralização de radicais livres.

OBJETIVO

Analisar o efeito do tempo de hidrodestilação e da secagem natural e artificial das folhas de *C. adamantium* sobre o teor e composição química do óleo essencial e avaliar a atividade antioxidante do óleo essencial.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

BUSATO, N. V.; et al. Estratégias de modelagem da extração de óleos essenciais por hidrodestilação e destilação a vapor. **Ciência Rural**, Santa Maria, 2014. v.44, n.9, p.1574-1582. Disponível em: <<http://bit.ly/1M3xvvk>>. Acesso em: 09 de fev. 2015. Doi:10.1590/0103-8478cr20121330.

CERQUEIRA, M.D; MARQUES, E.J; MARTINS, D; ROQUE, N.F; CRUZ, F.G; GUEDES, M.L.S. Variação sazonal da composição do óleo essencial de *Myrcia salzmannii* Berg. (Myrtaceae). **Química Nova**, 2009. 32: 1544-8. Disponível em: <<http://bit.ly/1N771Gd>>. Acesso em 25 de jan. 2015. Doi: 10.1590/S0100-40422009000600035.

CONCEIÇÃO, G.M; ARAGÃO, J.G. Diversidade e importância econômica das Myrtaceae do Cerrado, Parque Estadual do Mirador, Maranhão. **Scientia Plena**, 2010. v.6. n.7. Disponível em: <<http://bit.ly/1IgZTG1>>. Acesso em: 13 de fev. 2015.

CORRÊA Jr., C. et al. **Cultivo agroecológico de plantas medicinais, aromáticas e condimentares**. Brasília: Ministério do Desenvolvimento Agrário, 2006. Disponível em: <<http://bit.ly/1M93MRt>>. Acesso em: 22 de jan. 2015.

CORRÊA, R. M.; et al. Rendimento de óleo essencial e caracterização organoléptica de folhas de assa-peixe submetidas a diferentes métodos de secagem. **Ciência e agrotecnologia**, Lavras, mar./abr., 2004. v. 28, n. 2, p. 339-344. Disponível em: <<http://bit.ly/1SL8ALu>>. Acesso em: 26 de jan. 2015.

COUTINHO, I.D. **Estudo químico e atividades biológicas de *Campomanesia adamantium* (Cambess.) O. Berg (Myrtaceae)**. Campo Grande, 2008. 159p. Dissertação (mestrado em Química), Programa de Pós-graduação em Química, Universidade Federal de Mato Grosso do Sul.

COUTINHO, I.D.; et al. Identification of the volatile compounds of leaves and flowers in Guavira (*Campomanesia adamantium* O. Berg). **Journal Essential Oil Research**, 20: 405-407. Disponível em: <<http://bit.ly/1eQ76lG>>. Acesso em 7 de jun. 2015. Doi: 10.1080/10412905.2008.9700041.

CRUZ, A.V.M.; KAPLAN, M.A.C. Uso medicinal de espécies das famílias Myrtaceae e Melastomataceae no Brasil. **Floresta e Ambiente**, 2004. v.11, n.1, p.47-52. Disponível em: <<http://bit.ly/1M8XgdA>>. Acesso em: 15 de fev. 2015.

DANI. C.; et al. Antioxidant activity and phenolic and mineral content f rose grape juice. **Journal of Medicinal Food**, 2009. 12(1): 188-192. Disponível em: <<http://bit.ly/1IJVAEI>>. Acesso em: 18 de mar. 2015. Doi: 10.1089/jmf.2008.0090.

EBRAHIMABADI, A. et al. Composition and antioxidant and antimicrobial activity of the essential oil and extracts of *Stachys inflata* Benth from Iran. **Food Chemistry**, 2010.

v.119, n.2, p.452-8. Disponível em: <<http://bit.ly/1K1XL2V>>. Acesso em: 28 de mai. 2015. Doi: 10.1016/j.foodchem.2009.06.037.

EMINAGAOGLU, O. et al. The in vitro antioxidant properties of the essential oils and methanol extracts of *Satureja spicigera* (K. Koch) Boiss and *Satureja cuneifolia* ten. **Food Chemistry**, 2007. v. 100, p. 339-343. Doi: 10.1016/j.foodchem.2005.09.054.

ESPIN. J. C.; et al. Characterization of the total free scavenger capacity of vegetable and oil fraction using 2,2 diphenyl-1-picrylhydrazil radical. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**. 2000. 48, 648-656. Disponível em: <<http://bit.ly/1SZzTln>>. Acesso em: 14 de mai. 2015. Doi: 10.1021/jf9908188.

FUKUMOTO, L. R.; MAZZA, G. Assessing antioxidant and prooxidant activities of phenolic compounds. **Journal of agricultural and Food Chemistry**, 2000. 48 (8): 3597-3604. Disponível em: <<http://bit.ly/1HnP80P>>. Acesso em 15 de jan. 2015. Doi: 10.1021/jf000220w.

GOGOSZ, A.M; et al. Morfoanatomia da plântula de *Campomanesia Xanthocarpa* O. Berg. (Myrtaceae). **Acta Botanica Brasilica**, jul/set. 2010. v 24 n3. Disponível em: <<http://bit.ly/1KNKTU1>>. Acesso em: 19 de mar. 2015. Doi: 10.1590/S0102-33062010000300003.

GOVAERTS, R.; et al. World Check-List of Myrtaceae. **Facilitado pelo Royal Botanic Gardens**, Kew. Publicado na internet. Disponível em: <<http://apps.kew.org/wcsp/>>. Acesso em: 28 de mar. 2015.

HALLIWELL. B.; GUTTERIDGE, J. M. Free radicals in Biology and Medicine. 2000. 3 ed. Charendon: Oxford.

IKUTA, A. R. Y. **Estudos sobre a propagação de marcela, *Achyrocline satureioides* (Lam.) D. C., Compositae**. 1993. 207p. Dissertação (Mestrado em Agronomia) – Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre.

JORGE, L.I.F; et al. Anatomia foliar de Pedra-Hume – CAA (*Myrcia sphaerocarpa*, *Myrcia guianensis*, *Eugenia puniceifolia* – Myrtaceae. **Revista Acta Amazônica**, 2000. v.30, n.1, p.49-57. Disponível em: <<http://bit.ly/1HnDAuo>>. Acesso em: 14 de mai. 2015.

JUDD, W. S.; et al. **Sistemática vegetal: Um enfoque filogenético**. Porto Alegre – RS. Editora Artmed. 3ª edição. LANDRUM, L. R. &, 2009.

KUHLMANN, M. **Frutos e Sementes do Cerrado Atrativos para a Fauna. Rede de Sementes do Cerrado**. Campus da UnB, Brasília, 2012.360p.

LORENZI, H.; et al. **Frutas brasileiras e exóticas cultivadas (de consumo *in natura*)**. São Paulo: Plantarum, 2006. 640p.

MARTINS, E. R.; et al. **Plantas medicinais**. Viçosa, MG: UFV, 2003. 220 p.

MENEZES, Jr . L.; et al. *Avaliação da atividade antiinflamatória de óleos essenciais de espécies de Myrtaceae e Compositae*. III Jornada Paulista de Plantas Medicinais, 1997. CPQBA-UNICAMP. Campinas, Brasil.

MORAIS, S. M. *et al*. Atividade antioxidante de oleos essenciais de especies de *Croton* do nordeste do Brasil. **Quimica Nova**, 2006. v. 29, n. 5, p. 907-910. Disponível em: <<http://bit.ly/1KNVUEE>>. Acesso em: 13 de jan. 2015. Doi: 10.1590/S0100-40422006000500004.

OLIVEIRA, M.I.U. O gênero *Campomanesia* Ruiz & Pavón (Myrtaceae) para o estado da Bahia. 2009. 158p . Dissertação (Mestrado em botânica) Programa de pós-graduação da Universidade Estadual de Fera de Santana.

PIVA, M. G. **O caminho das plantas medicinais: estudo etnobotânico**. Rio de Janeiro: Mondiran, 2002. 320p.

SALVADOR, J. P.; et al. **Avaliação da Atividade Antioxidante e Fotoprotetora do extrato etanólico de *Campomanesia adamantium* (Cambess.) O. Berg**. 2015. 69p.

Dissertação (mestrado em Biotecnologia) Programa de pós graduação em Biotecnologia da Universidade Católica Dom Bosco.

SANTOS, M.S; et al. Polissacarídeos Extraídos da Gabiroba (*C. xanthocarpa* Berg): Propriedades Químicas e Perfil Reológico. **Polímeros**, 2010. v. 20, n. especial, p. 352-358. Disponível em: <<http://bit.ly/1g4lgkm>>. Acesso em: 24 de mai. 2015. Doi: 10.1590/S0104-14282010005000056.

SCOLA, G.; et al. Flavan-3-ol compounds from wine wastes with *in vitro* and *in vivo* antioxidant activity. *Nutrients*. 2: 1048-1059. Disponível em: <<http://bit.ly/1gHh231>>. Acesso em: 24 de abr. 2015. Doi: 10.3390/nu2101048.

SILVA, F.; CASALI, V.W.D. **Plantas medicinais e aromáticas: pós-colheita e óleos essenciais**. Viçosa: Arte e Livros, 2000. 135p.

SILVEIRA, J.C. et al. Levantamento e análise de métodos de extração de óleos essenciais. **Enciclopédia Biosfera**, 2012. v.8, n.15, p.2038-2052. Disponível em: <<http://bit.ly/1VZ0kvT>>. Acesso em: 2 de mai. 2015.

SIMÕES, C. M.; et al. **Farmacognosia: da planta ao medicamento**. 5º Ed. Porto Alegre – Florianópolis, 2001. Editora da Universidade UFRGS – Editora da UFSC.

SIMÕES, C.M.O.; et al. **Farmacognosia - da planta ao medicamento**. 5ª Ed. 2004. Porto Alegre/Florianópolis: Editora da UFSC.

SIMÕES, C.M.O; GUERRA, M.P. **Farmacognosia: da planta ao medicamento**. 5º ed. Editora da UFSC, Florianópolis, 2004. 1102p.

SPADA, P.W.D.S.; et al. Antioxidant, mutagenic, and antimutagenic activity of frozen fruits. **Journal of Medicinal Food**, 2008. 11(1): 144-51. Disponível em: <<http://bit.ly/1HnRixA>>. Acesso em: 25 de fev. 2015. Doi: 10.1089/jmf.2007.598.

TAIZ, L.; ZEIGER, E. **Fisiologia vegetal**. 3 ed., Artmed, Porto Alegre, 2004. 719p.

VALLILO, M.I.; et al. Composição química dos frutos de *Campomanesia adamantium* (Cambessédes) O. Berg. **Food Science and Technology**, 2006b. 26: 805-810. Disponível em: <<http://bit.ly/1VN6EXo>>. Acesso em: 21 de mai. 2015. Doi: 10.1590/S0101-20612006000400015.

VALLILO, M.I.; et al. Identificação de terpenos no óleo essencial dos frutos de *Campomanesia adamantium* (Cambessédes) O. Berg- Myrtaceae. **Revista do Instituto Florestal**, 2006a 18: 15-22. Disponível em: < <http://bit.ly/1CHjY9E>>. Acesso de 4 de jun. 2015.

VARDAR-ÜNLÜ, G. et al. Antimicrobial and antioxidant activity of the essential oil and methanol extracts of *Thymus pectinatus* Fisch. et Mey. Var. *pectinatus* (Lamiaceae). **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, 2003.v.51, n.1, p.63-7. Disponível em: <<http://pubs.acs.org/doi/pdf/10.1021/jf025753e>>. Acesso em 13 de mai. 2015. Doi: 10.1021/jf025753e.

VIEIRA, R. F.; et al. **Frutas Nativas da Região Centro-Oeste do Brasil**. Brasília: Embrapa Recursos Genéticos e Biotecnologia, 2006. 320p.

WILSON, P. G.; E et al. Relationships within Myrtaceae sensu lato based on amatK phylogeny. **American Journal of Botany**, 2013-2025. 88(11). Disponível em: <<http://bit.ly/1Ihw6gp> >. Acesso em: 20 de fev. 2015. Doi: 10.1007/s00606-004-0162-y.

YAMAGUCHO, T.; et al. HPLC method for evaluatin of the free radical-scavenging activity of foos by using 1,1-diphenyl-2-pecrylhydrazil. **Bioscience, Biotechnology, and Biochemistry**, 1998. 62: 1201-1204. Disponível em: <<http://bit.ly/1Ihoiew>>. Acesso em 18 de fev. 2105. Doi: 10.1271/bbb.62.1201.

CAPÍTULO I

Teor e composição química do óleo essencial de *Campomanesia adamantium* (Cambess.) O. Berg extraído das folhas submetidas a diferentes tempos de hidrodestilação.

RESUMO

A *Campomanesia adamantium* é uma espécie frutífera nativa do Cerrado que se destaca pela utilização na alimentação, medicinal e como pasto apícola. A composição química dos óleos essenciais obtidos de plantas de uma mesma espécie pode sofrer variação nas proporções de seus constituintes por influência de fatores extrativos, ambientais, genéticos e ontogenéticos. Neste sentido, o presente trabalho teve como objetivo identificar a influencia do tempo de hidrodestilação sobre o teor e a composição química do óleo essencial das folhas de *C. adamantium*. Os tratamentos constituíram-se de cinco tempos de extração (1, 2, 3, 4 e 5 horas) utilizando clevenger com cinco repetições, sendo o delineamento inteiramente casualizado. Foi observado que após duas horas de hidrodestilação o teor de óleo essencial permaneceu constante. Em relação aos constituintes químicos do óleo essencial ocorreu variação das proporções dos compostos em todos os tempos de hidrodestilação testados, os compostos sesquiterpenos oxigenados espatulenol e óxido cariofileno foram majoritários nos cinco tempos de hidrodestilação.

Palavras-chave: Óleo essencial, tempo de hidrodestilação, *Campomanesia adamantium*.

CHAPTER I

Content and essential oil chemical composition *Campomanesia adamantium* (Cambess.) O.Berg extracted from the leaves submitted to different times of hydrodistillation.

ABSTRACT

The *Campomanesia adamantium* is a native fruit species from the Cerrado which stands out for use in food, medicinal and as bee pasture. The chemical composition of the essential oils obtained from plants of the same species may suffer variation in the proportions of its constituents under the influence of extractive factors, environmental, genetic and ontogenetic. In this sense, this study aimed to identify the influence of hydrodistillation time on content and chemical composition of the essential oil from the leaves of *C. adamantium*. The treatments consisted of five extraction times (1, 2, 3, 4 and 5 hours) using Clevenger with five replications in a completely randomized design. It was observed that after two hours of hydrodistillation essential oil content remained constant. Regarding the chemical constituents of essential oil was variation in the proportions of the compounds tested at all times hydrodistillation, the compounds oxygenated sesquiterpenes spathulenol and caryophyllene oxide were majority hydrodistillation of the five times.

Keywords: Essential oil, hydrodistillation time, special metabolites.

1. INTRODUÇÃO

Campomanesia adamantium conhecida popularmente por gabiroba ou guabiroba, é uma espécie frutífera nativa do cerrado. É um arbusto decíduo de 0,5 - 1,5 metros de altura, a floração ocorre entre setembro e outubro e a frutificação entre novembro e dezembro (LORENZI et al., 2006). Essa espécie pertence à família *Myrtaceae*, composta por mais de 100 gêneros e 3.600 espécies (DURIGAN, G. et al, 2004). Os frutos são ótimos alimentos, sendo saborosos, suculentos, ácidos e levemente adocicados, e são utilizados “*in natura*”, na indústria de alimentos e como flavorizantes na indústria de bebidas, em licores, sucos, doces e sorvetes. As folhas e frutos de *Campomanesia adamantium* possuem propriedades medicinais, como anti-inflamatória, antidiarreica e antisséptica das vias urinárias, além de utilizadas no tratamento da gripe e regularizando as funções intestinais (PIVA, 2002).

Grande parte dos estudos encontrados na literatura referentes à espécie *C. adamantium* está associada à identificação dos compostos químicos de óleo essencial e extratos das folhas e frutos e também à farmacologia, que investiga espécies vegetais que oferecem grandes avanços no tratamento de doenças, sendo poucos aqueles que relatam os fatores que podem influenciar o teor e composição química do óleo essencial da gabiroba, por exemplo, o trabalho de VALLILO et al. (2006) que analisou a composição química do óleo essencial dos frutos e das folhas, da espécie *C. adamantium*, porém não foi encontrado na literatura trabalhos relacionados ao melhor tempo de hidrodestilação para a espécie.

Segundo a International Standard Organization (ISO) os óleos essenciais são definidos como os produtos obtidos de partes de plantas através de destilação por arraste a vapor d'água, bem como os produtos obtidos por prensagem dos pericarpos de frutos cítricos (BIZZO et al., 2009; ANDRADE, 2013; SANTANA, 2013).

Farmacologia, botânica, microbiologia, fitopatologia, alimentos são algumas áreas em que os óleos essenciais podem ser aplicados. A composição química do óleo essencial de uma planta depende de uma série de parâmetros, tais como condições ambientais, estação de coleta, procedimento de extração, condições de armazenamento das plantas coletadas até a extração, etc (SEVERO et al. 2009).

COUTINHO et al. (2008a) realizaram estudos sobre a *C. adamantium* para determinar os compostos fenólicos e atividade antioxidante das folhas, e o valores

encontrados para compostos fenólicos podem contribuir diretamente à ação antioxidante dos extrato das folhas.

Em outro estudo realizado, determinou-se composição química dos compostos voláteis das folhas e frutos de *C. adamantium* (COUTINHO et al. 2008b). Identificação de terpenos no óleo essencial de frutos de *C. adamantium* (VALLILO et al. 2006, avaliação do potencial citotóxico e atividade antioxidante dos extratos hexânicos (RAMOS et al. 2007). Segundo OLIVEIRA et al. (2012) alguns aspectos influenciam a produção de óleos essenciais, como fatores genéticos e ambientais, e outros influenciam o rendimento, como o método e o tempo de extração, sinalizando a importância de uma avaliação prévia do tempo de extração do óleo essencial para cada espécie, levando em consideração as particularidades da composição química do óleo essencial e dos métodos de extrações utilizados, visando obter a otimização do processo.

Com base nessas informações, o objetivo deste estudo foi avaliar o efeito do tempo de hidrodestilação sobre o teor e composição química do óleo essencial de *C. adamantium*.

2. MATERIAL E MÉTODOS

O experimento foi realizado no Laboratório de Química de Produtos Naturais do Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia Goiano – IF Goiano – Campus Rio Verde.

2.1 Coleta e seleção manual

As folhas de *C. adamantium* foram coletadas de várias plantas na região de Rio Verde nas propriedades da Universidade de Rio Verde, nas coordenadas 17°47'14,8", W 50°57'59,1" e uma altitude de 769 m, entre às 07 e 08 horas da manhã em 10 de outubro de 2014. O material vegetal foi identificado de acordo com o Voucher HJ 6561 no Herbário Jataiense Professor Germano Guarin Neto. Após a coleta às folhas foram levadas ao Laboratório de Química de Produtos Naturais para a extração do óleo essencial.

2.2 Obtenção do óleo essencial

A extração do óleo essencial das folhas *in natura* de gabiroba foi realizada pelo método de hidrodestilação utilizando cleveger. Foram realizadas extrações em 5 tempos: 1, 2, 3, 4 e 5 horas a partir da ebulição, em quintuplicata. Após os diferentes tempos de hidrodestilação o óleo essencial foi extraído da fase aquosa utilizando uma partição com solvente orgânico (diclorometano) com três sucessivas repetições de 10 mL, ficando em repouso por 10 minutos em cada repetição para garantir a separação das fases. Foi utilizado o sulfato de sódio anidro para retirar os resquícios de água da mistura obtida óleo essencial/diclorometano, que, posteriormente foi filtrado. Após a completa evaporação do diclorometano, o óleo essencial obtido teve a sua massa aferida em balança analítica e foi armazenado a temperatura de -4°C até o momento da análise em CG-EM.

2.3 Análise química do óleo essencial

As análises químicas foram realizadas no Departamento de Química da Universidade Federal de São Carlos, São Carlos – SP, Brasil, utilizando-se um cromatógrafo gasoso acoplado a espectrômetro de massa (GC for MASS SPECTROMETER – TQ8030) da Shimadzu. O instrumento foi operado sob as seguintes condições: coluna capilar, modelo DB-5 (30,0 m x 0,25 mm x 0,25 µm) foi utilizada com as seguintes características operacionais: injetor a 220 °C, detector a 240 °C, injeção split (1/20), volume de injeção 1 µL de solução, rampa 60 °C em 300 °C, 3 °C/min. Os constituintes químicos dos óleos essenciais foram identificados através da comparação dos seus espectros de massa com banco de dados (11 lib. Nist) do equipamento e, também, pela comparação dos índices de retenção com a literatura (ADAMS, 2007). Os índices de retenção (IR) foram determinados utilizando uma curva de calibração de uma série de padrões de *n*-alcanos (C10-C29), injetados nas mesmas condições cromatográficas das amostras.

2.4 Análise estatística

O delineamento experimental foi inteiramente casualizado (DIC), testando cinco tempos de hidrodestilação (1, 2, 3, 4, 5 horas), com cinco repetições. Os resultados foram analisados estatisticamente por meio da análise de variância ($F < 0,05$) e as médias comparadas pelo teste de Tukey a 5% de significância usando programa ASSISTAT versão 7.7 beta.

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Na avaliação da influência do tempo de hidrodestilação sobre o teor e composição química do óleo essencial das folhas de *C. adamantium* foram realizadas várias extrações em tempos distintos, no intuito de obter informações sobre o comportamento desta espécie coletada em época e local determinado em relação ao tempo de hidrodestilação.

A Figura 1 mostra o teor do óleo essencial das folhas de *C. adamantium* em relação ao tempo de hidrodestilação.

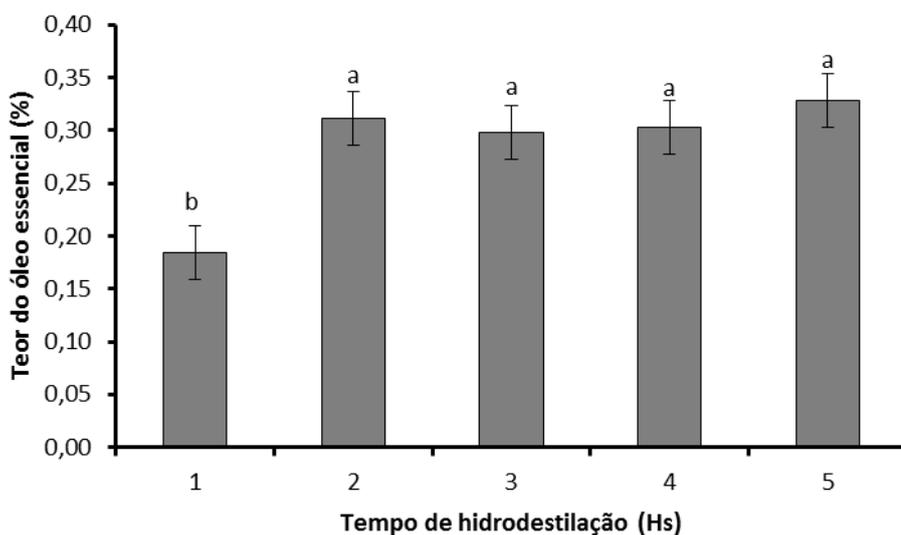


Figura 1. Teores de óleo essencial de 100g de folhas frescas de *C. adamantium* obtidos com diferentes tempos de hidrodestilação. CV = 19,07

É possível observar que com uma 1 hora (60 minutos) de extração o teor de óleo essencial foi de 0,18%, o qual diferiu estatisticamente dos demais tempos de hidrodestilação, sendo a menor quantidade extraída. Com 2 horas (120 minutos),

obteve-se um teor de 0,31% e a partir deste tempo de hidrodestilação a quantidade de óleo essencial não diferiu estatisticamente: 3h (0,29%), 4h (0,30%), 5h (0,32%). Resultados semelhantes foram encontrados por OLIVEIRA et al. (2012) que, após 60 min de hidrodestilação em aparelho clewenger obteve-se um teor de óleo essencial de menta de 0,5 mL e com estabilização do volume extraído.

O tempo de hidrodestilação no qual foi obtido o maior teor de óleo essencial das folhas de *Campomanesia adamantium* ficou próximo dos resultados encontrados por EHLERT et al. (2006) para outras espécies medicinais: 130 minutos de extração para *Cymbopogon citratus*, 150 minutos para as espécies *Cymbopogon winterianus*, *Aristolochia sp*, *Hyptis pectinata* e *Hyptis fruticosa*, 160 minutos para *Lippia sidoides* e 230 minutos para *Eucalyptus globulus*.

A variação da composição química dos óleos essenciais extraídos das folhas de *C. adamantium* submetidas a diferentes tempos de hidrodestilação é apresentada na Tabela 1.

Tabela 1. Composição química do óleo essencial das folhas de *C. adamantium* submetidas a cinco tempos de hidrodestilação.

Compostos	IR	Tempos de hidrodestilação				
		1	2	3	4	5
Monoterpenos hidrocarbonados (%)						
α -Pinoeno	926	-	0,35	-	-	-
β -Pinoeno	954	0,28	2,30	1,59	0,50	1,08
o-Cimeno	988	0,15	-	0,24	0,06	-
D-Limoneno	991	0,48	-	0,51	0,19	0,51
Monoterpenos oxigenados (%)						
Eucaliptol	994	0,25	-	0,25	0,08	-
Linalol	1053	4,00	4,09	3,16	3,16	1,52
Fenchol	1067	0,22	-	-	0,15	-
L-Pinocarveol	1091	0,10	-	-	-	-
Camphol	1118	0,51	-	0,40	0,30	-
Terpinen-4-ol	1130	0,29	-	0,15	0,18	0,77
α -Terpineol	1144	1,76	1,55	1,42	1,21	-
Mirtenol	1150	0,15	-	-	-	-

Sesquiterpenos hidrocarbonados (%)						
α -Copaeno	1339	1,35	1,02	1,03	1,09	1,46
β -Elemeno	1356	0,37	-	0,98	0,92	0,72
α -Gurjuneno	1374	0,16	-	-	0,18	-
β -Cariofileno	1384	8,92	8,23	5,80	6,01	15,72
Isoledeno	1394	0,20	-	-	0,33	0,26
3,7(11)-Selinadieno	1400	0,05	-	-	-	-
Aromadendreno	1404	2,65	2,67	3,77	3,96	2,17
Humuleno	1419	2,18	1,70	1,47	1,49	2,91
Alloaromadendreno	1427	2,15	2,07	2,37	2,26	1,64
γ -Muuroleno	1443	0,75	-	0,83	0,99	1,14
β -copaeno	1447	1,78	4,52	3,18	1,89	4,89
β -Eudesmeno	1453	0,21	-	0,33	0,18	0,17
Germacreno B	1464	5,19	16,80	18,27	9,30	10,85
α -Muuroleno	1467	0,71	0,68	0,72	0,82	1,23
γ -Cadineno	1481	0,96	0,87	0,92	1,02	1,23
δ -Cadineno	1490	0,94	1,43	1,74	1,42	2,45
Viridifloreno	1504	0,25	-	-	-	-
Guaia-1(10),11-diene	1523	0,07	-	-	0,16	-
Sesquiterpenos oxigenados (%)						
Epiglobulol	1525	0,28	-	-	0,37	0,22
Espatulol	1544	20,66	16,27	15,04	19,27	11,50
Oxido cariofileno	1550	14,42	10,19	10,03	12,37	12,22
Viridiflorol	1557	3,28	3,75	4,17	4,98	3,52
Guaiol	1559	1,23	1,49	1,81	1,99	1,52
Cubedol	1592	0,46	-	-	-	0,37
δ -cadinol	1605	1,70	2,17	-	-	-
α cadinol	1617	2,59	2,84	-	-	-
Monoterpenos		8,19	8,29	7,72	5,83	3,88
Sesquiterpenos		73,51	76,70	72,46	71,00	84,89
Total de compostos		37	16	17	21	20

*IR – Índice de retenção.

As análises químicas permitiram a identificação de trinta e sete constituintes no óleo essencial das folhas de *C. adamantium* para o tempo de 1h. Nos demais tempos de hidrodestilação a quantidade de compostos diminuíram, de acordo com SIMÕES et al. (2007) os óleos essenciais podem apresentar uma baixa estabilidade na presença de luz, calor, ar e umidade, esses fatores podem ter influenciado na quantidade relativa dos compostos.

Segundo STEFANELLO et al. (2010), compostos cuja representação de área seja maior que 8% são considerados compostos majoritários, portanto os constituintes majoritários em ambos os tempos de hidrodestilação (1, 2, 3, 4, 3 e 5 horas) foram os sesquiterpenos oxigenados espatulenol (11,50 a 20,66%) e o óxido cariofileno (10,03 a 14,42%), (apêndice C – figura 1) semelhante ao encontrado por LIMBERGER et al (2001) que, caracterizando quimicamente o óleo essencial das folhas de algumas espécies desse gênero, verificou a predominância dos sesquiterpenos espatulenol (27,7%) (apêndice C – figura 2) e do óxido de β -cariofileno (29,0%) em *C. guazumifolia*; o biciclogermacreno (13,6%), o globulol (10,8%) em *C. rombea* e o {E}-nerolidol (28,8%) em *C. xanthocarpa*.

A maior ocorrência do espatulenol (20,66%) e do óxido cariofileno (14,42%) foi na hidrodestilação de uma hora, que é justificado pela maior volatilidade sobre a hidrodifusão como fator determinante da extração de compostos oxigenados (PRINS et al., 2006) e pelo seu ponto de ebulição (THE MERCK INDEX, 1996).

Variações das proporções relativas também foram constatadas no sesquiterpeno hidrocarbonado germancreno B (apêndice C – figura 3) , que teve maiores ocorrências nos tempos de hidrodestilação de 2, 3, 4 e 5 horas. Outro composto que apresentou variações em suas quantidades relativas foi o sesquiterpeno hidrocarbonado cariofileno, que teve maiores ocorrências nos tempos de hidrodestilação de 1 horas (8,92%), 2 horas (8,23%) e 5 horas (15,72%).

4. CONCLUSÃO

Nas condições em que o experimento foi realizado, conclui-se que o teor e a composição química do óleo essencial extraído das folhas de *C. adamantium* apresentaram diferenças significativas em relação ao tempo de hidrodestilação do material vegetal.

A partir de duas horas de hidrodestilação o teor do óleo essencial estabilizou-se, porém não é possível estabelecer este tempo como o ideal, pois irá depender do objetivo da aplicação do óleo essencial, uma vez que, os constituintes majoritários variaram conforme o tempo de hidrodestilação.

Foram identificados os sesquiterpenos oxigenados espatulenol e o óxido cariofileno como compostos majoritários nos cinco tempos de hidrodestilação. Houve variações das quantidades relativas para os constituintes majoritários espatulenol, óxido cariofileno, germancreno B e cariofileno.

5. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ADAMS, R. P. **Identification of essential oil components by Gas Chromatography/Mass Spectrometry**. Carol Stream: Illinois, 2007, 4v.

ANDRADE, M. A. **Óleos essenciais de *Cinnamodendron dinisii* Schwacke e *Siparuna guianensis* Aublet: composição química, caracterização das estruturas secretoras e avaliação do potencial biológico**. 2013, 227f. Tese (Doutorado em Agroquímica) – Curso de Pós Graduação em Agroquímica, Universidade Federal de Lavras.

BIZZO, H. R.; et al. Óleos essenciais no Brasil: aspectos gerais, desenvolvimento e perspectivas. **Química Nova**, 2009. v. 32, n. 3, p. 588-594. Disponível em: <<http://bit.ly/1fMOCnO>>. Acesso em: 16 jun. 2015. Doi: 10.1590/S0100-40422009000300005.

CHEMSPIDER Search and share. Disponível em: <<http://www.chemspider.com/Chemical-Structure.4444852.html>>. Acesso em: 14 de jun. 2015.

COUTINHO, I. D.; et al. Determination of phenolic compounds and evaluation of antioxidante capacity of *Campomanesia adamantium* leaves. **Eclética Química**. 2008a .v. 33, n. 4, p. 53-60. Disponível em: <<http://bit.ly/1CHgQKO>>. Acesso em: 5 jun. 2015. Doi: 10.1590/S0100-46702008000400007.

COUTINHO, I. D.; et al. Identification of the volatile compounds of leaves and flowers in guavira (*Campomanesia adamantium*). **Journal Essential Oil Research**. 2008b. v. 20, n. 5, p. 405-407.

DURIGAN, G.; et al. **Plantas do cerrado paulista: imagens de uma paisagem ameaçada**. São Paulo: Páginas & Letras, 2004. p 475.

EHLERT, PAD; et. al. Tempo de hidrodestilação na extração de óleo essencial de sete espécies de plantas medicinais. **Revista Brasileira de Plantas Mediciniais** 8: 2006. 79-80. Disponível em: < <http://bit.ly/1Ldcu0y>>. Acesso em 13 de jun. 2015

LIMBERGER, R. P. *et al.* Chemical composition of essential oils from some *Campomanesia* species (Myrtaceae). **Journal Essential Oil Research**, Carol Stream. 2001. v. 13, n. 2, p. 113-115. Doi: 10.1080/10412905.2001.9699630

LORENZI, H.; et al. S. Frutas brasileiras e exóticas cultivadas (de consumo *in natura*). Nova Odessa-SP. **Instituto Plantarum de Estudos da Flora Ltda**, 2006. p. 178-190.

MOREIRA, et al. 2007. Sesquiterpenos e hidrocarbonetos de frutos de *Xylopiá emarginata* (annonaceae). *Revista Brasileira de Farmacognosia*. 2007, 55-58, Jan/Mar. 2007. Disponível em: < <http://www.scielo.br/pdf/rbfar/v17n1/a12v17n1.pdf>>. Acesso em: 20 de agost. 2015.

OLIVEIRA ARMF; et al. Determinação do tempo de hidrodestilação e do horário de colheita no óleo essencial de menta. **Horticultura Brasileira** 30: 2012. 155-159.

Disponível em: <<http://bit.ly/18rnbeB>>. Acesso em: 2 de jun. 2015. Doi: 10.1590/S0102-05362012000100026.

PIVA, M. G. **O caminho das plantas medicinais: estudo etnobotânico**. Rio de Janeiro: Mondirán, 2002. p. 320.

PRINS CL, Lemos GCS, Freitas SP. Efeito do tempo de extração sobre a composição e o rendimento do óleo essencial de alecrim (*Rosmarinus offi cinalis*). **Revista Brasileira de Plantas Mediciniais**, Botucatu. 2006. v. 8, n. 4, p. 92-95. Disponível em: <<http://bit.ly/1I2SO8W>>. Acesso em: 14 de mai. 2015

RAMOS, D. D.; et al. Avaliação do potencial citotóxico e atividade antioxidante em *Campomaneseia adamantium* (Cambess) O. Berg (*Myrtaceae*). **Revista brasileira Biociências**. 2007 v. 5, supl. 2, p. 774-776. Disponível em: < <http://bit.ly/1MaZ6cw>>. Acesso em: 2 jul. 2015.

SANTANA, H. C. D. **Caracterização química do óleo essencial de *Baccharis reticularia* DC. (Asteraceae) em função de diferentes procedências e da sazonalidade no Distrito Federal**, 2013, 84f. Dissertação (Mestrado em Agronomia) – Programa de Pós Graduação em Agronomia, Universidade de Brasília.

SEVERO, J.; *et al.* Avaliação de compostos fenólicos, antocianidinas, vitamina C e capacidade antioxidante em mirtilo armazenado em atmosfera controlada. **Brazilian Journal of Food Technology**, 2009.v. 1, n. 1, p. 65-69. Disponível em: < <http://bit.ly/1THHh77>>. Acesso em: 26 abr. 2015.

SIMÕES, C. M.; *et al.* **Farmacognosia: da planta ao medicamento** 6^a. ed.; 2007. UFRGS: Porto Alegre.

STEFANELLO, M. E. A.; et al. Composição e variação sazonal do óleo essencial de *Myrcia obtecta* (O. Berg) Kiaersk. var. *obtectata*, Myrtaceae. **Revista Brasileira de Farmacognosia**, Curitiba, 2010. v. 20, n. 1, p. 82-86. Disponível em:

<<http://bit.ly/1Lgwsr3>>. Acesso em: 10 jul. 2015. Doi: 10.1590/S0102-695X2010000100017.

THE MERCK INDEX 1996. **An encyclopedia of chemicals, drugs and biologicals**. 12 ed. Rahway.

VALLILO, M. I.; *et al.* Identificação de terpenos no óleo essencial dos frutos de *Campomanesia adamantium* (Cambessédes) O. Berg – Myrtaceae. **Revista do Instituto Florestal**, 2006. v. 18, n. único, p. 15-22. Disponível em: < <http://bit.ly/1CHjY9E>>. Acesso em 4 de jan. 2015.

CAPÍTULO II

Teor e composição química do óleo essencial de folhas de *Campomanesia adamantium* (Cambess.) O. Berg submetidas a diferentes métodos de secagem.

RESUMO

A *Campomanesia adamantium* constitui uma espécie da família Myrtaceae, conhecida por ser uma planta popularmente utilizada, por meio de infusão, como agente antidiarreico, depurativo do fígado, anti-inflamatório, anti-pirético, entre outros. Os óleos essenciais constituintes da categoria de princípios ativos produzidos por vegetais, caracterizados por serem separados por destilação, pelo arraste a vapor. De modo geral, são misturas complexas de substâncias lipofílicas, geralmente odoríferas e líquidas. O objetivo do presente trabalho foi analisar o teor e a composição química do óleo essencial das folhas de *C. adamantium* submetidas a dois métodos de secagem (em estufa com circulação forçada de ar a 40 ° C e à sombra) em diferentes tempos (0, 0,5, 1, 3, 5, 8, 16 dias). O óleo essencial foi extraído por hidrodestilação utilizando Clevenger e os teores obtidos foram analisados pelo Teste de Tukey a 5% de significância. Constatou-se que houve interação entre os tempos de secagem dentro de cada método. Na estufa houve uma redução do teor do óleo essencial nos tratamentos de 1 e 5 dias, já na secagem a sombra ocorreu uma diminuição nos tratamentos de 0,5 e 1 dia de secagem. Em relação à composição química, foram identificados na secagem artificial em estufa e natural à sombra do óleo essencial de *C. adamantium* 35 e 34 compostos respectivamente. Os constituintes espatulenol, cariofileno e germacreno B foram os compostos majoritários presentes no óleo essencial em ambos os métodos e tempos de secagem. A secagem influenciou aumentando a quantidade relativa dos compostos germacreno B e β -copaeno e diminuindo do espatulenol e do óxido cariofileno.

Palavras-chave: Óleo essencial, secagem artificial e natural, hidrodestilação.

CHAPTER II

Essential oil content and chemical composition of leaves *Campomanesia adamantium* (Cambess.) O. Berg submitted to different drying methods.

ABSTRACT

The *Campomanesia adamantium* is a species of family Myrtaceae, known to be a plant widely used, by infusion as antidiarrheal agent, liver cleanser, anti-inflammatory, anti-pyretic, among others. The constituents of the essential oils category of active compounds produced by plants, characterized by being separated by distillation by steam distillation. In general, they are complex mixtures of lipophilic substances, usually odoriferous and liquid. The objective of this study was to analyze the content and chemical composition of the essential oil of *C. adamantium* leaves subjected to two drying methods (in an oven with forced air at 40 ° C in the shade) at different times (0, 0.5, 1, 3, 5, 8, 16 days). The essential oil was extracted by hydrodistillation using Clevenger and the contents were analyzed by Tukey's test at 5% significance level. It was found that there was interaction between the drying times within each method. In the oven there was a reduction of the essential oil content in treatments 1 and 5 days in drying the shadow already occurred a decrease in treatments 0.5 and 1 day of drying. Regarding the chemical composition, were identified in the artificial drying in an oven and natural shade of the essential oil of *C. adamantium* 35 and 34 compounds respectively. The constituents spathulenol, germacrene B and caryophyllene were the main compounds in the essential oil in both methods and drying times. Drying influenced by increasing the relative amount of germacrene compounds B and β -copaene and decreasing spathulenol and caryophyllene oxide.

Keywords: essential oils, artificial and natural drying, hydrodistillation.

1. INTRODUÇÃO

Campomanesia adamantium conhecida popularmente por gabioba ou guabioba, pertence à família Myrtaceae, é uma espécie arbustiva de ramos elípticos com cerca de 1,5 a 3,0 m de altura e copa desorganizada. Ocorrem no Cerrado, do Sul ao Sudeste do Brasil, Argentina, Uruguai e Paraguai (VALLILO et al., 2008).

As folhas de *C. adamantium* são popularmente utilizadas, por meio de infusão, como agente antidiarreico, depurativo do fígado, anti-inflamatório, anti-pirético, antisséptico das vias urinárias e no tratamento da hipertensão, diabetes, hipercolesterolemia e doenças reumáticas (YUNES e CALIXTO, 2001; CAMPOS et al., 2012).

Segundo CÔRREA et al. (2004) a procura por hábitos mais saudáveis atualmente tem levado a população à busca de alimentos e medicamentos naturais. Essa tendência promoveu um aumento progressivo na produção e no consumo de medicamentos fitoterápicos e produtos afins, como plantas destinadas a chás, complementos alimentares e “produtos naturais”, nem sempre produzidos e conservados nas condições apropriadas. Isso tem contribuído conseqüentemente, para um aumento paralelo de problemas com a qualidade das drogas vegetais.

Na maioria dos casos, a secagem deve ser realizada imediatamente após a colheita, minimizando com isso as perdas de substâncias farmacológica e biologicamente ativas que ocorrem devido à degradação enzimática associada à presença de água. Além disso, teores de água elevados favorecem o desenvolvimento de microrganismos, comprometendo a qualidade do produto (SILVA e CASALI, 2000).

MACHADO et al. (2013), avaliando o efeito da secagem natural e artificial da biomassa foliar de *Piper hispidinervum* sobre a composição química do óleo essencial, verificaram que o método e o tempo de secagem da biomassa alterou a composição do óleo essencial

PIMENTEL et al. (2008) ao estudarem a influência da temperatura de secagem sobre o rendimento e a composição química do óleo essencial de *Tanaecium nocturnum*, averiguaram que os dados referentes às matérias-primas frescas mostraram que as folhas apresentaram o maior teor de óleo essencial (1,55%), seguido do caule (1,02%) e raízes (0,63%). Em relação à secagem, constataram-se perdas significativas para todas as

partes da planta. Estas reduções foram de até 91,6% (folhas), 69,6% (caules) e 11,0% (raiz).

MELO et al. (2004) em revisão sobre a influência da secagem na qualidade de plantas medicinais, demonstrou como a temperatura do ar de secagem influencia na qualidade e composição dos princípios ativos presentes nas plantas, além de romper o paradigma de que não se podem empregar temperaturas superiores a 40°C para ar de secagem

Baseado nessas informações o objetivo desse estudo foi avaliar a influência de dois métodos e oito tempos de secagem das folhas do *C. adamantium* sobre o teor e composição química do óleo essencial.

2. MATERIAL E MÉTODOS

2.1 Coleta e identificação do material vegetal

As folhas de *C. adamantium* foram coletadas manualmente na propriedade da Universidade de Rio Verde, nas coordenadas 17°47'14,8", W 50°57'59,1" e uma altitude de 769 m, no período entre sete e oito horas da manhã no dia 06 de janeiro de 2015 e levadas para o laboratório de Química de Produtos Naturais do Instituto Federal Goiano - Campus Rio Verde, em seguida as folhas foram homogeneizadas para serem submetidas a secagem e posteriormente extração do óleo essencial. O material vegetal foi identificado de acordo com o Voucher HJ 6561 no Herbário Jataiense Professor Germano Guarim Neto.

2.2 Secagem das folhas de *Campomanesia adamantium*

As folhas de *C. adamantium* foram submetidas a dois métodos de secagem: secagem artificial a 40 °C em estufa com circulação forçada de ar e a secagem natural à sombra. Foram colocadas 100 g das de folhas em papel craft, sendo três repetições, em seguida colocadas em estufa de circulação forçada de ar a 40°C e à sombra nas bancadas

do laboratório, protegidas do sol e chuva. Os tempos de secagem foram: 0; 0,25; 0,50; 1; 3; 5; 8 e 16 dias, os tempos foram determinados a partir de um teste prévio realizado para verificar quantos dias levam para estabilizar a umidade das folhas, foram extraídos óleo essencial das folhas de *C. adamantium* submetidas aos dois métodos de secagem e em todos os tempos, utilizando o método de hidrodestilação.

2.3 Obtenção do óleo essencial

A extração do óleo essencial das 100 g de folhas em triplicata de *C. adamantium* submetidas a diferentes tempos de secagem à sombra e em estufa foi através do método de hidrodestilação, utilizando aparelho clevenger, durante duas horas a partir da ebulição. O óleo essencial foi extraído da fase aquosa utilizando uma partição com solvente orgânico (diclorometano). Utilizou o sulfato de sódio anidro para retirar os resquícios de água da mistura obtida óleo essencial/diclorometano, que, posteriormente foi filtrado. Após a volatilização do diclorometano, transferiu-se o óleo para um frasco, devidamente pesado, e após a completa evaporação do diclorometano o óleo essencial obtido teve a sua massa aferida em balança analítica e foi armazenado em congelador para posterior análise em CG-EM.

2.4 Análise química do óleo essencial

As análises químicas foram realizadas no Departamento de Química da Universidade Federal de São Carlos, São Carlos – SP, Brasil, utilizando-se um cromatógrafo gasoso acoplado a espectrômetro de massa (GC for MASS SPECTROMETER – TQ8030) da Shimadzu. O instrumento foi operado sob as seguintes condições: coluna capilar, modelo DB-5 (30,0 m x 0,25 mm x 0,25 µm) foi utilizada com as seguintes características operacionais: injetor a 220 °C, detector a 240 °C, injeção split (1/20), volume de injeção 1 µl de solução, rampa 60 °C em 300 °C, 3 °C/min. Os constituintes químicos dos óleos essenciais foram identificados através da comparação dos seus espectros de massa com banco de dados (11 lib. Nist) do equipamento e, também, pela comparação dos índices de retenção com a literatura (ADAMS, 2007). Os índices de retenção (IR) foram determinados utilizando uma curva

de calibração de uma série de padrões de *n*-alcanos (C10-C29), injetados nas mesmas condições cromatográficas das amostras.

2.5 Análise estatística

O delineamento experimental foi inteiramente ao acaso em esquema fatorial (2x8), sendo dois métodos de secagem e oito tempos de secagem, com três repetições. Para a análise dos dados foi utilizada a análise de variância e as médias foram comparadas pelo teste de Tukey a 5% de significância usando programa ASSISTAT versão 7.7 beta.

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

3.1 Teor do óleo essencial

Os teores de óleo essencial em relação à matéria seca foram calculados em cada amostra submetida à extração, utilizando o teor de umidade final (b.s) obtido após a secagem da amostra, gerando assim o valor de massa seca da matéria. Dessa forma, a massa de óleo obtida na extração foi relacionada à matéria seca da amostra. Os resultados obtidos em relação ao teor de óleo essencial provenientes da destilação por arraste a vapor, para cada método e tempo de secagem estudados, são apresentados na Tabela 1.

Tabela 1. Teores médios de óleo essencial (%) das folhas de *C. adamantium* em função de dois métodos e oito tempos de secagem.

	Tempos de secagem (dias)							
	0	0,25	0,5	1	3	5	8	16
Estufa	0,5 aA	0,49 aA	0,49 aA	0,36 aC	0,47 aA	0,37 bBC	0,44 aAB	0,47 aA
Sombra	0,47 aA	0,41 bABC	0,38 bBC	0,35 aC	0,40 bABC	0,44 aAB	0,42 aABC	0,48 aA

*Médias seguidas da mesma letra, minúscula na coluna e maiúscula na linha, não diferem entre si, a 5% de probabilidade pelo teste de Tukey. CV(%) = 7,33.

A análise de variância mostrou o efeito tanto do método como dos tempos de secagem, bem como da interação entre eles, sobre o teor de óleo essencial extraído. Apesar de não diferir estatisticamente o teor do óleo *in natura* da maioria dos tempos de secagem, o maior teor do óleo essencial das folhas de *C. adamantium* foi *in natura* (0,5%), os tempos que diferiram do teor do óleo essencial extraído das folhas submetidas a secagem em estufa foram de o qual foi próximo ao encontrado por ROCHA (2011) que encontrou um teor de óleo essencial de 0,64% das folhas *in natura* da espécie *Campomanesia pubescens*.

Tendo como pressuposto que o trabalho em campo realizado por pequenos produtores seja com as folhas *in natura*, aplicou-se o tempo 0 (*in natura*) como referência para comparação dos métodos e tempos de secagem. O que diferiu estatisticamente no teor de óleo essencial das folhas *in natura*, na secagem em estufa foram os tratamentos de 1 e 5 dias, já na secagem a sombra foram os tratamentos de 0,5 e 1 dia de secagem, notando que, esta diferença foi para um menor teor de óleo essencial. Os demais tempos de secagem dentro de cada método não diferiram entre si. É possível que, durante o processo de secagem, tenha ocorrido síntese de óleo essencial a partir de precursores acumulados nos tecidos vegetais. A síntese e a degradação de substâncias que compõem o óleo essencial são processos bioquímicos dinâmicos que podem ocorrer mesmo após a morte celular (GOTTLIEB e SALATINO, 1987).

Em relação ao teor de óleo essencial, o material vegetal pode ser utilizando *in natura* bem como após a secagem, portanto o produtor pode-se extrair o óleo essencial do material vegetal *in natura* como também até 16º dia de secagem. Neste caso uma das vantagens deste tratamento pós-colheita é que, não há a necessidade de extrair o óleo essencial do material vegetal no dia em que for realizada a coleta, pois o teor do óleo essencial variou pouco durante o processo de secagem.

Nos métodos de secagem das folhas, os tratamentos que diferiram entre si foram 0,25, 0,50 e 3 dias, sendo que o método em estufa apresentou maior teor de óleo essencial, apenas com 5 dias de secagem os métodos diferiram e a secagem à sombra sobressaiu em relação a secagem em estufa, nos demais tempos de secagem os métodos não diferiram entre si. Portanto o melhor método de secagem dependerá do propósito para o qual o material vegetal será utilizado, lembrando que, embora a secagem natural seja um dos processos mais viáveis para a secagem de plantas medicinais para pequenos produtores, por evitar altos investimentos, porém por ser um processo mais lento, pode

facilitar a decomposição da droga vegetal em função da presença de enzimas e proliferação microbiana, já a secagem artificial de produtos naturais possibilita o controle efetivo do processo e não depende das condições climáticas locais. Durante ambos os processos de secagem o material vegetal manteve sua integridade, isto é, não houve proliferação de microrganismos.

No trabalho realizado por SANTOS e INNECCO (2003) onde realizaram a secagem de folhas de erva-cidreira em duas épocas do ano, período seco e chuvoso, e secagem em secador natural com sete períodos de secagem (0, 2, 4, 6, 8, 12 e 16 dias) constataram que, nas duas estações, o rendimento foi crescente até atingir seu máximo aos quatro dias de secagem, obtendo-se $12,6 \text{ mL.kg}^{-1}$ na estação chuvosa e $18,8 \text{ mL.kg}^{-1}$ na estação seca, a partir daí decresceu até o 16º dia, quando os teores de óleo essencial foram os menores obtidos: 4,1 e $14,2 \text{ mL.kg}^{-1}$ nas estações chuvosa e seca, respectivamente.

Segundo NAGAO et al. (2005) o processo natural e forçada de secagem para *Lippia alba* depende das características da planta como por exemplo, se é lenhosa ou herbácea bem como para a finalidade do uso. Para CORREA et al. (2004) em experimento com assa peixe (*Vernonia polyanthes*) a secagem à temperatura ambiente apresentou maior teor de óleo essencial.

ROSADO et al., (2011) ao estudar a influência do processamento da folha e do tipo de secagem sobre o teor de óleo essencial de manjerição (*Ocimum basilicum*) observou que a secagem em estufa apresentou maior teor de óleo essencial em relação ao material vegetal submetido a secagem em desumidificador.

3.2 Composição química do óleo essencial

Nas Tabelas 2 e 3, constam os resultados da análise da composição química do óleo essencial das folhas de *C. adamantium* submetidas à secagem em estufa e à sombra respectivamente, e a diferentes tempos de secagem.

Tabela 2. Composição química do óleo essencial das folhas de *C. adamantium* submetidas a oito tempos de secagem em estufa.

Compostos	IR	Tempos de secagem (dias)
-----------	----	--------------------------

		0,00	0,25	0,50	1,00	3,00	5,00	8,00	16,0
Monoterpenos hidrocarbonados (%)									
α -pineno	926	-	-	-	-	-	-	-	0,66
β -pineno	954	0,05	-	0,10	0,09	-	-	-	0,45
o-cimeno	988	0,13	0,08	0,13	0,12	0,03	-	0,07	0,31
D-limoneno	991	0,56	0,37	0,66	0,65	0,25	0,05	0,34	2,14
Monoterpenos oxigenados (%)									
Eucaliptol	994	0,39	0,09	0,12	0,44	0,04	0,02	0,06	0,28
Linalol	1053	3,00	3,54	4,18	3,29	3,66	2,03	3,50	3,16
Fenchol	1066	1,25	0,84	1,00	1,25	0,96	0,46	1,01	0,97
Camphol	1118	2,16	1,47	1,74	2,07	1,77	1,12	1,90	1,70
Terpinen-4-ol	1130	0,52	0,19	0,38	0,47	0,30	0,16	0,30	0,28
α -Terpineol	1144	4,89	3,13	3,63	4,83	3,49	2,31	3,46	2,96
Mirtenol	1150	0,13	-	-	0,37	-	-	-	-
Sesquiterpenos hidrocarbonados (%)									
δ -elemeno	1298	0,08	-	0,07	-	0,06	0,17	0,07	0,09
α -Copaeno	1339	1,19	0,80	0,77	0,90	0,88	0,89	0,83	0,79
β -Elemeno	1356	0,48	0,48	0,69	0,20	0,62	1,24	0,75	0,84
α -Gurjuneno	1374	0,25	0,18	0,19	0,19	0,18	0,19	0,22	0,26
β -Cariofileno	1384	5,95	6,25	5,14	5,88	4,96	6,86	5,59	6,44
Isoledeno	1394	0,15	-	-	0,14	-	-	-	0,14
Aromadendreno	1404	3,76	2,34	2,52	1,89	2,44	3,14	2,62	2,31
α -guaiano	1409	-	-	0,09	-	0,10	-	-	0,13
Humuleno	1419	1,32	1,39	1,29	1,94	1,29	1,60	1,38	1,41
Alloaromadendreno	1427	2,12	1,82	1,75	2,27	2,00	2,09	1,94	1,77
γ -Muuroleno	1443	0,83	0,64	0,60	0,64	0,68	0,72	0,77	0,60
β -copaeno	1447	4,48	7,89	5,45	1,53	6,20	1,96	4,62	8,82
β -Eudesmeno	1453	0,28	0,23	0,23	0,28	0,28	0,44	0,25	0,29
Germacreno B	1464	18,88	23,66	22,31	21,66	21,17	9,35	18,69	27,23
α -Muuroleno	1467	0,37	0,34	0,33	0,37	0,40	0,57	0,45	0,27
γ -Cadineno	1481	0,95	0,78	0,76	0,82	0,76	1,03	0,83	0,74
δ -Cadineno	1490	1,81	1,56	1,57	1,14	1,51	1,16	1,54	2,15

Guaia-1(10),11-diene	1523	0,23	0,71	0,67	0,56	0,66	0,28	0,32	0,83
Sesquiterpenos oxigenados (%)									
Epiglobulol	1525	0,75	0,18	0,21	0,27	0,17	0,46	0,31	0,21
Espatulol	1544	11,63	10,89	11,78	14,94	13,12	21,76	14,72	7,16
Oxido cariofileno	1550	9,65	8,48	9,12	11,93	8,76	12,28	9,70	7,26
Viridiflorol	1557	2,71	2,60	2,91	2,69	2,69	3,45	2,99	2,38
Guaiol	1559	1,25	1,11	1,23	1,15	1,25	1,34	1,28	1,08
δ -cadinol	1605	1,49	1,67	1,90	1,58	1,82	2,02	1,96	1,80
α cadinol	1617	2,11	2,23	2,51	2,44	2,29	3,11	2,54	2,06
Monoterpenos		13,08	9,71	11,94	13,58	10,50	6,15	10,64	12,91
Sesquiterpenos		72,72	76,23	74,09	75,41	74,29	76,11	74,37	77,06
Total de compostos		34	30	33	33	32	30	31	35

*IR – Índice de retenção.

Tabela 3. Composição química do óleo essencial das folhas de *C. adamantium* submetidas a oito tempos de secagem à sombra.

Compostos	IR	Tempos de secagem (dias)							
		0,00	0,25	0,50	1,00	3,00	5,00	8,00	16,0
Monoterpenos hidrocarbonados (%)									
α -pineno	926	-	-	-	-	-	-	-	1,00
β -pineno	954	0,14	0,15	0,10	0,08	0,04	-	0,18	1,36
o-cimeno	988	0,07	0,16	0,12	0,14	0,09	0,02	0,17	0,28
D-limoneno	991	0,57	0,74	0,50	0,96	0,40	0,18	0,78	2,09
Monoterpenos oxigenados (%)									
Eucaliptol	994	0,33	0,21	0,17	0,48	0,15	0,05	0,17	0,38
Linalol	1053	3,00	4,32	4,81	4,28	4,20	3,83	4,47	4,08
Fenchol	1066	1,25	1,22	1,30	1,30	1,19	1,00	1,27	1,12
Camphol	1118	2,16	2,02	2,23	2,14	2,10	1,88	2,21	1,79
Terpinen-4-ol	1130	0,42	0,42	0,44	0,51	0,43	0,40	0,45	0,44
α -Terpineol	1144	4,84	4,20	4,76	4,94	4,42	3,74	4,23	3,42
Mirtenol	1150	0,20	-	-	0,30	0,08	-	0,11	-
Sesquiterpenos hidrocarbonados (%)									
δ -elemeno	1298	0,10	0,06	0,06	-	-	0,08	0,09	0,05

α -Copaeno	1339	1,19	0,89	0,72	0,54	0,84	0,93	0,85	0,83
β -Elemeno	1356	0,67	0,52	0,52	0,30	0,53	0,92	0,62	0,51
α -Gurjuneno	1374	0,31	0,28	0,23	0,15	0,23	0,20	0,31	0,23
β -Cariofileno	1384	5,95	4,90	4,49	4,86	4,71	4,53	4,55	4,72
Isoledeno	1394	0,19	0,20	0,13	-	-	0,24	0,23	0,17
Aromadendreno	1404	3,76	2,99	2,68	1,95	2,74	3,25	2,90	2,66
α -guaieno	1409	0,12	-	0,12	-	0,12	-	-	-
Humuleno	1419	1,32	1,26	1,17	1,66	1,18	1,25	1,21	1,18
Alloaromadendreno	1427	2,12	1,97	1,73	1,92	1,85	2,22	1,89	1,85
γ -Muuroleno	1443	0,83	0,92	0,78	0,63	0,72	0,91	0,77	0,56
β -copaeno	1447	4,48	5,65	4,57	0,92	5,11	2,33	4,59	8,05
β -Eudesmeno	1453	0,40	0,36	0,34	0,23	0,38	0,41	0,29	0,28
Germacreno B	1464	18,89	19,29	18,26	18,75	19,38	10,79	17,59	27,86
α -Muuroleno	1467	0,53	0,42	0,36	0,43	0,36	0,42	0,38	0,37
γ -Cadineno	1481	0,95	0,82	0,77	0,53	0,81	0,90	0,79	0,69
δ -Cadineno	1490	1,81	1,53	1,53	0,92	1,58	1,12	1,47	2,02
Guaia-1(10),11-diene	1523	0,33	0,33	0,26	0,13	0,32	0,23	0,27	0,64
Sesquiterpenos oxigenados (%)									
Epiglobulol	1525	0,75	0,37	0,78	0,34	0,71	0,43	0,48	0,28
Espatulenol	1544	11,63	12,55	11,35	14,27	11,77	20,64	13,72	6,84
Oxido cariofileno	1550	9,65	8,81	10,24	9,50	9,87	11,34	9,52	7,11
Viridiflorol	1557	2,71	2,73	3,19	2,74	2,96	3,18	2,94	2,44
Guaiol	1559	1,25	1,27	1,47	1,15	1,44	1,40	1,40	1,10
δ -cadinol	1605	1,49	1,64	2,02	1,33	1,77	1,81	1,86	1,61
α cadinol	1617	2,11	2,09	2,66	2,47	2,54	2,64	2,48	1,87
Monoterpenos		12,98	13,44	14,43	15,13	13,10	11,10	14,04	15,96
Sesquiterpenos		73,54	71,85	70,43	65,72	71,92	72,17	71,20	73,92
Total de compostos		35	33	34	32	33	32	34	34

*IR – Índice de retenção.

Foram identificados na secagem artificial em estufa e natural à sombra do óleo essencial de *C. adamantium* 35 e 34 compostos respectivamente, semelhante ao encontrado por VALLILO et al (2006a), que analisaram a composição química dos

frutos de *C. adamantium* e encontrou 40 compostos. O óleo essencial apresentou predominantemente sesquiterpenos, tendo o espatulenol, óxido cariofileno, germacreno B como constituintes majoritários nos dois métodos e em todos os tempos de secagem. Segundo STEFANELLO et al. (2010), compostos cuja representação de área seja maior que 8% são considerados compostos majoritários, portanto os demais constituintes foram considerados minoritários.

Os monoterpenos encontrados no presente estudo, α -pineno, β -pineno, o-cimeno e D-limoneno foram semelhantes ao encontrado por VALLILO et al (2006b), que estudou o óleo essencial dos frutos da *C. adamantium* e identificou os monoterpenos o-cimeno, β -careno e do D-limoneno. De acordo com a literatura, β -pineno geralmente acompanha o α -pineno em menores quantidades nos óleos essenciais. Alguns estudos indicam que o β -pineno, juntamente com α -pineno e outros terpenos, é citotóxico, lipofílico, bactericida, fungicida, inseticida, anticarcinogênico, pesticida, antioxidante e sedativo (MERCIER et al, 2009).

A quantidade relativa do germacreno B sofreu um aumento, quando as folhas foram submetidas à secagem, independente do método empregado (artificial ou natural), o mesmo ocorreu com o β -copaeno que no 16º dia de secagem teve sua proporção relativa maior em relação aos outros tempos de secagem. Por outro lado, o espatulenol e óxido cariofileno apresentaram uma menor ocorrência no 16º dia de secagem, na secagem em estufa apresentaram 7,16 e 7,26 e à sombra 6,84 e 7,11 respectivamente. De acordo com RANDUZ et al (2003), o aumento ou a redução dos compostos pode ser ocasionado por reações de oxidação, redução e rearranjos durante o processo de secagem devida a temperatura ou ao longo do tempo de secagem.

No presente trabalho o espatulenol apresentou aumento até o 5º dia de secagem, semelhante ao encontrado por SILVA et al (2010) que, estudando a influência do processamento pós-colheita e armazenamento sobre a composição química do óleo essencial de carqueja, verificou que ocorreu um aumento do teor de espatulenol no óleo essencial com o armazenamento.

O composto espatulenol apresenta atividade biológica importante com propriedades antibacterianas e moderada atividade citotóxica (LIMBERGER et al., 2004), na literatura é relatado que o óxido de cariofileno possui atividade anticarcinogênica (ZHENG et al., 1992). Segundo SANTOS et al (2012) o

espatulenol e óxido de cariofileno são sesquiterpenos originadas pela mesma rota metabólica, não havendo priorização para formação de um ou outro metabólito.

4. CONCLUSÃO

Ao avaliar o efeito de dois métodos e oito tempos de secagem das folhas de *C. adamantium* sobre o óleo essencial conclui-se que houve interação do efeito dos métodos com os tempos de secagem. Os teores de óleo essencial nos tempos de 1 e 5 dias de secagem em estufa diferiram estatisticamente do teor das folhas *in natura*, já na secagem a sombra foram os tratamentos de 0,5 e 1 dia que diferiram estatisticamente do teor de óleo essencial das folhas *in natura*, os outros tempos não diferiram. Ao analisar os métodos de secagem apenas os tempos 0,25, 0,50, 3 e 5 dias diferiram entre si, os demais foram estatisticamente iguais, porém nos tempos 0,25, 0,50, e 3 dias a secagem em estufa apresentou teores maiores em relação a secagem à sombra.

Pode se concluir que o melhor tempo de secagem dependerá do propósito para o qual o material vegetal será utilizado, portanto pode-se extrair o óleo essencial do material vegetal *in natura* como também até 16º dia de secagem. Como foi observado, não ocorreram grandes diferenças no teor do óleo essencial com os métodos de secagem utilizados.

Foram identificados 35 e 34 compostos no óleo essencial de *C. adamantium* submetidas à secagem em estufa e a sombra respectivamente, sendo o espatulenol, óxido cariofileno e o germacreno B os componentes majoritários em todas as amostras. Os métodos de secagem influenciaram no aumento da quantidade relativa apresentada pelos sesquiterpenos germacreno B e β -copaeno e também na diminuição da quantidade relativa do espatulenol e do óxido cariofileno no 16º dia de secagem.

5. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ADAMS, R. P. Identification of essential oil components by Gas Chromatography/Mass Spectrometry. Carol Stream: Illinois, 4v, 2007.

CAMPOS, R.P; et al. Conservação pós-colheita de guavira (*Campomanesia* sp.). **Revista Brasileira de Fruticultura**. 2012. Jaboticabal, v.34, n.1, p. 41-49. Disponível em: <<http://bit.ly/1GYPXgs>>. Acesso em 26 de jan. 2015. Doi: 10.1590/S0100-29452012000100008.

CORRÊA, R. M. et al. Rendimento de óleo essencial e caracterização organoléptica de folhas de assa-peixe submetidas a diferentes métodos de secagem. **Ciência e agrotecnologia**. Lavras, mar./abr., 2004. v. 28, n. 2, p. 339-344. Disponível em: <<http://bit.ly/1SL8ALu>> Acesso em 30 de mar. 2015. Doi: 10.1590/S1413-70542004000200013.

GOTTLIEB, O.R.; SALATINO, A. Função e evolução de óleos essenciais e de suas estruturas secretoras. **Ciência e Cultura**, 1987. v.39, n.8, p.707-716.

LIMBERGER, R. P.; et al. Óleos voláteis de espécies de *Myrcia* nativas do Rio Grande do Sul. **Química Nova**, 2004. v. 27, N. 6, 916-919. Disponível em: <<http://bit.ly/1D9jY2l>>. Acesso em: 24 de abr. 2015. Doi: 10.1590/S0100-40422004000600015.

MACHADO, M. P. et al. Efeito da secagem natural e artificial da biomassa foliar de *Piper hispidinervum* na composição química do óleo essencial. **Semina: Ciências Agrárias**, Londrina, jan./fev. 2013. v. 34, n. 1, p. 265-270. Disponível em: <<http://bit.ly/1U4aTvO>>. Acesso em: 15 de jun. 2015. Doi: 10.5433/1679-0359.2013v34n1p265

MARTINS, E. R.; et al. **Plantas medicinais**. Viçosa, MG: UFV, 2003. 220 p.

MELO, E.C.; et al. Influência do processo de secagem na qualidade de plantas medicinais – Revisão. **Engenharia na agricultura**, 2004, v. 12, n. 4, p.307-315. Disponível em: <<http://bit.ly/1MUDyPB>>. Acesso em: 1 mar. 2015.

MENCIER, B., et al. The essential oil of turpentine and its major volatile fraction (α - and β -pinenes): a review. *International journal of Occupational Medicine and*

Environmental Health 22, 2009. 331-342. Disponível em: < <http://bit.ly/1FSjwXd>>. Acesso em: 05 de set. 2015. Doi: 10.2478/v10001-009-0032-5.

NAGAO, E.O.; et al. Influência do período de secagem nas estações seca e chuvosa no óleo essencial de *Lippia alba* (Mill) N.E.Br, nas condições do Ceará. **Revista Ciência Agronômica**, 2005. v. 36,v . 1, p. 53-59. Disponível em: < <http://bit.ly/1JRE4Lf>>. Acesso em: 22 de abr. 2015.

PIMENTEL, et al. Influência da temperatura de secagem sobre o rendimento e a composição química do óleo essencial de *Tanaecium nocturnum* (Barb. Rodr.) BUR. & K. SHUM. **Química Nova**, 2008. Vol. 31, N. 3, 523-526. Disponível em: <<http://bit.ly/1I7uwLZ>>. Acesso em 14 jun. 2015. Doi: 10.1590/S0100-40422008000300011.

RADUNZ, L. L.; et al. Influência da temperatura do ar de secagem na quantidade do óleo essencial extraído de guaco (*Mikania glomerata Sprengel*). **Revista Brasileira de Armazenamento**. Viçosa, MG, 2003. v.28, n. 2, p. 41-45. Disponível em: <<http://bit.ly/1LY5KEj>>. Acesso em: 3 de mai. 2015.

ROCHA, E. O. **Avaliação dos constituintes fenólicos e voláteis, atividade antioxidante e antimicrobiana de *Campomanesia pubescens* (DC.) O. Berg (gabioba)**. 2011. 82p. Dissertação (mestrado em Química) Programa de pós graduação do Instituto de Química, da Universidade Federal de Uberlândia.

ROSADO, L. D. S. et al. Influência do processamento da folha e tipo de secagem no teor e composição química do óleo essencial de manjeriço cv. Maria Bonita. **Ciência e Agrotecnologia**, Lavras, mar./abr., 2011. v. 35, n. 2, p. 291-296. Disponível em: <<http://bit.ly/1I9dUn5>>. Acesso em: 29 de abr. 2015. Doi: 10.1590/S1413-70542011000200009.

SANTOS, M. R. A.; INNECCO, R. Influência de períodos de secagem de folhas no óleo essencial de erva-cidreira (quimiotipo limoneno-carvona). **Revista Ciência**

Agrônômica, 2003. v. 34, N. 1, x – y. Disponível em: <<http://bit.ly/1D8WRVB>>. Acesso em: 22 de mai. 2015.

SANTOS, R.F.; et al. Composição química e produtividade dos principais componentes do óleo essencial de *Baccharis dracunculifolia* DC. em função da adubação orgânica. **Revista brasileira de Plantas Mediciniais**, Botucatu, 2012. v. 14, n.esp., p.224-234. Disponível em: <<http://bit.ly/1IrU89V>>. Acesso em 24 de mai. 2015. Doi: 10.1590/S1516-05722012000500017.

SILVA, F., CASALI, I, V.W.D. **Plantas medicinais e aromáticas: pós-colheita e óleos essenciais**. 2000. Viçosa: Arte Livros, 135p.

SILVA, F.G.; et al. Influência do processamento pós-colheita e armazenamento na composição química da droga vegetal e do óleo essencial de carqueja [*Baccharis trimera* (Less.) DC.]. **Revista Brasileira de Plantas Mediciniais**. Botucatu, 2010. v.12, n.4, p.436-442. Disponível em: <<http://bit.ly/1D92p2s>>. Acesso em 8 de abr. 2015. Doi: 10.1590/S1516-05722010000400006.

STEFANELLO, M. E. A.; et al. Composição e variação sazonal do óleo essencial de *Myrcia obtecta* (O. Berg) Kiaersk. var. *obtectata*, Myrtaceae. **Revista Brasileira de Farmacognosia**, Curitiba, 2010. v. 20, n. 1, p. 82-86. Disponível em: <<http://bit.ly/1Lgwsr3>>. Acesso em: 10 jul. 2015. Doi: 10.1590/S0102-695X2010000100017.

VALLILO, M. I.; et al. Composição química dos frutos de *Campomanesia adamantium* (Cambessédes) O.BERG. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, Campinas, out.-dez. 2006a. 26(4): 805-810. Disponível em: <<http://bit.ly/1VN6EXo>>. Acesso em: 11 de mai 2015. Doi: 10.1590/S0101-20612006000400015.

VALLILO, M. I.; et al. Identificação de terpenos no óleo essencial dos frutos de *Campomanesia adamantium* (Cambessédes) O. Berg – Myrtaceae. **Revista do Instituto Florestal**, 2006b. v. 18, n. único, p. 15-22. Disponível em: <<http://bit.ly/1CHjY9E>>. Acesso em 4 de jan. 2015.

VALLILO, M.I.; et al. Composição química dos frutos de *Campomanesia xanthocarpa* Berg-Myrtaceae. **Revista Ciência Tecnologia de Alimentos**. 2008. v. 28 (Supl.), p. 231-237. Disponível em: < <http://bit.ly/1ex13m3> >. Acesso em: 12 de fev. 2015. Doi: 10.1590/S0101-20612008000500035

YUNES, R.A; CALIXTO, J.B. **Plantas medicinais sob a ótica da química medicinal moderna**, 2001. 523p. Santa Catarina: Chapecó-SC: Argos. Argos, Editora Universitária UNOESC.

ZHENG, G. Q.; et al. Sesquiterpenes from clove (*Eugeniaceae*) as potential anticarcinogenic agents. **Journal of Natural Products**, Cincinnati, 1992. v. 55, n. 7, p. 999-1003. Disponível em: < <http://bit.ly/1fHTk5x> >. Acesso em: 26 de mai. 2015. Doi: 10.1021/np50085a029

CAPÍTULO III

Composição química e atividade antioxidante do óleo essencial de folhas de *Campomanesia adamantium* (Cambess.) O. Berg coletada em área do Cerrado.

RESUMO

A espécie *Campomanesia adamantium* (Cambess.) O. Berg originária do Brasil, com grande abundância na região do Cerrado, espécie que pertence à família *Myrtaceae*. O interesse comercial das plantas aromáticas está nos óleos essenciais produzidos, os quais constituem um dos mais importantes grupos de matérias primas para as indústrias alimentícia, farmacêutica, de perfumaria e afins. Poucas são as informações sobre a atividade antioxidante o óleo essencial da *C. adamantium*, portanto o presente trabalho fundamentado nessas informações tem como objetivo estudar a composição química do óleo essencial de *C. adamantium* coletada na região do Cerrado e sua atividade antioxidante. O óleo essencial das folhas de *C. adamantium* foi obtido pelo método de hidrodestilação utilizando Clevenger. A atividade antioxidante foi realizada pela captura de radicais livres com o teste de DPPH. As absorbâncias foram analisadas pelo Teste de Tukey a 5% de significância. Foram identificados 35 compostos, os sesquiterpenos germacreno B e β – cariofileno foram os compostos majoritários. E em relação à atividade antioxidante, houve diferença significativa entre as concentrações de óleo essencial testadas, a concentração de 100% apresentou maior atividade antioxidante. O óleo essencial apresentou atividade sequestradora de radical livre com $EC_{50} = 2.538 \mu\text{g/mL}$, essa concentração é baixa se comparada com antioxidantes comerciais como o ácido ascórbico ($EC_{50} = 2,15 \mu\text{g/mL}$).

Palavras-chave: Óleo essencial, Cerrado, atividade antioxidante.

CHAPTER III

Chemical composition and antioxidant activity of the essential oil of leaves *Campomanesia adamantium* (Cambess.) O. Berg collected in the Cerrado area.

ABSTRACT

The species *Campomanesia adamantium* (Cambess.) O. Berg originating in Brazil, with great abundance in the Cerrado region, species belonging to the Myrtaceae family. The commercial interest of herbs is the essential oils produced, which is one of the most important groups of raw materials for the food, pharmaceutical, perfume and the like. There is little information on the antioxidant activity the essential oil of *C. adamantium*, so this work based on this information aims to study the essential oil chemical composition of *C. adamantium* collected in the Cerrado region and its antioxidant activity. The essential oil from the leaves of *C. adamantium* was obtained by hydrodistillation method using Clevenger. The antioxidant activity was carried out by catching free radicals with the DPPH test. The absorbance were analyzed by the Tukey test at 5% significance level. They identified 35 compounds, germacrene sesquiterpenes B and β - caryophyllene were the major compounds. What about the antioxidant activity, there was a significant difference between the essential oil concentrations tested, the concentration of 100% showed the highest antioxidant activity. The essential oil had free radical scavenging activity with $EC_{50} = 2.538 \mu\text{g/mL}$, this concentration is low compared with commercial antioxidants such as ascorbic acid ($EC_{50} = 21,5 \mu\text{g/mL}$)

Keywords: Essential oil, Cerrado, antioxidant activity.

1. INTRODUÇÃO

A espécie *Campomanesia adamantium* (Cambess.) O. Berg originária do Brasil, com grande abundância na região do Cerrado, espécie que pertence à família *Myrtaceae*. É conhecida popularmente pelos nomes de guavira e guabiroba. As folhas e os frutos são utilizados na medicina popular para desarranjos estomacais e infecções do trato urinário (PIVA, 2002).

De acordo com MORAIS (2009) os metabólitos secundários representam uma interface química entre as plantas e o ambiente. Os estímulos decorrentes do ambiente, no qual a planta se encontra, podem redirecionar a rota metabólica, ocasionando a biossíntese de diferentes compostos. Dentre estes fatores, podem-se ressaltar as interações planta/ microrganismos, planta/ insetos e planta/ planta; idade e estágio de desenvolvimento, fatores abióticos como luminosidade, temperatura, pluviosidade, nutrição, época e horário de coleta, bem como técnicas de colheita e pós - colheita.

Os constituintes majoritários do óleo essencial das folhas de *Campomanesia adamantium* são monoterpenos e sesquiterpenos, dos quais se destacam o (*E*)-nerolidol (28,8 %) e o linalol (17,2 %). Porém, essa composição química pode variar de acordo com a época de coleta, clima e solo (MARTINEZ, et al 2011). Foi evidenciada a atividade antioxidante do extrato de *Campomanesia xanthocarpa* por métodos *in vitro* por meio do mecanismo de neutralização de radicais livres (MARKMAN, 2002). COUTINHO et al. (2008), analisaram a ação antioxidante dos extratos das folhas de *C. adamantium* pelo método do DPPH e os extratos apresentaram atividade antioxidante.

RAMOS et al (2007) ao avaliarem o potencial citotóxico e atividade antioxidante dos extratos hexânicos de *C. adamantium* verificou que a partir do ensaio com DPPH, pôde-se observar que a rutina, padrão utilizado, mostrou um maior percentual de inibição que os extratos hexânicos de *C. adamantium*, nas concentrações usadas no ensaio.

O estudo realizado por COUTINHO et al (2010) para verificar a influência da variação sazonal nos teores de flavonóides e atividade antioxidante dos extratos hexânicos das folhas de *C. adamantium* coletas do município de Bela Vista – MG, concluíram que a alteração na composição química das folhas de *C. adamantium* em diferentes estações do ano pode ter influenciando no aumento ou decréscimo da atividade antioxidante.

Em diversos estudos têm sido evidenciado o potencial dos óleos essenciais como antioxidantes de origem vegetal. VARDAR-ÜNLÜ et al. (2003) demonstraram a atividade antioxidante do óleo essencial de *Thymus pectinatus*. EBRAHIMABADI et al. (2010) demonstraram a atividade antioxidante do óleo essencial de *Stachys inflata* e dos constituintes majoritários linalol e α -terpineol. Poucas são as informações sobre a atividade antioxidante da *C. adamantium*, portanto o presente trabalho fundamentado nessas informações tem como objetivo estudar a composição química do óleo essencial de *C. adamantium* coletada na região do Cerrado e sua atividade antioxidante.

2. MATERIAL E MÉTODOS

2.1 Coleta e identificação do material vegetal

As folhas de *C. adamantium* foram coletadas manualmente no município de Rio Verde, GO, nas coordenadas 17°47'14,8", W 50°57'59,1" e uma altitude de 769 m, no período entre sete e oito horas da manhã dos dias 08 a 12 de janeiro de 2015 e levadas para o laboratório de Química de Produtos Naturais do Instituto Federal Goiano - Campus Rio Verde, em seguida foram submetidas a extração do óleo essencial. O material vegetal foi identificado de acordo com o Voucher HJ 6561 no Herbário Jataiense Professor Germano Guarim Neto.

2.2 Obtenção do óleo essencial

Foi utilizado o método de destilação por arraste com vapor d'água utilizando Clevenger. O tempo de extração foi de aproximadamente 2 h a partir da ebulição. O óleo essencial foi extraído da fase aquosa utilizando uma partição com solvente orgânico (diclorometano) com três sucessivas repetições de 10 mL, ficando em repouso por 10 minutos em cada repetição para garantir a separação das fases. Em seguida a mistura óleo essencial e diclorometano foram secos com sulfato de sódio anidro. Após a volatilização do diclorometano, todas as amostras obtidas nas extrações realizadas entre

os dias 08 a 12 de janeiro, foram reunidas, homogeneizadas e armazenadas a temperatura de -4°C até o momento da análise em CG-EM.

2.3 Análise química do óleo essencial

As análises químicas foram realizadas no Departamento de Química da Universidade Federal de São Carlos, São Carlos – SP, Brasil, utilizando-se um cromatógrafo gasoso acoplado a espectrômetro de massa (GC for MASS SPECTROMETER – TQ8030) da Shimadzu. O instrumento foi operado sob as seguintes condições: coluna capilar, modelo DB-5 (30,0 m x 0,25 mm x 0,25 μm) foi utilizada com as seguintes características operacionais: injetor a 220°C , detector a 240°C , injeção split (1/20), volume de injeção 1 μl de solução, rampa 60°C em 300°C , 3 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$. Os constituintes químicos dos óleos essenciais foram identificados através da comparação dos seus espectros de massa com banco de dados (11 lib. Nist) do equipamento e, também, pela comparação dos índices de retenção com a literatura (ADAMS, 2007). Os índices de retenção (IR) foram determinados utilizando uma curva de calibração de uma série de padrões de *n*-alcanos (C10-C29), injetados nas mesmas condições cromatográficas das amostras.

2.4 Atividade antioxidante pela captura de radicais livres com o teste de DPPH.

A atividade antioxidante foi avaliada através do consumo do radical estável DPPH (2,2-difenil-1-picril-hidrazil) de acordo com a metodologia desenvolvida por RUFINO et al (2007). Foi preparada uma solução em etanol de DPPH na concentração de 60 μM , a qual foi mantida ao abrigo da luz. Paralelamente, foram preparadas soluções etanólicas do óleo essencial nas concentrações de 100%, e a partir desta concentração foi feita a de 50%, posteriormente 25%, 12,5% e 6,25%. As misturas reacionais foram preparadas em tubos de ensaio, adicionando-se 1 mL das soluções das amostras a 3 mL da solução de DPPH em etanol (60 μM). Após 60 minutos da junção das soluções as leituras de absorvância foram realizadas em espectrofotômetro

(AAKER UV- M51) a 515 nm, foi realizada em quintuplicata. Uma curva de calibração da solução de DPPH foi construída utilizando soluções com concentrações de 10 a 60 μM para os cálculos de % da atividade antioxidante. Calculou-se a concentração de óleo essencial necessária para capturar 50% do radical livre DPPH ($\text{EC}_{50} \mu\text{g.mL}^{-1}$) de acordo com a equação 1.

$$y = - ax + b$$

(Eq. 1)

Onde:

y = Absorbância inicial do controle / 2

x = EC_{50}

2.5 Análise estatística

A análise estatística foi realizada pela aplicação do método ANOVA ($F < 0,05$) para o estudo de cinco tratamentos com 5 repetições no delineamento inteiramente casualizado com intuito de constatar se existia diferenças entre os tratamentos. Após a análise as médias foram comparadas pelo teste de Tukey a 5% de significância usando programa ASSISTAT versão 7.7 beta.

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

3.1 Composição química do óleo essencial

Os compostos identificados no óleo essencial das folhas de *C. adamantium*, seus respectivos teores (expressos em % de normalização de áreas) e os índices de retenção estão apresentados na Tabela 1.

Tabela 1. Componentes identificados no óleo essencial das folhas in natura de *C. adamantium* coletada em área do Cerrado.

Compostos	IR	Tempo de retenção (%)
Monoterpenos hidrocarbonados		
α -pineno	926	1,61
β -pineno	954	2,53
o-cimeno	988	0,41
D-limoneno	991	5,38
Monoterpenos oxigenados		
Eucaliptol	994	1,26
Linalol	1053	3,67
Fenchol	1066	0,81
Camphol	1118	1,24
Terpinen-4-ol	1130	0,41
α -Terpineol	1144	2,96
Sesquiterpenos hidrocarbonados		
δ -elemeno	1298	0,07
α -Copaeno	1339	0,74
β -Elemeno	1356	0,41
α -Gurjuneno	1374	0,26
β -Cariofileno	1384	11,31
Isoledeno	1394	0,20
Aromadendreno	1404	2,32
α -guaieno	1409	0,12
Humuleno	1419	1,87
Alloaromadendreno	1427	1,82
γ -Muuroleno	1443	0,61
β -copaeno	1447	5,30
β -Eudesmeno	1453	0,21
Germacreno B	1464	24,62
α -Muuroleno	1467	0,48
γ -Cadineno	1481	0,62
δ -Cadineno	1490	1,90
Guaia-1(10),11-diene	1523	0,18
Sesquiterpenos Oxigenados		
Epiglobulol	1525	0,24
Espatulenol	1544	6,32
Oxido cariofileno	1550	7,19
Viridiflorol	1557	2,23
Guaiol	1559	1,01
δ -cadinol	1605	1,20
α cadinol	1617	1,50
Monoterpenos		20,28
Sesquiterpenos		72,73
Total de compostos		35

*IR – Índice de retenção

Foram identificados 35 compostos que são responsáveis por 93,01% da constituição química do óleo essencial de *C. adamantium*. O monoterpene que apresentou uma maior área relativa foi o D-limoneno (5,38%), o sesquiterpene germacreno B apresentou-se como composto majoritário (24,62%), seguido pelo sesquiterpene β - cariofileno (11,31%), os sesquiterpenos oxigenados que apresentaram maior área foram o espatulenol (6,32) e o óxido cariofileno (7,19). VALLILO et al (2006) que ao avaliarem a composição química dos frutos de *C. adamantium* coletadas no município de Assis – SP, identificaram 40 compostos, sendo os hidrocarbonetos monoterpênicos α -pineno (10,6%), limoneno (10,1%) e β -(z)-ocimeno (9,2%), dos sesquiterpenos se destacam o β -cariofileno (7,04%), o ledeno (5,16%) e o globulol (3,18%). O germacreno B que no presente trabalho demonstrou como composto majoritário no trabalho realizado por VALLILO et al (2006) apresentou área relativa de apenas 0,62%.

De acordo com TAVEIRA et al (2003) a biossíntese dos óleos essenciais é influenciada por fatores climáticos como fotoperíodo, temperatura, umidade, precipitação e intensidade de radiação solar, que podem determinar a época ideal de colheita ou o local de cultivo, onde poderá se obter maior quantidade de óleo essencial e do princípio ativo desejado. O estágio de desenvolvimento da planta também interfere na produção de metabólitos secundários. Portanto as condições ambientais em que foram coletadas as amostras vegetais podem ter influenciado a composição química do óleo essencial das folhas de *C. adamantium*, e explicar a diferença da composição química encontrada por VALLILO et al (2006).

Dados na literatura relatam atividade antiproliferativa em células de adenocarcinoma renal humano e melanoma amelanótico (LOIZZO et al 2008), além de atividades anestésica local (GHELARDINI et al 1999), antibacteriana (SHAFAGHAT et al 2011), antiviral (DUNKIC et al 2011), antinociceptiva (PINHEIRO et al 2011), antiartrítica (AGARWAL 2003) e, principalmente, anti-inflamatória de óleos ou óleo-resinas que contém o β – cariofileno como seu principal componente (KOBAYASHI et al 2011). E o limoneno na sua forma enantiômera (D-limoneno), na terapia de câncer de mama, pâncreas e próstata (CROWELL et al,1996; KAWAMORI et al 1996).

3.2 Atividade antioxidante

O método do DPPH baseia-se no descoramento de uma solução cor violeta de um radical livre estável quando da adição de substâncias que podem ceder um átomo de hidrogênio (MARKMAN et al 2004), ou seja, baseia-se na transferência de elétrons de um composto antioxidante para um oxidante. Tal metodologia utiliza quantidades relativamente elevadas de reagentes, padrões e amostras. Dentre esses, está o DPPH, um reagente de elevado custo. Além disso, apresentam limitações em relação ao número de análises simultâneas passíveis de serem realizadas, devido à necessidade de leitura das absorvâncias após tempo determinado (DUARTE et al 2006).

A curva de calibração de DPPH foi construída no Microsoft Excel a partir das absorvâncias em 515 nm das soluções de DPPH e suas respectivas concentrações. A equação de reta $y = 0,0105x - 0,0065$ e $R^2 = 0,9996$ (APÊNDICE B) obtida foram empregadas para o cálculo de % DPPH.

As atividades antioxidantes estão apresentadas na figura 1. Observou-se a existência da variação da atividade antioxidante dependendo da concentração.

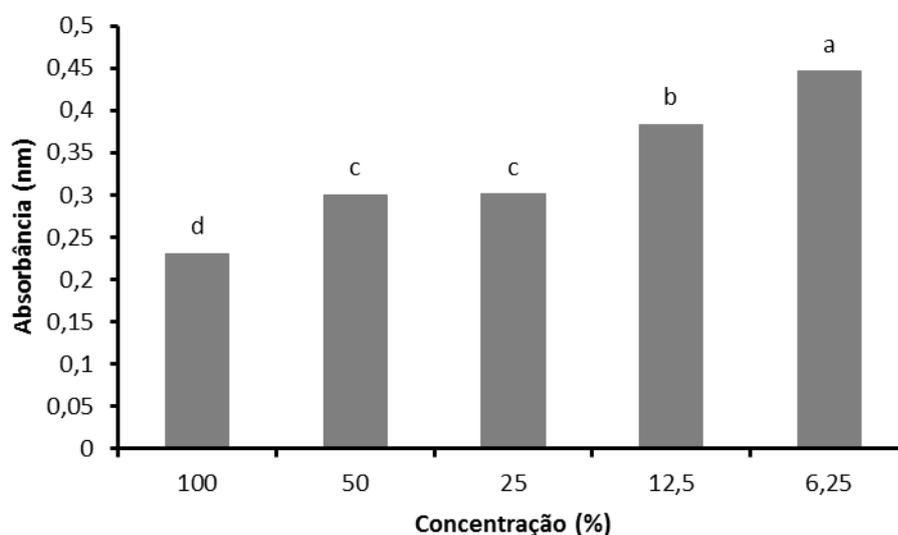


Figura 1. Porcentagem de atividade antioxidante do óleo essencial de folhas de *C. adamantium* coletadas em Cerrado Goiano. CV = 4,32.

Levando-se em consideração a análise estatística dos dados de atividade antioxidante em todas as concentrações testadas, aplicando-se ANOVA e teste de Tukey, verificou-se que houve diferença significativa entre os tratamentos.

Quando se adiciona o antioxidante, é produzida uma diminuição da absorvância. O DPPH é um radical estável e com baixa taxa de deterioração e

reatividade com a maioria dos compostos. Assim sendo, apenas reagentes redutores fortes são capazes de reagir com estes radicais estáveis em um modo estequiométrico. A baixa absorvância indica atividade sequestrante de radicais livres (SANTOS et al, 2007), ou seja, quanto maior a atividade antioxidante menor será a absorvância, portanto o tratamento que apresentou maior atividade antioxidante foi à concentração 100%, conforme foram diminuídas as concentrações de óleo essencial das amostras maiores foi à absorvância e menor foi sua atividade.

O óleo essencial das folhas de *C. adamantium* apresentou atividade sequestradora de radical livre com $EC_{50} = 2.538 \mu\text{g/mL}$ que é a concentração de óleo essencial necessária para causar 50% de atividade antioxidante, essa concentração é alta se comparada com antioxidantes comerciais como o ácido ascórbico ($IC_{50}=2,15 \mu\text{g.mL}^{-1}$) e o BHT ($IC_{50}=5,37 \mu\text{g.mL}^{-1}$). Quanto maior o consumo de DPPH por uma amostra, menor será a sua EC_{50} e maior a sua atividade antioxidante (SOUSA et al, 2007).

O resultado foi diferentes aos reportados por SILVESTRE et al (2010) que ao avaliar o perfil da composição química e atividade antibacteriana e antioxidante do óleo essencial do cravo-da-índia (*Eugenia caryophyllata* Thumb.) encontraram EC_{50} de $1.118,7 \mu\text{g.mL}^{-1}$. Já CANSIAN et al (2010) ao estudar a atividade antimicrobiana e antioxidante do óleo essencial de ho-sho (*Cinnamomum camphora*) encontrou um EC_{50} de $12.942 \mu\text{g.mL}^{-1}$.

Segundo MENSOR et al. (2001) o IC_{50} de $38,91 \mu\text{g.mL}^{-1}$ do extrato vegetal de *Ginkgo biloba* L. qualifica-o como um extrato de alta atividade antioxidante, pois apresenta a mesma magnitude que o EC_{50} de diversas plantas reconhecidamente antioxidantes como a erva-mate (*Ilex paraguariensis* A. St.-Hil.). Isso demonstra que o óleo essencial de *C. adamantium* apresenta uma baixa atividade antioxidante quando comparado com o extrato de *G. biloba*.

4. CONCLUSÃO

O óleo essencial das folhas de *C. adamantium* coletas na região do Cerrado Goiano apresentou como constituintes majoritários os sesquiterpenos germacreno B e β – cariofileno . Na determinação da atividade antioxidante do óleo essencial das folhas de *C. adamantium*, pelo método de DPPH, verificou-se que sua capacidade

sequestradora de radicais livres é baixa quando comparada a um antioxidante de outros óleos essenciais como o cravo-da-índia, a extrato de *G. biloba*, porém pode ser considerada melhor do que o encontrado em outros óleos essenciais como o ho-sho, indicando um potencial uso em produtos alimentícios. A concentração que apresentou maior atividade foi de 100%.

5. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ADAMS, R. P. Identification of essential oil components by Gas Chromatography/Mass Spectrometry. Carol Stream: Illinois, 4v, 2007.

AGARWAL, R. B.; RANGARI V. D. Phytochemical investigation and evaluation of anti-inflammatory and anti-arthritic activities of essential oil of *Strobilanthes ixiocephala* Benth. **Indian journal of experimental biology**. Aug 2003; 41 (8): 890-4. Disponível em: <<http://1.usa.gov/1M8SnkQ>>. Acesso em: 22 de mai. 2015.

CANSIAN, et. al. Atividade antimicrobiana e antioxidante do óleo essencial de ho-sho (*Cinnamomum camphora* Ness e Eberm Var. *Linaloolifera fujita*). **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, abr.-jun. 2010. 30(2): 378-384. Disponível em: <<http://bit.ly/1JXAQWD>>. Acesso em: 14 de jun. 2015. Doi: 10.1590/S0101-20612010000200014.

COUTINHO, I.D; et al. Determination of phenolic compounds and evaluation of antioxidant capacity of *Campomanesia adamantium* leaves. **Eclética química**, 2008. v. 33, n 4. Disponível em: <<http://bit.ly/1LWCjky>>. Acesso em: 4 de fev 2015. Doi: 10.1590/S0100-46702008000400007.

COUTINHO, I. D; et al. Influência da variação sazonal nos teores de flavonóides e atividade antioxidante das folhas de *Campomanesia adamantium* (Cambess.) O. Berg, Myrtaceae. **Revista Brasileira de Farmacognosia**. Jun./Jul. 2010. 20(3): 322-327. Disponível em: <<http://bit.ly/1MBwb1C>>. Acesso em: 20 de mar. 2015. Doi: 10.1590/S0102-695X2010000300006.

CROWELL, P. L.; SIAR AYOUBI, A.; BURKE, Y. D. Antitumorigenic effects of limonene and perillyl alcohol against pancreatic and breast cancer. **Advances in Experimental Medicine and Biology**, New York, v. 401, p. 131-6, 1996. Disponível em: <<http://bit.ly/1DmTWc1>>. Acesso em: 27 de jan. 2015. Doi: 10.1007/978-1-4613-0399-2_10.

DUARTE-ALMEIDA, J.M, et al. Avaliação da atividade antioxidante utilizando sistema β -caroteno-ácido linoleico e método de sequestro de radicais DPPH. **Ciênt. Tecnol. Aliment.** 2006. 26 (2): 446-452. Disponível em: <<http://bit.ly/1M3Aof0>>. Acesso 30 de mai. 2015. Doi: 10.1590/S0101-20612006000200031

DUNKIC, V.; et al. Antiphytoviral activity of essential oil from endemic species *Teucrium arduini*. **Natural product communications**. 2011 Sep; 6 (9): 1385-8. Disponível em: <<http://1.usa.gov/1IJEbfr>>. Acesso em: 11 de mar. 2015.

EBRAHIMABADI, A. et al. Composition and antioxidant and antimicrobial activity of the essential oil and extracts of *Stachys inflata* Benth from Iran. **Food Chemistry**, 2010. v.119, n.2, p.452-458. Disponível em: <<http://bit.ly/1IVAmPg>>. Acesso em: 28 de jun. 2015. Doi: 10.1016/j.foodchem.2009.06.037.

GHELARDINI, C.; et al. Local anaesthetic activity of the essential oil of *Lavandula angustifolia*. **Planta medica**, 1999 Dec; 65 (8): 700-3. Disponível em: <<http://bit.ly/1hhgm4p>>. Acesso em: 08 de mai. 2015. Doi: 10.1055/s-1999-14045.

KAWAMORI, T. et al. Inhibitory effects of *d*-limonene on the development of colonic aberrant crypt foci induced by azoxymethane in F344 rats. **Carcinogenesis**, London, v. 17, n. 2, p. 369-72, Feb. 1996. Disponível em: <<http://bit.ly/1IJBGcS>>. Acesso em 20 de jun. 2015.

KOBAYASHI, C.; et al. Pharmacological evaluation of *Copaifera multijuga* oil in rats. **Pharmaceutical biology**. Mar. 2011; 49 (3): 306-13. Disponível em:

<<http://1.usa.gov/1ImmmX>>. Acesso em: 26 de mar. 2015. Doi: 10.3109/13880209.2010.515595.

LOIZZO, M. R.; et al. Antiproliferative effects of essential oils and major constituents in human renal adenocarcinoma and amelanotic melanoma cells. **Cell proliferation**. 2008 Dec; 41 (6): 1002-1012. Disponível em: <<http://bit.ly/1N70348>>. Acesso em: 13 de mar. 2015. Doi: 10.1111/j.1365-2184.2008.00561.x.

MARKMAN, B.E.O. **Caracterização farmagnóstica de *Campomanesia xanthocarpa* Myrtaceae**. [Mestrado em Farmacognosia]. São Paulo: Faculdade de Farmácia – Universidade de São Paulo. 2002. 169p.

MARKMAN, B.E.O.; et al. Antiulcerogenic effects of *Campomanesia xanthocarpa*. **Journal of Ethnopharmacology**. 2004. 94 (1): 55-57. Disponível em: <<http://bit.ly/1M2qXeF>>. Acesso em: 14 de mar. 2015. Doi: 10.1016/j.jep.2004.04.025.

MARTINEZ, D.M.; et al. **Composição química e atividade antioxidante do óleo essencial das folhas de *Campomanesia xanthocarpa***. Pelotas/RS. 2011.

MENSOR, L. L. et al. Screening of Brazilian plant extracts for antioxidant activity by the use of DPPH free radical method. **Phytotherapy Research**, 2001.v. 53, n. 2, p. 127-130. Disponível em: <<http://bit.ly/1SH8kCx>>. Acesso 2 de jun. 2015. Doi: 10.1002/ptr.687.

MORAIS, L.A.S. Influência dos fatores abióticos na composição química dos óleos essenciais. **Horticultura Brasileira**, agosto 2009 v. 27, n. 2. Disponível em: <<http://bit.ly/1RaUF0w>>. Acesso em: 22 de jun. 2015.

PINHEIRO, B. G.; et al. Chemical composition, antinociceptive and anti-inflammatory effects in rodents of the essential oil of *Peperomia serpens* (Sw.) Loud, **Journal of ethnopharmacology**. Nov. 2011. 18; 138 (2): 479-486. Disponível em: <<http://bit.ly/1VYHV28>>. Acesso em: 22 d fev. 2015. Doi: 10.1016/j.jep.2011.09.037.

PIVA, M. G. **O Caminho das Plantas Medicinais: Estudo Etnobotânico**. 2002. Rio de Janeiro: Mondrian.

RAMOS, D. D.; et al. Avaliação do potencial citotóxico e atividade antioxidante em *Campomanesia adamantium* (Cambess.) O.Berg (Myrtaceae). **Revista Brasileira de Biociências**, Porto Alegre, jul. 2007. v. 5, supl. 2, p. 774-776. Disponível em: <<http://bit.ly/1MaZ6cw>>. Acesso em: 13 de mai. 2015.

RUFINO, M. S. M.; et al. **Metodologia Científica: Determinação da Atividade Antioxidante Total em Frutas pela Captura do Radical Livre DPPH**. Embrapa, 2007. ISSN 1679-653. Disponível em: <<http://bit.ly/1MDWrJN>>. Acesso em: 11 de jun. 2015.

SANTOS, et al. Influência do processamento e da torrefação sobre a atividade do café (*Coffea arabica*). **Química Nova**, 2007. 30, 604-610. Disponível em: <<http://bit.ly/1MBC0fE>>. Acesso em 13 de fev. 2015. Doi: 10.1590/S0100-40422007000300020.

SHAFAGHAT, A. Antibacterial activity and GC/MS analysis of the essential oils from flower, leaf and stem of *Origanum vulgare* ssp. *Viride* growing wild in north-west Iran. **Natural product communications**. 2001 Sep; 6 (9): 1351-2. Disponível em: <<http://1.usa.gov/1IVCoWE>>. Acesso em: 19 de julh. 2015.

SILVESTRE, J. D. F.; et al. Perfil da composição química e atividades antibacteriana e antioxidante do óleo essencial do cravo-da-índia (*Eugenia caryophyllata* Thunb.). **Revista Ceres**, Viçosa, set/out, 2010. v. 57, n.5, p. 589-594. Disponível em: <<http://bit.ly/1MBD9Ug>>. Acesso em: 28 de mai. 2015. Doi: 10.1590/S0034-737X2010000500004 .

SOUSA, et al., Fenóis totais e atividade antioxidante de cinco plantas medicinais. **Química Nova**, 2007. v. 30, 351-355. Disponível em: < <http://bit.ly/1JXwtL5>>. Acesso 5 de jun. 2015. Doi: 10.1590/S0100-40422007000200021.

TAVEIRA F.S. N.; et al. Seasonal essential oil variation of Aniba canelilla. **Biochemical Systematics and Ecology**, 2003. 31: 69-75. Disponível em: <<http://bit.ly/1DmOPZq>>. Acesso em: 25 de mai. 2015. Doi: 10.1016/S0305-1978(02)00088-1.

VALLILO, M. I.; et al. Composição química dos frutos de *Campomanesia adamantium* (Cambessédes) O.BERG. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, Campinas, out.-dez. 2006. 26(4): 805-810. Disponível em: <<http://bit.ly/1VN6EXo>>. Acesso em: 11 de mai 2015. Doi: 10.1590/S0101-20612006000400015.

VARDAR-ÜNLÜ, G. et al. Antimicrobial and antioxidant activity of the essential oil and methanol extracts of *Thymus pectinatus* Fisch. et Mey. Var. *pectinatus* (Lamiaceae). **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, 2003, v.51, n.1, p.63-7. Disponível em: <<http://bit.ly/1VYHaGl>>. Acesso em: 1 jul. 2015. Doi: 10.1021/jf025753e.

CONCLUSÃO GERAL

No estudo para avaliar o efeito do tempo de hidrodestilação sobre o teor e composição química do óleo essencial de *C. adamantium* o teor e a composição química do óleo essencial extraído das folhas de *C. adamantium* apresentaram diferenças significativas em relação ao tempo de hidrodestilação do material vegetal. A partir de duas horas de hidrodestilação o teor do óleo essencial estabilizou-se, porém não é possível estabelecer este tempo como o ideal, pois irá depender do objetivo da aplicação do óleo essencial, uma vez que, os constituintes majoritários variaram conforme o tempo de hidrodestilação. Foram identificados os sesquiterpenos oxigenados espatulenol e o óxido cariofileno como compostos majoritários nos cinco tempos de hidrodestilação. Houve variações das quantidades relativas para os constituintes majoritários espatulenol, óxido carifileno, germacreno B e cariofileno.

Ao avaliar os métodos e tempos de secagem da *C. adamantium* sobre o óleo essencial conclui-se que houve interação do efeito dos métodos com os tempos de secagem. Os tempos de 1 e 5 dias na secagem em estufa diferiram estatisticamente no teor de óleo essencial das folhas *in natura*, já na secagem a sombra foram os tratamentos de 0,5 e 1 dia de secagem que diferiram estatisticamente do teor de óleo essencial das folhas *in natura*, os outros tempos não diferiram. Ao analisar os métodos de secagem apenas os tempos 0,25, 0,50, 3 e 5 dias diferiram entre si, os demais foram estatisticamente iguais, porém nos tempos 0,25, 0,50, e 3 dias a secagem em estufa apresentou teores maiores do que em relação a secagem à sombra. Pode se concluir que o melhor tempo de secagem dependerá do propósito para o qual o material vegetal será utilizado, portanto pode-se extrair o óleo essencial do material vegetal *in natura* como também até 16º dia de secagem. Como foi observado, não ocorreram grandes diferenças no teor do óleo essencial entre os métodos de secagem utilizados.

O óleo essencial das folhas de *C. adamantium* coletas na região do Cerrado Goiano apresentou como constituintes majoritários os sesquiterpenos germacreno B e β – cariofileno . Na determinação da atividade antioxidante do óleo essencial das folhas de *C. adamantium*, pelo método de DPPH, verificou-se que sua capacidade sequestradora de radicais livres é baixa quando comparada a um antioxidante de outros

óleos essenciais como o cravo-da-índia, a extrato de *G. biloba*, porém pode ser considerada melhor do que o encontrado em outros óleos essenciais como o ho-sho, indicando um potencial uso em produtos alimentícios. A concentração que apresentou maior atividade foi de 100%.

APÊNDICE

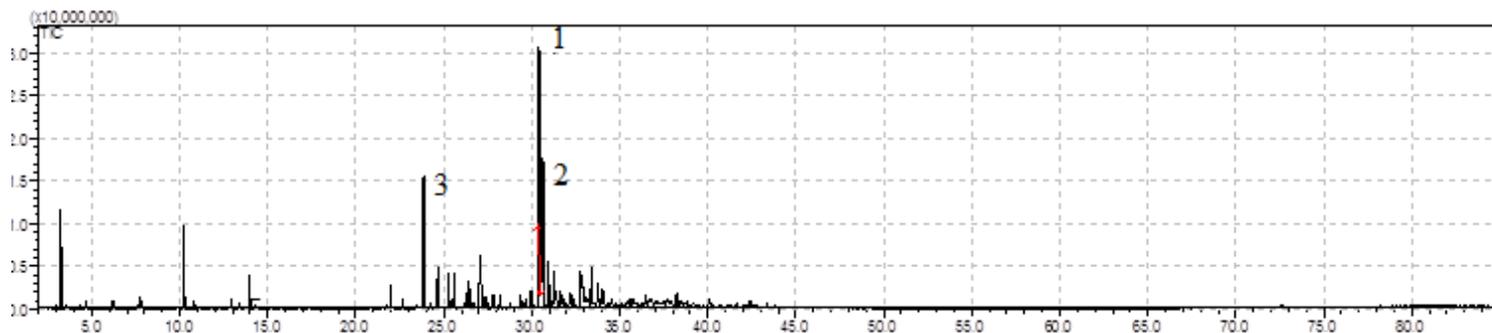
APÊNDICE A – Cromatograma dos óleos essenciais de *Campomanesia adamantium*

Figura 1A: Cromatograma do óleo essencial das folhas de *C. adamantium* submetidas à 1 hora de hidrodestilação. 1 Espatulenol; 2 Óxido cariofileno; 3 β -cariofileno.

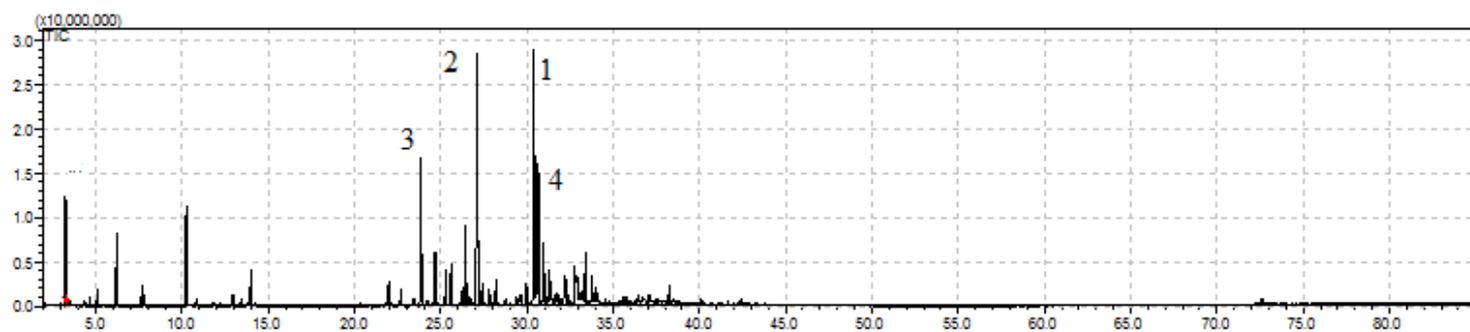


Figura 2A: Cromatograma do óleo essencial das folhas de *C. adamantium* submetidas à 2 horas de hidrodestilação. 1 Espatulenol; 2 Germacreno B; 3 β -cariofileno; 4 Óxido cariofileno.

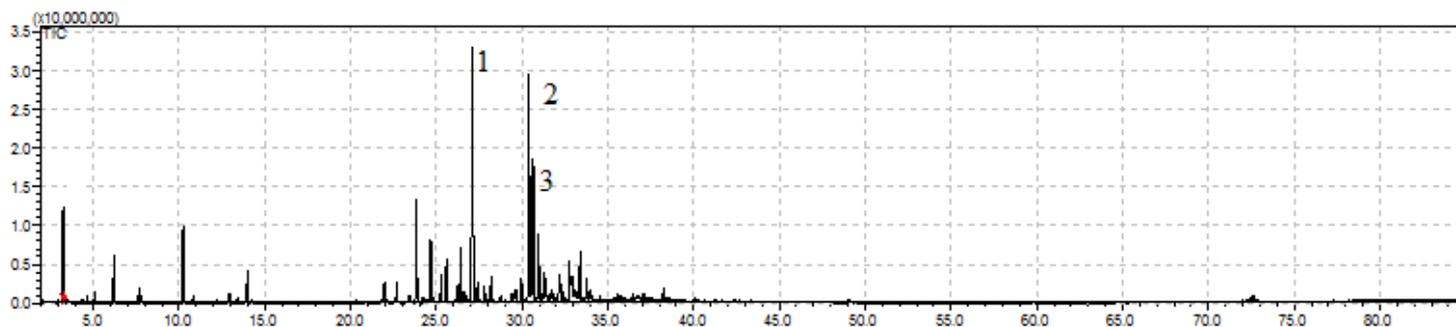


Figura 3A: Cromatograma do óleo essencial das folhas de *C. adamantium* submetidas à 3 horas de hidrodestilação. 1 Germacreno B; 2 Espatulenol; 3 Óxido cariofileno.

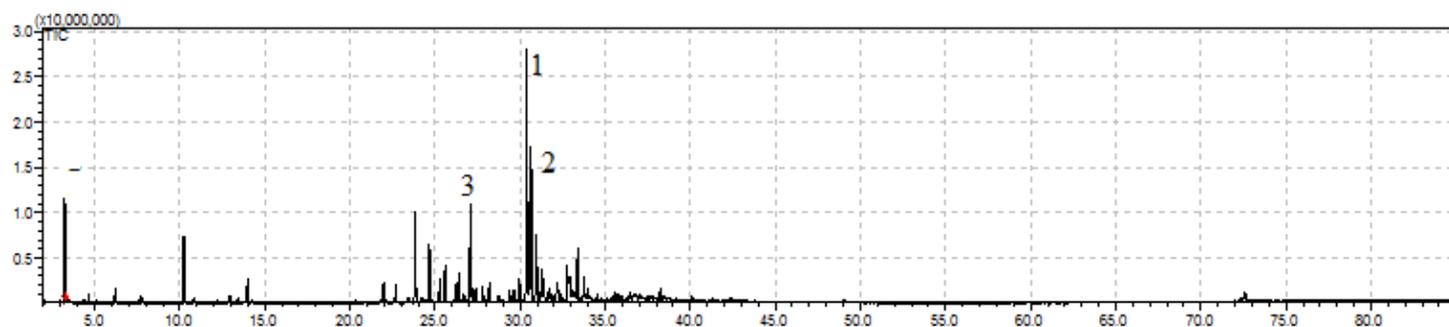


Figura 4A: Cromatograma do óleo essencial das folhas de *C. adamantium* submetidas à 4 horas de hidrodestilação. 1 Espatuleno; 2 Óxido cariofileno; 3 Germacreno B.

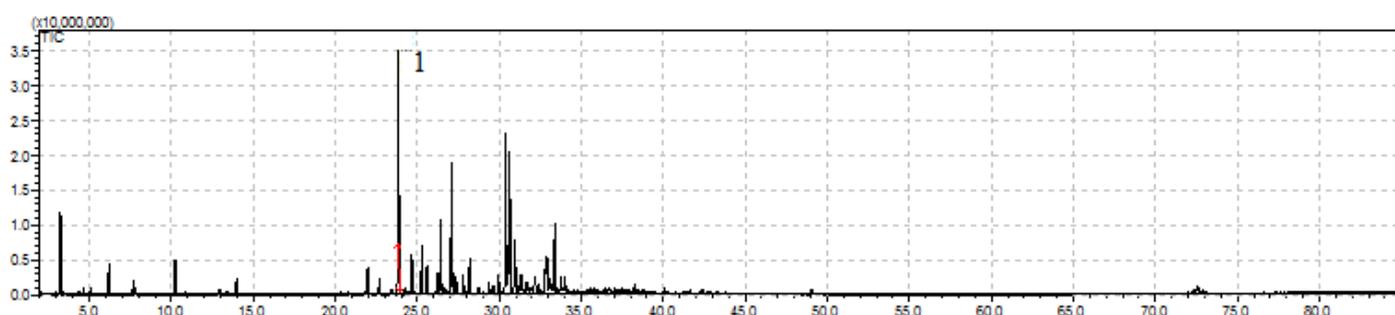


Figura 5A: Cromatograma do óleo essencial das folhas de *C. adamantium* submetidas à 5 horas de hidrodestilação. 1 Espatuleno.

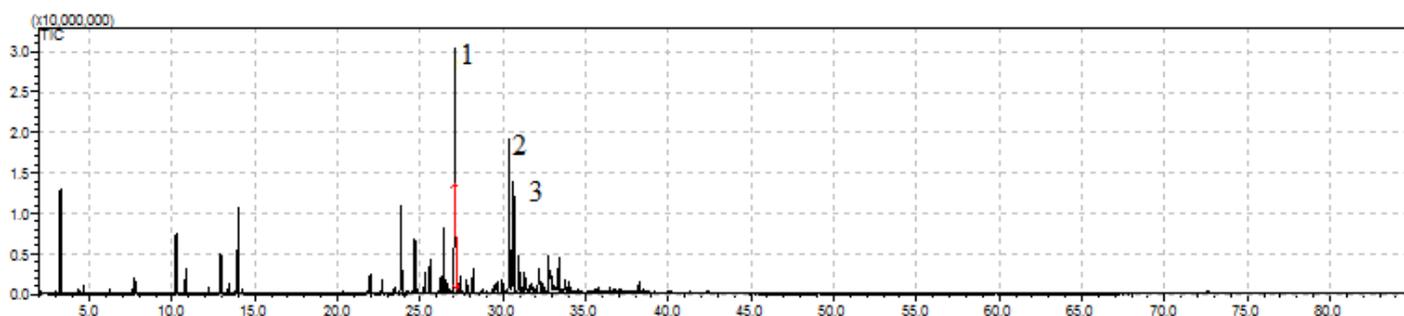


Figura 6A: Cromatograma do óleo essencial das folhas de *C. adamantium* submetidas à secagem em estufa in natura. 1 Germacreno B; 2 Espatuleno; 3 Óxido cariofileno.

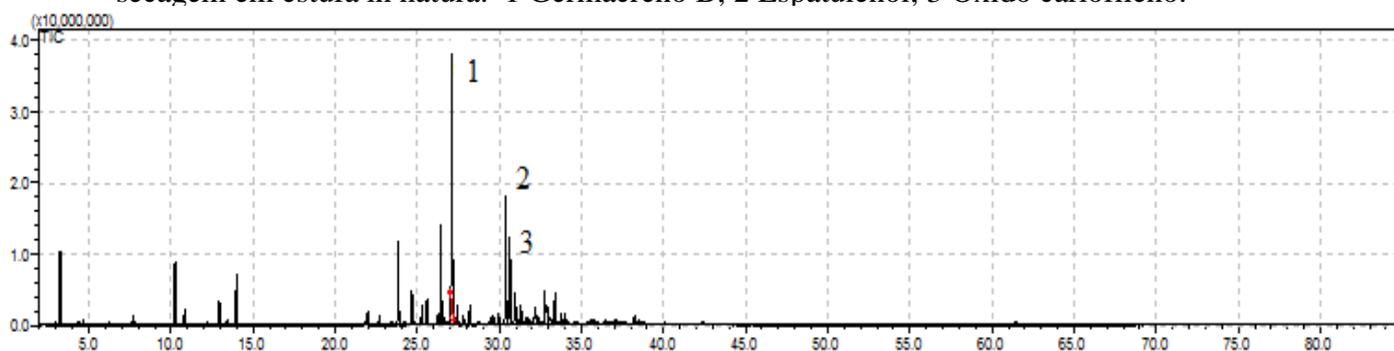


Figura 7A: Cromatograma do óleo essencial das folhas de *C. adamantium* submetidas à secagem em estufa no tempo de 0,25 dias. 1 Germacreno B; 2 Espatuleno; 3 Óxido cariofileno.

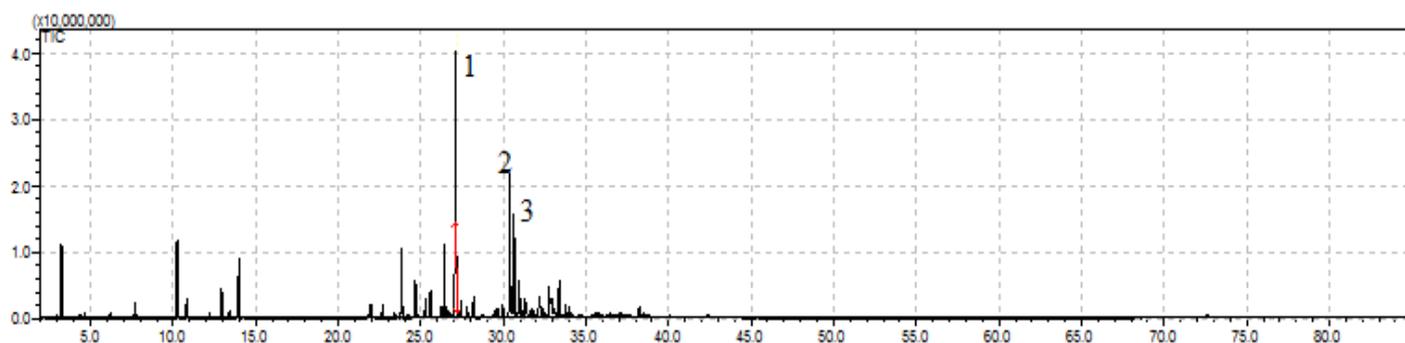


Figura 8A: Cromatograma do óleo essencial das folhas de *C. adamantium* submetidas à secagem em estufa no tempo de 0,50 dias. 1 Germacreno B; 2 Epatulenol; 3 Óxido cariofileno.

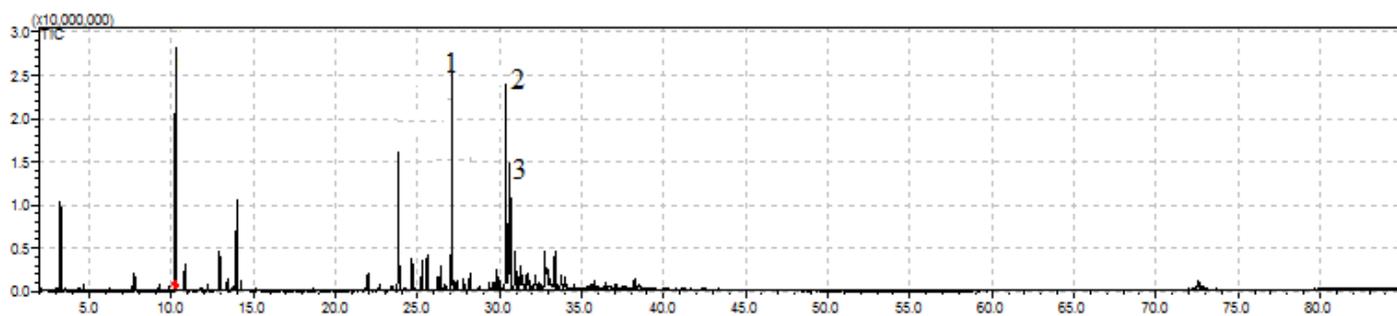


Figura 9A: Cromatograma do óleo essencial das folhas de *C. adamantium* submetidas à secagem em estufa no tempo de 1 dia. 1 Germacreno B; 2 Epatulenol; 3 Óxido cariofileno.

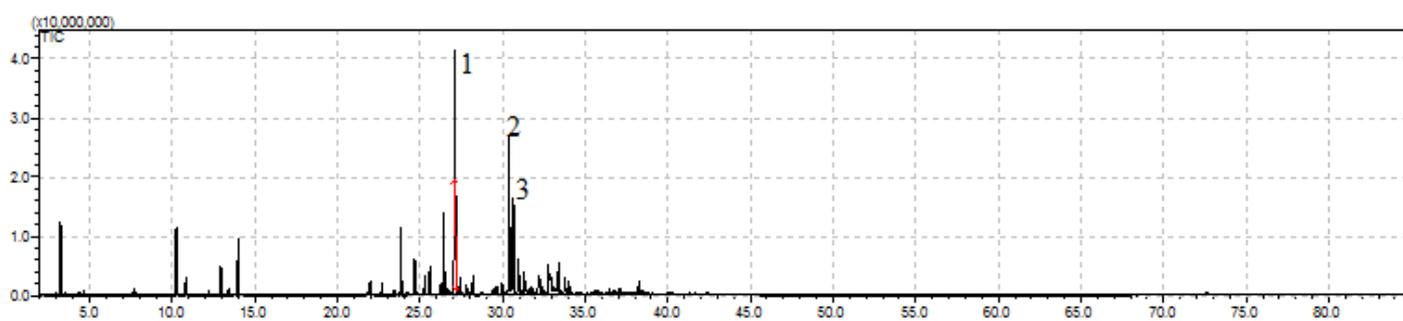


Figura 10A: Cromatograma do óleo essencial das folhas de *C. adamantium* submetidas à secagem em estufa no tempo de 3 dias. 1 Germacreno B; 2 Epatulenol; 3 Óxido cariofileno.

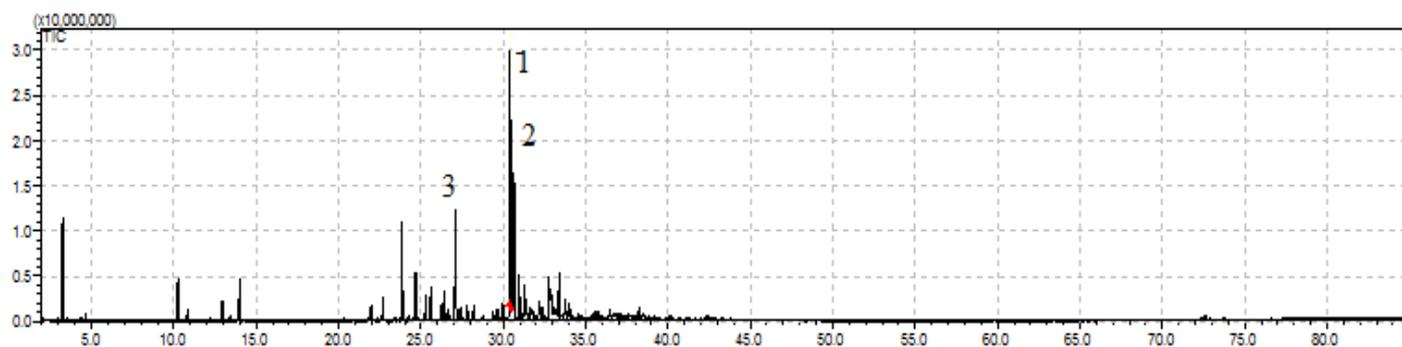


Figura 11A: Cromatograma do óleo essencial das folhas de *C. adamantium* submetidas à secagem em estufa no tempo de 5 dias. 1 Espatuleno; 2 Óxido cariofileno; 3 Germacreno B.

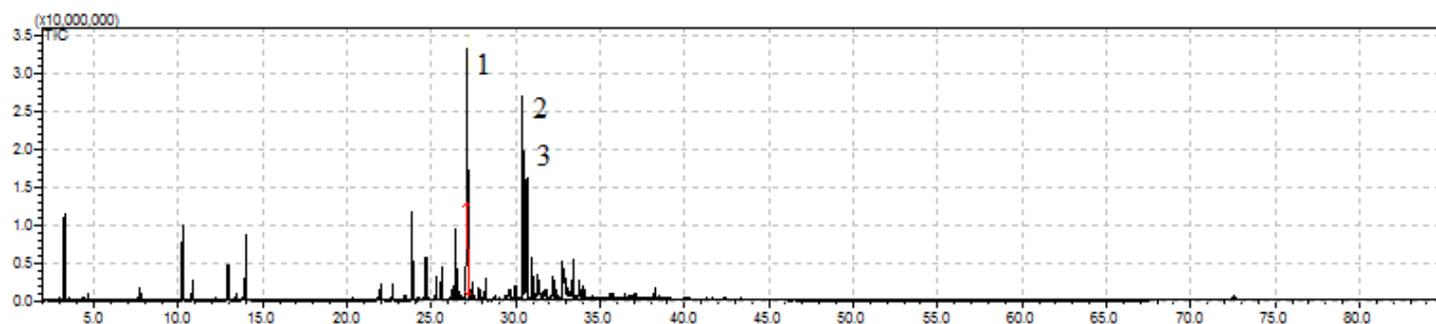


Figura 12A: Cromatograma do óleo essencial das folhas de *C. adamantium* submetidas à secagem em estufa no tempo de 5 dias. 1 Germacreno B; 2 Espatuleno; 3 Óxido cariofileno.

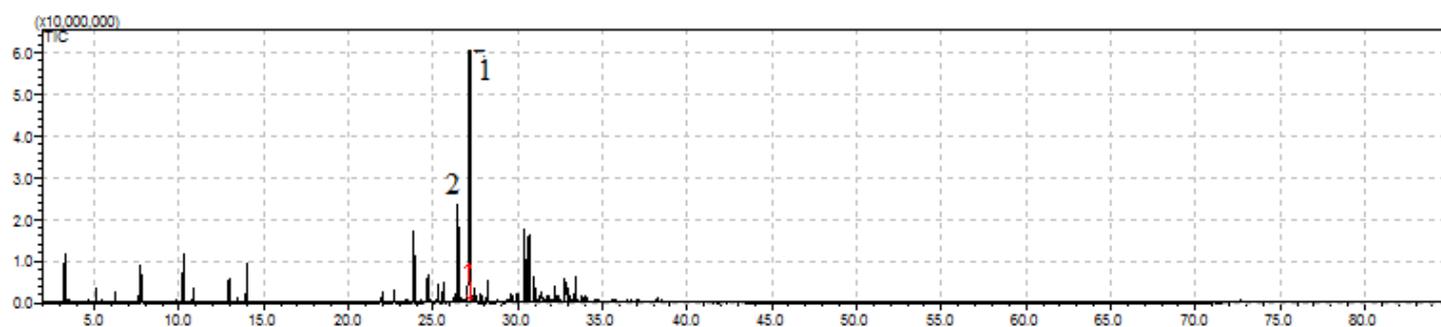


Figura 13A: Cromatograma do óleo essencial das folhas de *C. adamantium* submetidas à secagem em estufa no tempo de 5 dias. 1 Germacreno B; 2 β - cariofileno.

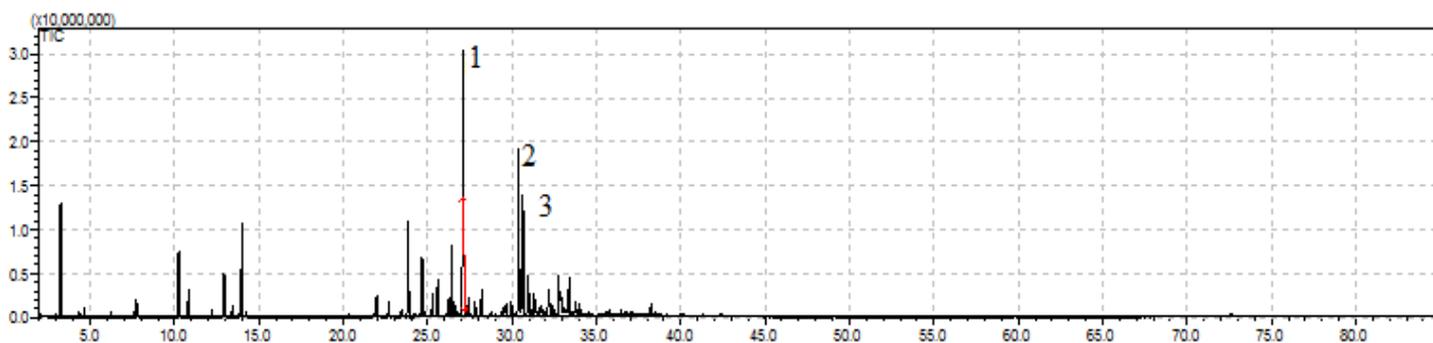


Figura 14 A: Cromatograma do óleo essencial das folhas de *C. adamantium* submetidas à sombra em estufa in natura. 1 Germacreno B; 2 Espatulenol; 3 Óxido cariofileno.

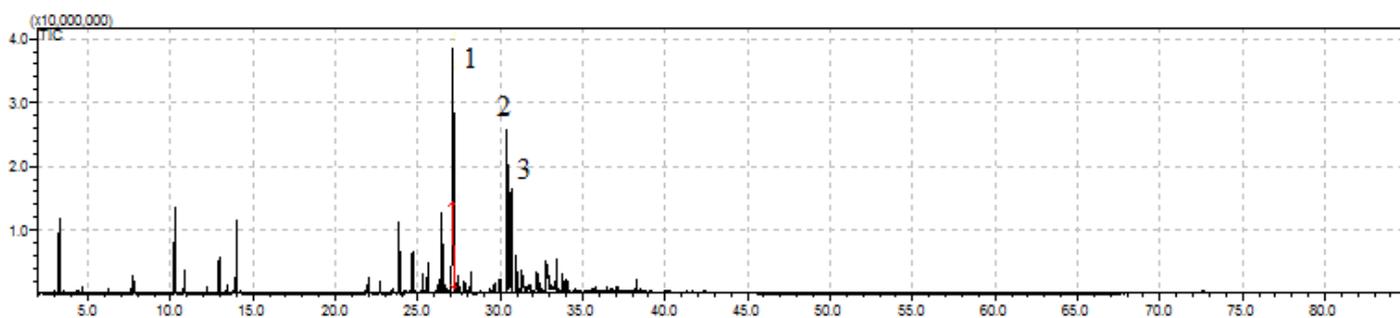


Figura 15 A: Cromatograma do óleo essencial das folhas de *C. adamantium* submetidas à sombra em estufa no tempo de 0,25 dias. 1 Germacreno B; 2 Espatulenol; 3 Óxido cariofileno.

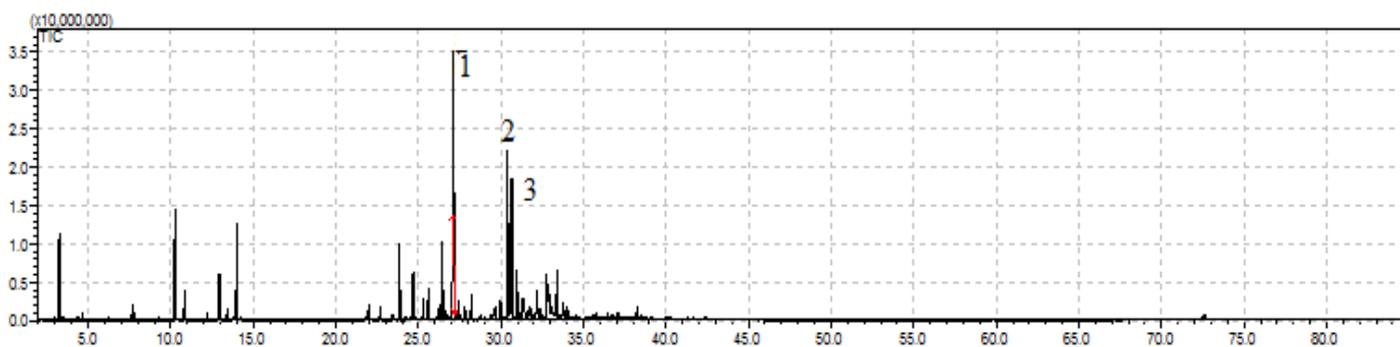


Figura 15 A: Cromatograma do óleo essencial das folhas de *C. adamantium* submetidas à sombra em estufa no tempo de 0,50 dias. 1 Germacreno B; 2 Espatulenol; 3 Óxido cariofileno.

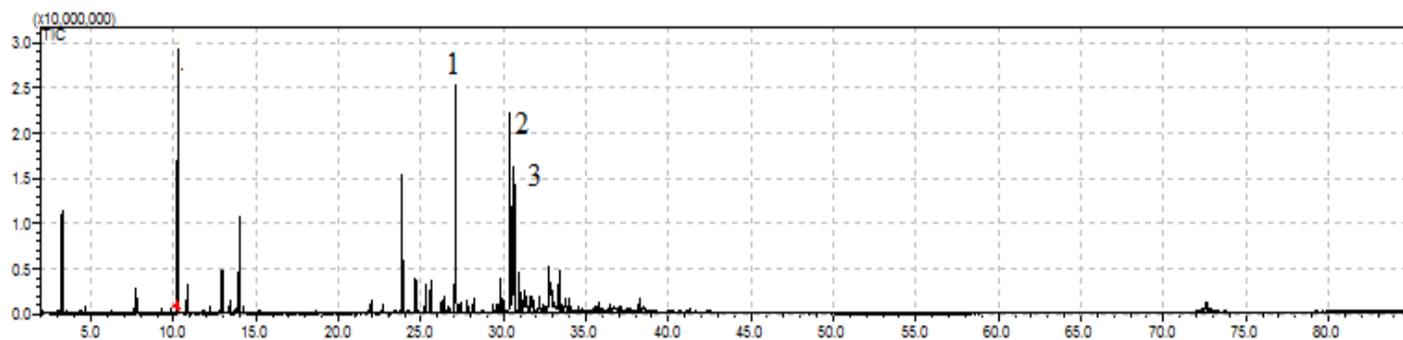


Figura 16 A: Cromatograma do óleo essencial das folhas de *C. adamantium* submetidas à sombra em estufa no tempo de 1 dia. 1 Germacreno B; 2 Epatulenol; 3 Óxido cariofileno.

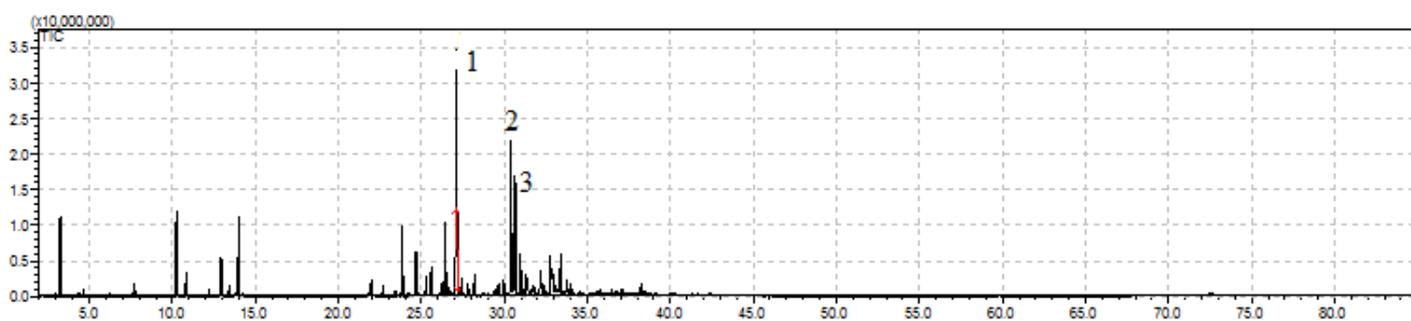


Figura 17 A: Cromatograma do óleo essencial das folhas de *C. adamantium* submetidas à sombra em estufa no tempo de 3 dias. 1 Germacreno B; 2 Epatulenol; 3 Óxido cariofileno.

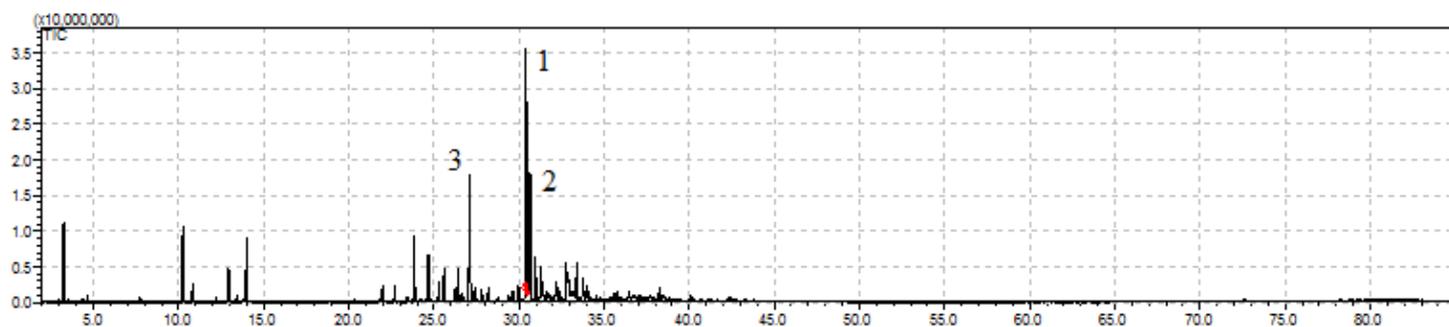


Figura 18 A: Cromatograma do óleo essencial das folhas de *C. adamantium* submetidas à sombra em estufa no tempo de 5 dias. 1 Epatulenol; 2 Óxido cariofileno; 3 Germacreno B.

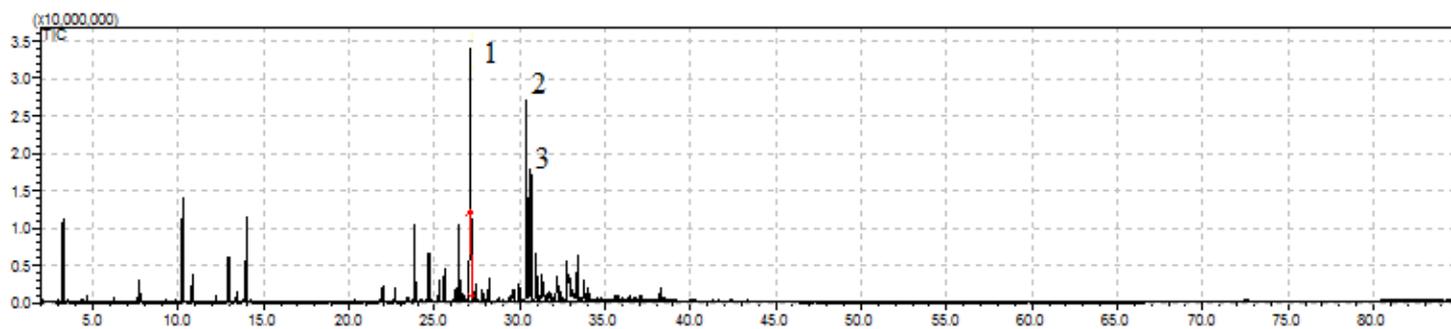


Figura 19 A: Cromatograma do óleo essencial das folhas de *C. adamantium* submetidas à sombra em estufa no tempo de 8 dias. 1 Germacrene B; 2 Epatulenol; 3 Óxido cariofileno; 3 Germacrene B.

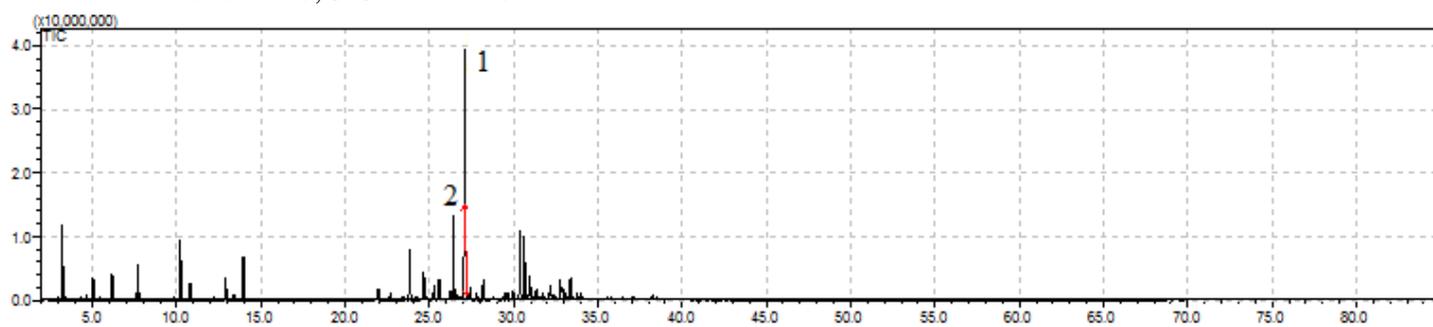


Figura 20 A: Cromatograma do óleo essencial das folhas de *C. adamantium* submetidas à sombra em estufa no tempo de 16 dias. 1 Germacrene B; 2 β - copaeno.

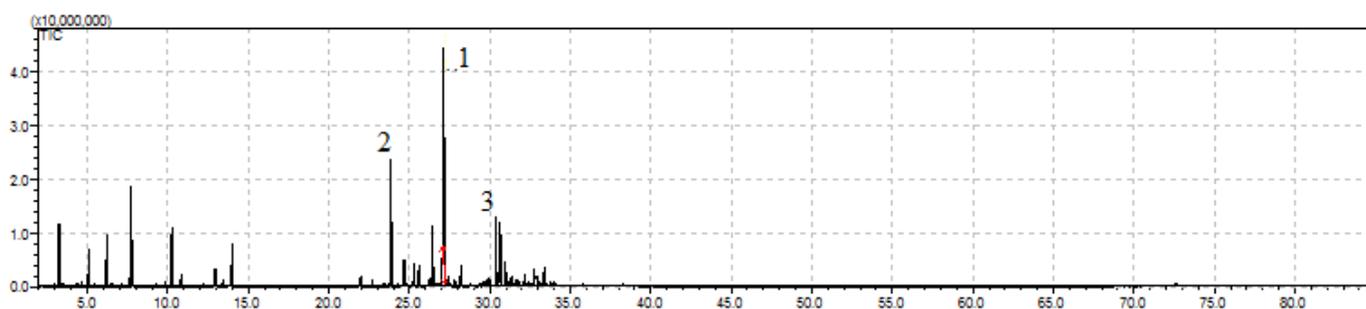


Figura 21 A: Cromatograma do óleo essencial das folhas de *C. adamantium* submetidas in natura coletado em área do cerrado: atividade antioxidante. 1 Germacrene B; 2 β - copaeno; 3 Epatulenol.

APÊNDICE B – CURVA DE CALIBRAÇÃO DE DPPH.

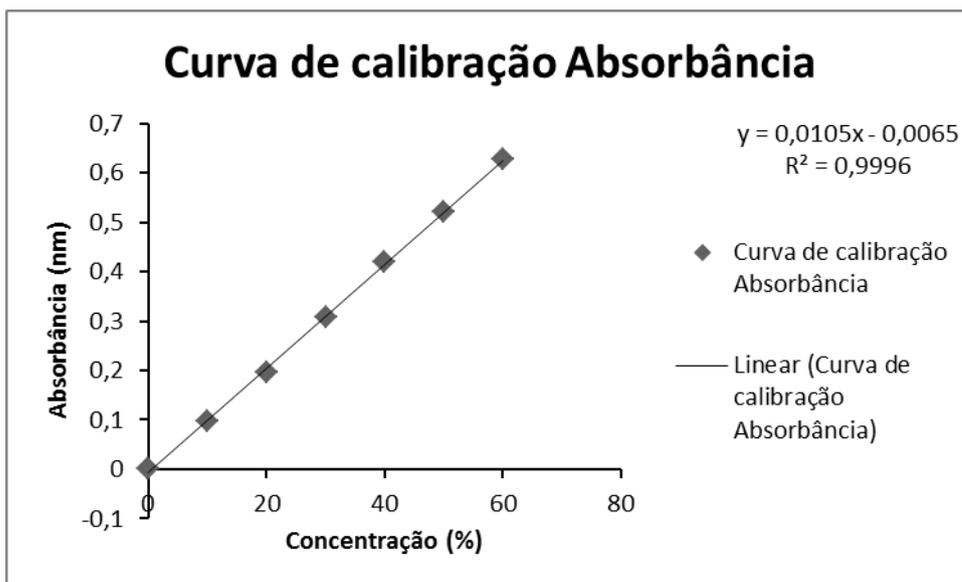


Figura 1 B: Curva de calibração do DPPH.

APÊNDICE C – ESTRUTURAS DOS CONSTITUINTES MAJORITÁRIOS

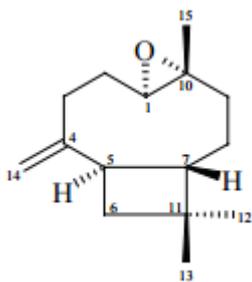


Figura 1 C: Estrutura química do óxido cariofileno.

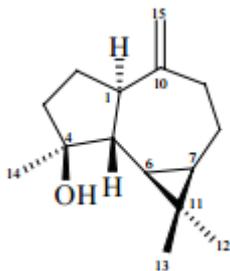


Figura 2 C: Estrutura química do Epatulenol.

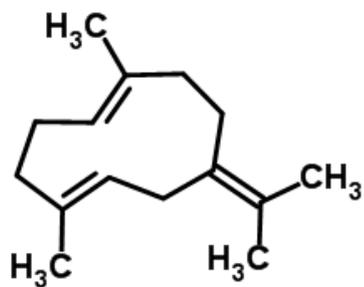


Figura 3 C: Estrutura química do Germacreno B.