



**UNIVERSIDADE FEDERAL RURAL DE
PERNAMBUCO
COORDENAÇÃO DO CURSO DE LICENCIATURA
EM QUÍMICA**



AMANDA LAYSA SILVA NASCIMENTO

**DETERMINAÇÃO DA COMPOSIÇÃO QUÍMICA DO ÓLEO ESSENCIAL E SUBSTÂNCIAS
VOLÁTEIS DAS FLORES *Bauhinia variegata* L**

Recife

2021

AMANDA LAYSA SILVA NASCIMENTO

**DETERMINAÇÃO DA COMPOSIÇÃO QUÍMICA DO ÓLEO ESSENCIAL E SUBSTÂNCIAS
VOLÁTEIS DAS FLORES *Bauhinia variegata L***

Monografia apresentada à
Coordenação do Curso de Licenciatura
Plena em Química da Universidade
Federal Rural de Pernambuco, como
requisito necessário à obtenção de
título de licenciada em Química, pelo
curso de Licenciatura Plena em
Química da UFRPE.

Orientador: Prof^o. Cláudio Augusto
Gomes da Camara

Recife

2021

Dados Internacionais de Catalogação na Publicação
Universidade Federal Rural de Pernambuco
Sistema Integrado de Bibliotecas
Gerada automaticamente, mediante os dados fornecidos pelo(a) autor(a)

A484d Nascimento, Amanda Laysa Silva
DETERMINAÇÃO DA COMPOSIÇÃO QUÍMICA DO ÓLEO ESSENCIAL E SUBSTÂNCIAS VOLÁTEIS
DAS FLORES Bauhinia variegata L / Amanda Laysa Silva Nascimento. - 2021.
44 f. : il.

Orientador: Claudio Augusto Gomes da Camara.
Inclui referências.

Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação) - Universidade Federal Rural de Pernambuco,
Licenciatura em Química, Recife, 2022.

1. Composição química. 2. Bauhinia variegata. 3. Compostos voláteis . I. Camara, Claudio Augusto
Gomes da, orient. II. Título

CDD 540

**DETERMINAÇÃO DA COMPOSIÇÃO QUÍMICA DO ÓLEO ESSENCIAL E SUBSTÂNCIAS
VOLÁTEIS DAS FLORES *Bauhinia variegata* L**

Relatório final, apresentado a Universidade Federal Rural de Pernambuco, como parte das exigências para a obtenção do grau de licenciada em Química.

Recife, 16 dezembro, 2021

BANCA EXAMINADORA

Cláudio Augusto Gomes da Câmara- Orientador
(UFRPE)

Marcílio Martins Moraes – 1º avaliador (a)
(UFRPE)

Giselle Barbosa Bezerra – 2º avaliador (a)
(UFRPE)

Dedico este trabalho a minha família, em especial a minha mãe M^a. Auxiliadora de Souza, a meu pai Cosmo José de Souza, a meu noivo Diogo D'andrada minha tia Cecília Bezerra e as minhas primas-irmãs, Emiliane e Mariana, que sempre me apoiaram e acreditaram nessa minha jornada.

AGRADECIMENTOS

Agradeço primeiramente a Deus, por sempre ter me dado força, inteligência, fé e muita coragem para lutar e conseguir meus objetivos.

Agradeço a minha família que sempre me compreenderam e apoiaram em todas as minhas decisões.

Agradeço as minhas amigas: Larissa Mayara e Milena Martins por toda ajuda e companheirismo.

Agradeço ao professor Marcílio Martins por todo o apoio, atenção e paciência nas dúvidas e ensaios nas apresentações de projetos.

Ao professor Cláudio Câmara pela oportunidade de trabalhar com ele, por toda paciência, compreensão e orientação.

Agradeço também a todos que fazem parte do Laboratório de Produtos Naturais Bioativos e do Departamento de Química Orgânica da UFRPE por me acolherem e compartilharem suas ideias em prol da melhoria do ensino e da pesquisa em Química.

Mesmo os que não foram citados, tenho muito a agradecer por todo o suporte oferecido ao longo desses anos de convivência.

Obrigada a todos que estiveram presentes durante minha vida acadêmica! A todos vocês, minha eterna gratidão.

SUMÁRIO

| | |
|---|-----------|
| RESUMO..... | 10 |
| 1- INTRODUÇÃO | 11 |
| 2. OBJETIVOS | 12 |
| 2.1 Objetivo Geral..... | 12 |
| 2.2 Objetivos Específicos | 12 |
| 1. FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA | 13 |
| 2. ESPÉCIE VEGETAL | 14 |
| 2.1.1 Considerações gerais sobre a família Fabaceae e o gênero <i>Bauhinia</i> | 14 |
| 2.1.2 Taxonomia, segundo De Souza, 1969. | 16 |
| 2.1.3 Revisão da literatura sobre o estudo biológico de espécies do gênero <i>Bauhinia</i> variegata com ênfase na composição química do óleo essencial. | 17 |
| 2.3 ÓLEO ESSENCIAL..... | 18 |
| 2.4 EXTRAÇÃO ASSISTIDA POR MICRO-ONDAS | 21 |
| 2.4.1 EQUIPAMENTOS | 23 |
| 2.5 EXTRAÇÃO POR HEADSPACE | 27 |
| 3. METODOLOGIA | 28 |
| 3.1 LOCAL ONDE FOI DESENVOLVIDA A PESQUISA..... | 28 |
| 3.2 COLETA DO MATERIAL BOTÂNICO..... | 29 |
| 3.2.1 Obtenção dos óleos essenciais por hidrodestilação..... | 29 |
| 3.2.2 Obtenção dos óleos essenciais por Micro-ondas | 30 |
| 3.2.3 Extração por headspace dinâmico | 30 |
| 3.2.4 Extração com hexano..... | 31 |
| 3.3 ANÁLISE DA COMPOSIÇÃO QUÍMICA DOS ÓLEOS ESSENCIAIS POR CG-FID E CG-EM | 31 |
| 4. RESULTADOS E DISCUSSÕES | 32 |
| 5. CONSIDERAÇÕES FINAIS | 35 |
| 6. REFERÊNCIAS..... | 37 |

LISTA DE FIGURAS E TABELA

| | |
|---|----|
| FIGURA 1 Gênero <i>Bauhinia</i> | 15 |
| FIGURA 2 <i>Bauhinia variegata</i> | 16 |
| FIGURA 3 Estrutura química de compostos presentes nos óleos essenciais... | 20 |
| FIGURA 4 Hidrodestilação utilizando aparelho do tipo Clevenger..... | 21 |
| FIGURA 5 Esquematização do efeito das micro-ondas sobre a estrutura de matrizes vegetais..... | 23 |
| FIGURA 6 Principais equipamentos micro-ondas laboratoriais para a extração de óleos essenciais. Legenda: (a) Sistema de extração micro-ondas NEOS GR; (b) Sistema de extração micro-ondas NEOS..... | 24 |
| FIGURA 7 Esquematização da classificação dos sistemas micro-ondas na extração de óleos essenciais..... | 25 |
| FIGURA 8 Modificações utilizadas em forno de micro-ondas doméstico para extração de óleos essenciais. (a) hidrodestilação; (b) aparelho de Clevenger | 26 |
| FIGURA 9 Representação do esquema de Headspace..... | 27 |
| FIGURA 10 <i>B. variegata</i> | 29 |
| FIGURA 11 Cromatograma de CG-EM dos voláteis de <i>B. variegata</i> obtido por diferentes técnicas..... | 32 |

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

CG-EM - Cromatografia Gasosa Acoplada a Espectrometria de Massas

CG - Cromatografia Gasosa

EM - Espectrometria de Massa

m/z - massa/carga

eV - elétron-volt

LPNBio - Laboratório de Produtos Naturais Bioativos

UFRPE - Universidade Federal Rural de Pernambuco

DQ - Departamento de Química

RESUMO

Bauhinia variegata L., comumente conhecida como pata de camelo, é uma árvore de folha caduca de tamanho médio pertencente a família Fabaceae. É usada tradicionalmente contra bronquite, lepra, tumores e úlceras. Pesquisadores relatam o efeito antibacteriano, antioxidante, antiinflamatório e anticarcinogênico de extratos da planta. As folhas de *B. variegata* apresentam em sua composição química compostos da classe dos flavonóides (Agrawal, 2009). Os constituintes voláteis das flores de *Bauhinia variegata* foram obtidos através da técnica de hidrodestilação, micro-ondas, headspace e extração com hexano. Onde foram analisados por Cromatografia Gasosa acoplada a Espectrometria de Massa (CG-EM). O objetivo foi identificar a composição química dos constituintes voláteis presentes nas flores da *B. variegata* obtidos por diferentes metodologias afim de Comparar a composição dos voláteis obtidos. Análises por CG-EM dos óleos das flores revelaram 40 compostos no qual foi empregado diferentes técnicas de extração realizada para obtenção dos constituintes voláteis de *B. Variegata* cujo mostraram perfis diferentes. Os principais constituintes encontrados foram o epi- α -muurolol, β -cariofileno, *cis*-muurola-4(14),5-diene, germacreno D e Isolongifolan-7- α -ol e 1,10-di-epi-cubenol.

Palavras-chave: Composição química, *Bauhinia variegata*, Compostos voláteis.

1- INTRODUÇÃO

Bauhinia variegata L. (Caesalpinaceae) é uma árvore ornamental decídua polimermente conhecida como a árvore de orquídea, sendo amplamente distribuída na maioria dos países tropicais (Pandey, 2016). As flores brancas e rosas são comestíveis e comumente chamadas como pata de vaca ou camelo, devido ao seu formato. A espécie pertence à família Fabaceae, são nativas da Ásia e amplamente utilizadas na culinária indiana. O suco das flores é usado na medicina popular no tratamento da diarreia, disenteria e outros distúrbios estomacais (da Cunha *et al.*, 2010). Partes da planta como folhas, casca, sementes, botões florais, flores e raízes são usados no tratamento contra asma, lepra, flatulência, picada de cobra, doenças de pele e disenteria. Pesquisadores relatam o efeito antibacteriano, antioxidante, antiinflamatório e anticarcinogênico de extratos da planta. As folhas de *B. variegata* apresentam em sua composição química compostos da classe dos flavonóides (Agrawal, 2009).

Das 61 espécies do gênero *Bauhinia* que ocorrem no Brasil, 16 ocorrem no bioma de Pernambuco (Vaz, 2015). Espécies do gênero são utilizadas na medicina popular na forma de chás, principalmente, para o tratamento de infecções urinárias e diabetes (Silva, 2002).

Óleos essenciais de espécies de *Bauhinia* são relatados por apresentarem propriedades antimicrobiana, citotóxica (Medeiros *et al.*, 2016) e inseticida contra larvas do *Aedes aegypti* (Sousa *et al.*, 2016; Gois *et al.*, 2011).

Vários métodos de extração de compostos voláteis a partir de plantas são utilizados. Entre eles o uso de técnicas de hidrodestilação, micro-ondas, através de fluido super-crítico, headspace ou extração direta com solventes. O processo de extração dos constituintes voláteis é muito importante para determinar o perfil dos constituintes. Extração dos constituintes voláteis através da técnica errada pode danificar os materiais vegetais e mudar a composição química (Masotti *et al.*, 2003; Angioni *et al.*, 2006)

Os óleos essenciais são misturas complexas de vários compostos com várias classes como, terpenos e fenilpropanóides, (Büllow, N., König, W., 2000.). Estes óleos são constituídos por componentes voláteis, não solúveis em água, mas solúvel em solventes orgânicos com cada composto em sua proporção específica como

característica própria a cada óleo essencial (Ferreira et al., 2012). A composição química dos óleos essenciais é determinada principalmente pela componente genética da planta, mas também depende de fatores externos tais como; clima, pH do solo, variações sazonais, dentre outros.

Devido à importância etnobotânica das flores de *B. variegata*, e as implicações medicinais das folhas e flores, foi realizada a extração dos constituintes voláteis da planta através da hidrodestilação, micro-ondas, extração direta com solvente e por headspace dinâmico. Os constituintes voláteis obtidos pelas técnicas foram analisados por cromatografia gasosa acoplada a espectrometria de massa.

2. OBJETIVOS

2.1 Objetivo Geral

- Identificar a composição química dos constituintes voláteis presentes nas flores da *B. variegata* obtidos por diferentes metodologias.

2.2 Objetivos Específicos

- Obter os óleos essenciais das flores de *B. variegata* através das técnicas de micro-ondas e por hidrodestilação;
- Capturar os constituintes voláteis produzidos pelas flores de *B. variegata* por headspace;
- Obter os extratos hexânicos das flores;
- Identificar a composição química dos constituintes voláteis das flores *B. variegata* obtidos por diferentes técnicas e analisar os constituintes através da técnica de CG-EM;
- Comparar a composição química dos voláteis obtidos.

1. FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA

Do gênero *Bauhinia*, algumas espécies são utilizadas para fins medicinais, sendo popularmente conhecidas como pata-de-vaca, unha-de-vaca, bauínia, entre outros nomes. Tais espécies podem apresentar porte arbóreo ou arbustivo e, conforme os nomes populares sugerem, apresentam uma folha fendida no meio, formando dois lobos ou folíolos, que a assemelham a uma pata de bovino. Possuem flores zigomorfas dispostas em racemos axilares que variam de cor, de acordo com a espécie e subespécie. Seus frutos são legumes - ou vagens - achatados e deiscentes (Lorenzi & Matos 2002).

De acordo com Vaz & Tozzi (2005), o gênero *Bauhinia* é bastante amplo, com cerca de 300 espécies, das quais 200 são brasileiras, muitas delas são utilizadas como hipoglicemiantes. Espécies exóticas como *Bauhinia variegata*, *Bauhinia blakeana* Dunn. e *Bauhinia monandra* Kurz. são utilizadas como ornamentais em jardins e praças, sendo amplamente distribuídas. Apesar de existirem poucos estudos a cerca de tais espécies exóticas, ainda assim, a população as utiliza para os mesmos fins terapêuticos das espécies nativas (Lorenzi & Matos 2002). Estudos de natureza fitoquímica indicaram a presença de glicosídeos, ácidos orgânicos, taninos, pigmentos e mucilagens (secreção rica em polissacarídeos hidrocolóides) nas espécies de *Bauhinia* (Lorenzi & Matos 2002). Souza *et al.*, (2004) demonstraram o efeito hipoglicêmico e potencial antioxidante do flavonóide Kaempferitrina

Estudos realizados com extratos etanólicos de *B. variegata* revelaram atividade quimiopreventiva e efeitos citotóxicos sobre tumores nos fígado de rato e linhagens celulares cancerígenas humanas (Raj Kapoor *et al.* 2006). Contudo, é importante salientar que tal estudo foi realizado sobre amostras de *B. variegata* coletadas em Salem, Índia, onde a espécie é nativa e, portanto, está sob condições diferentes das brasileiras, podendo variar sua composição fitoquímica. Desse modo, qualquer troca, intencional ou não, que se faça entre as partes comercializadas de

tais espécies, pode resultar em efeitos indesejados.

As substâncias voláteis das plantas são derivados de processos bioquímicos complexos e alguns desses compostos parecem ser comuns a diferentes espécies de plantas. Os compostos voláteis de plantas incluem, monoterpenos, sesquiterpenos, fenilpropanoides, dentre outros compostos (Turlings *et al.*, 1998, Ferry *et al.*, 2004). A existência de diferenças genótípicas significativas no padrão de emissão desses compostos para algumas plantas foi demonstrada (Gohole *et al.*, 2003b) e foi sugerido que a liberação desses compostos pode variar ao longo do dia, de forma circadiana, ou seja, o mecanismo regular entre o dia e noite (Benrey *et al.*, 1998, Halitschke *et al.*, 2000). Além disso, a liberação induzida de voláteis não se limita ao local do dano, mas pode ocorrer sistemicamente (Potting *et al.*, 1995).

Existem na literatura diversos relatos sobre composição dos óleos essenciais, e substâncias voláteis obtidos de diferentes espécies de plantas vegetais. Mas em relação ao gênero *B. variegata* os relatos da literatura são escassos.

Diante do exposto, este trabalho, visa contribuir com o conhecimento químico da composição dos voláteis de planta ornamental no território de Pernambuco, bem como investigar os constituintes voláteis *B. variegata* através de diferentes técnicas de extração como; hidrodestilação, micro-ondas, extração direta com solvente e por headspace dinâmico.

2. ESPÉCIE VEGETAL

2.1.1 *Considerações gerais sobre a família Fabaceae e o gênero Bauhinia*

A família Fabaceae representa um dos principais e mais importantes grupos de plantas entre as fanerógamas e quantitativamente, está entre as três maiores famílias botânicas (SILVA & SOUZA, 2002). Compreende aproximadamente 727 gêneros e 19.325 espécies, sendo considerada a terceira maior família de Angiospermas (Lewis *et al.* 2005). Segundo Lima (2000) Fabaceae é considerada a maior família no Brasil, com 2.100 espécies e 188 gêneros, dos quais 31 são

endêmicos, estando representada em todos os biomas brasileiros.

O gênero *Bauhinia* foi identificado em 1753 por Carolus Linnaeus, em homenagem ao botânico suíço Gaspar Bauhin e compreende cerca de mais de 2000 espécies (Lewis, 1987), sendo que 64 destas podem ser encontradas no Brasil. É potencialmente benéfico à saúde devido às suas propriedades medicinais possui histórico de utilização pela medicina popular, já que suas folhas, caules e raízes e flores são administrados na forma de chá e outras preparações para o tratamento de várias enfermidades (SILVA; CECHINEL FILHO, 2002). De forma mais detalhada, extratos das folhas e da casca (caule) são usados como medicamentos contra várias patologias e sintomas, como diabetes, inflamações, infecções e dores (NEGI; SHARMA; SINGH, 2012).

Figura 1: Gênero *Bauhinia*



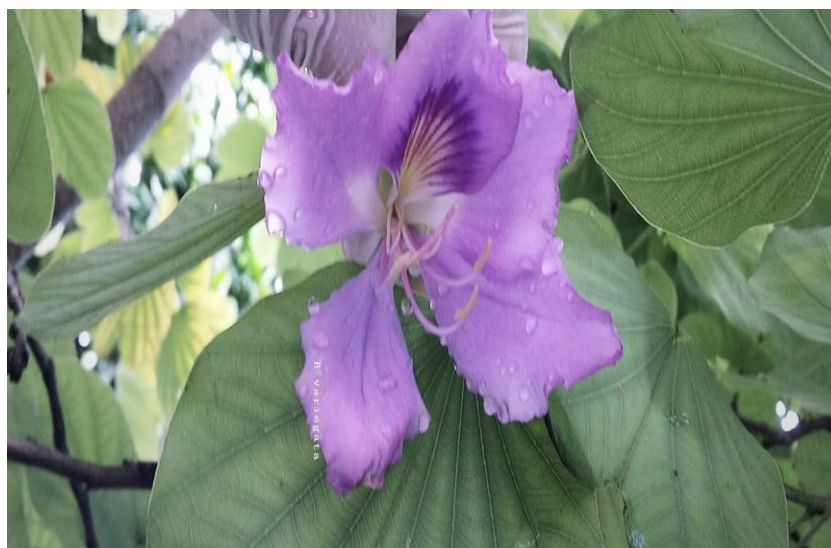
Fonte: Garden-Plants-Variegata-Mountain

B. variegata é uma planta nativa da Índia, mas se adaptou a áreas tropicais e subtropicais do planeta. No Brasil é conhecida como unha de vaca, casco de vaca ou pata de vaca devido às folhas bifoliadas e em forma de uma pata de vaca. São plantas ornamentais devido às suas flores vistosas e por isso são utilizadas no paisagismo e na arborização urbana.

2.1.2 Taxonomia, segundo De Souza, 1969.

- Reino: Plantae
- Divisão: Magnoliophyta
- Classe: Magnoliopsida
- Ordem: Fabales
- Família: *Fabaceae*
- Subfamília: *Caesalpinioideae*
- Gênero: *Bauhinia*
- Espécie: *variegata*
- Domínio da espécie: *var*
- Subespécie: *candida*
- Nome Vulgar: pata de vaca ou camelo

Figura 2: *Bauhinia variegata*



Fonte: Amanda Laysa, 2021

2.1.3 Estudo biológico de espécies do gênero *Bauhinia variegata* com ênfase na composição química do óleo essencial

De acordo com o levantamento bibliográfico feito no banco de dados SciFinder (Chemical Abstract) no dia 15 de julho de 2021, usando como palavra-chave o termo: "*Bauhinia variegata*" seguido de "Chemical Composition", foram encontrados 8 artigos, referentes aos relatos de composição química de óleos essenciais da espécie.

Levando em consideração o conteúdo dos artigos, dos 8 artigos, aproximadamente 25% relataram apenas a composição química da espécie em relação suas partes específicas das plantas. As matrizes vegetais que serviram para a obtenção da composição química foram sementes, flores, raízes, caule e folhas. Destas, a mais explorada foram às flores. Do total de artigos 75% exploraram arborização, os potenciais biológicos, fertilização, crescimento e sanidade da espécie, além de inibidores de proteína e compostos. Não há até o momento estudos com atividades biológicas relacionados com os óleos essenciais e composição química e/ou extratos das folhas ou flores da *B. variegata*.

No levantamento, foi observado um estudo sobre alguns compostos triterpênicos em extratos de espécies de *Bauhinia*, estudos esses que deram resultados significativos para a área farmacológica medicinal (SCHMIDT et.al 2018). Além deste, outro artigo voltado aos estudos dos flavonóides existentes no extrato hidroalcoólico (1000 mg/kg) das sementes de *B. variegata* mostraram efeito hipoglicemiante em ratos, nos quais diabetes foram induzidas pela streptozotocina (55mg/kg, Silva & Cechinel,2002).

Um relato da Composição Química do Óleo Essencial de Flores de *Bauhinia Variegata* (Kachnar) do norte da Índia, publicado em Journal of Essential Oil Bearing Plants no ano de 2013, no qual, foram analisados os óleos essenciais obtidos por hidrodestilação de flores de *Bauhinia variegata*. Cinquenta e um compostos foram identificados no óleo de flores, representando 87,3% de óleo total. Os principais componentes foram identificados como α -pineno (5,1%), β -

pineno (2,2%), β -elemeno (2,6%), γ -elemeno (19,0%), δ -cadineno (3,6%), occidentalol (2,3%), cis-murrol-5-en-4- α -ol (24,4%) e α -cadinol(4,4%) onde a análise do óleo foi por CG- EM.

2.3 ÓLEO ESSENCIAL

Os óleos essenciais são conhecidos desde séculos antes da era cristã. Registros históricos apontam sua obtenção e utilização inicial por países orientais, como Egito, Pérsia, China e Índia (GUENTHER, 1948; VITTI; BRITO, 2003; MOCHI, 2005). Entretanto, somente em meados do século XVIII aprofundaram-se os conhecimentos técnicos sobre os óleos essenciais, por meio do desenvolvimento de estudos sobre sua caracterização química (VITTI; BRITO, 2003; MOCHI, 2005).

Os óleos essenciais, também chamados de óleos voláteis, são definidos como produtos voláteis, concentrados, com odor característico e obtidos por um processo físico adequado (como destilação por arraste a vapor ou hidrodestilação) (BRASIL, 2007; PAVELA, 2015; BENDJERSI *et al.*, 2016; MANION; WIDDER, 2017). Além disso, os óleos essenciais são diferentes dos óleos vegetais, pois estes últimos são constituídos por ácidos graxos, não são voláteis, são praticamente inodoros e são tipicamente obtidos por extração com solventes apolares (como o hexano, por exemplo) (SAOUD *et al.*, 2003; SOARES, 2014).

Os óleos essenciais podem ser produzidos por mais de 17.500 espécies de plantas aromáticas pertencentes, principalmente, às seguintes famílias botânicas: Asteraceae, Apiaceae, Lauraceae, Lamiaceae, Myrtaceae e Rutaceae (BAKKALI *et al.*, 2008; REGNAULT-ROGER; VICENT; ARNASON, 2012). Nas plantas, esses óleos voláteis pertencem ao metabolismo secundário que nem sempre é necessário (ao contrário do metabolismo primário que promove fenômenos essenciais à sobrevivência, como fotossíntese e transporte de nutrientes). Nas plantas, os óleos essenciais são responsáveis pela proteção e adaptação das espécies ao meio ambiente, agindo na atração de polinizadores e insetos benéficos, proteção contra o calor ou frio e defesa contra pragas e/ou microrganismos (PERES, 2004; BAKKALI *et al.*, 2008; GONÇALVES *et al.*, 2014;

PAVELA, 2015).

Entretanto, óleos essenciais são misturas complexas de substâncias voláteis, lipofílicas, com baixo peso molecular, geralmente odoríferas e líquidas, constituídos, na maioria das vezes, por moléculas de natureza terpênicas (MORAIS, 2002).

Possuem como características básicas o cheiro e o sabor. São insolúveis em água, mas solúveis em solventes orgânicos, sendo extraídos por técnicas simples como arraste a vapor (CARDOSO *et al.*, 2011).

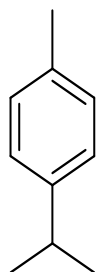
Os constituintes químicos dos óleos essenciais podem ter origens biosintéticas distintas, ou seja, como os derivados do fenilpropanóides via ácido chiquímico e de terpenóides via mevalonato (BRUNETON, 2001).

Os compostos terpênicos mais frequentes encontrados nos óleos voláteis são os monoterpenos (90% dos óleos) e os sesquiterpenos (CARDOSO *et al.*, 2011). Monoterpenos e sesquiterpenos são os grandes responsáveis pela atividade biológica existentes nos óleos essenciais. A Figura 3 mostra algumas estruturas de terpenos que aparecem no perfil químico dos óleos essenciais.

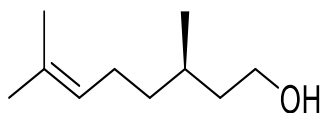
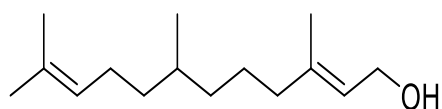
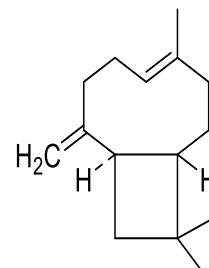
Figura 3: Estrutura química de compostos presentes nos óleos essenciais

1-TERPENOS

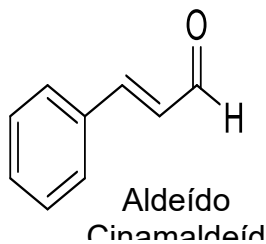
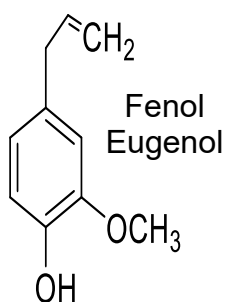
- Monoterpenos



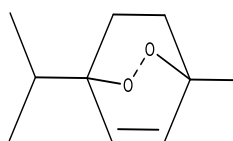
Monocíclicos

Cimeno ou *p*-cimenoÁlcool acíclico
CitronelolÁlcool acíclico
FarnesolBíciclico
Carofileno

2- COMPOSTOS AROMÁTICOS

Aldeído
CinamaldeídFenol
Eugenol

3-TERPENOIDES

Isoprenoide
Ascaridol

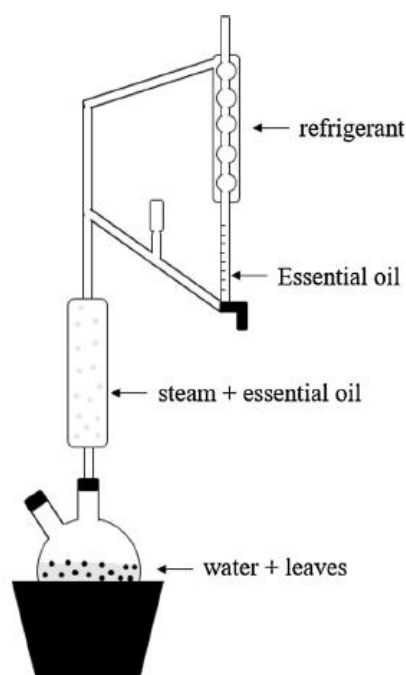
Fonte: Adaptado de BAKKALI *et al.* (2008).

O método de extração deve ser escolhido levando em conta a parte da planta que se localiza o óleo, assim como a quantidade de óleo que se deseja obter do material que está sendo trabalhado.

Diversos métodos podem ser empregados para a extração de óleos essenciais. Entre as principais técnicas temos a enfloração, extração com solvente orgânico, prensagem, extração por CO₂ supercrítico e hidrodestilação.

A hidrodestilação, é empregada para extrair óleos essenciais de plantas frescas. Os óleos essenciais possuem tensão de vapor mais elevada que a da água, sendo, por isso, arrastados pelo vapor d'água. Na técnica é usado o aparelho de Clevenger e o óleo obtido, após separar-se da água, deve ser seco e mantido a baixa temperatura (SIMÕES *et al.*,2004).

Figura 4. Hidrodestilação utilizando aparelho do tipo Clevenger



Fonte: SILVA *et al.*, 2018.

2.4 EXTRAÇÃO ASSISTIDA POR MICRO-ONDAS

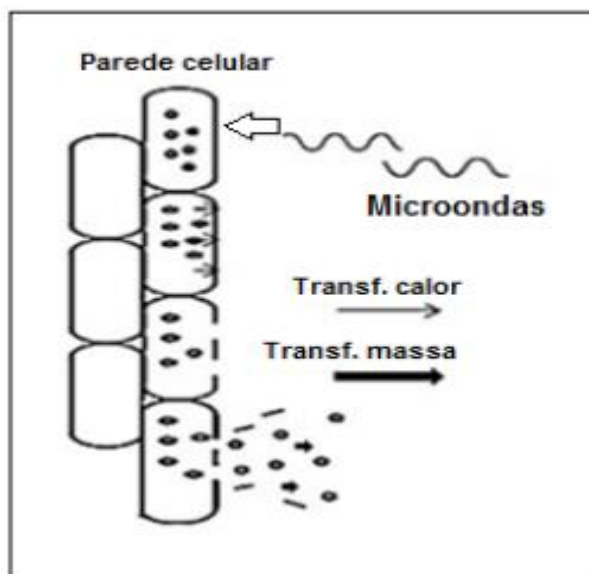
Atualmente, visando superar as limitações inerentes ao método convencional de extração hidridestilação (HD) de óleos essenciais, tecnologias emergentes têm sido empregadas, tais como extração assistida por micro-ondas, extração assistida por ultrassom e extração com fluido supercrítico (RIBEIRO, 2018). Por ser o foco deste trabalho, aborda-se com maior detalhamento a extração assistida por micro-ondas.

As micro-ondas são radiações eletromagnéticas cuja frequência situa-se na faixa de 300 MHz a 300 GHz, correspondentes a comprimentos de ondas de 1 mm a 1 m (TADINI *et al.*, 2016). A radiação eletromagnética é uma energia não ionizante, ou seja, não afeta as ligações químicas e nem causa alterações moleculares devido à remoção de elétrons (LIEW *et al.*, 2016).

As radiações eletromagnéticas da energia micro-ondas são resultados da ação de dois campos perpendiculares: campo elétrico e campo magnético. As micro-ondas, particularmente, atuam nas moléculas do material exposto a elas por meio de dois mecanismos: rotação dipolar e condução iônica (LETELIER; BUDZINSKI; 1999). Esses mecanismos são responsáveis pelo aquecimento do material por meio da conversão da energia eletromagnética em calor. De acordo com Tadini *et al.* (2016), a rotação dipolar ocorre devido à aplicação de um campo elétrico que promove o alinhamento das moléculas com momento dipolo e, quando essas moléculas voltam ao estado desordenado, a energia que foi absorvida durante seu alinhamento é dissipada na forma de calor.

Na extração assistida por micro-ondas, à energia eletromagnética convertida em calor aumenta a temperatura interna das células da matriz, devido ao aquecimento e à evaporação da umidade presente, ocasionando o aumento da pressão interna, rompimento de membranas e liberação do óleo essencial (YANG; 2015; BENDJERSI *et al.*, 2016; LIEW *et al.*, 2016). A Figura 5 apresenta esquematicamente esse processo.

Figura 5. Esquematização do efeito das micro-ondas sobre a estrutura de matrizes vegetais



Fonte: Adaptado de LIEW *et al.* 2016.

Sendo assim, a tecnologia emergente de micro-ondas tem sido empregada não somente para a extração de óleos essenciais, mas também na extração de diversos componentes, tais como: pectinas, polifenóis, flavonóis, antocianinas e polissacarídeos (MARAN *et al.*, 2014; SEIXAS *et al.*, 2014; BOUKROUFA *et al.*, 2015; REYES-JURADO *et al.*, 2015; LI *et al.*, 2016a; LIEW *et al.*, 2016). Quanto à aplicação específica da tecnologia de micro-ondas na extração de óleos essenciais, estudos apontam a utilização de diferentes matrizes como fonte desse substrato, tais como: casca de laranja, casca de limão, folhas de eucalipto, folhas de magnólia, folhas de manjeriço e folhas de lúcia-lima (FRANCO-VEGA *et al.*, 2016; KUSUMA; MAHFUD, 2016; LI *et al.*, 2016b; GOLMAKANI *et al.*, 2017).

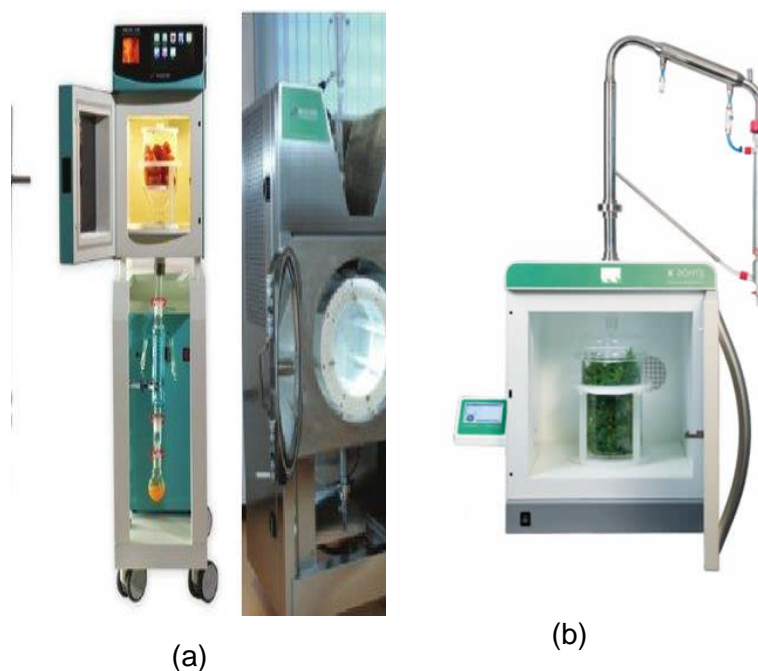
2.4.1 EQUIPAMENTOS

Existem diversas configurações de equipamentos aplicados para a extração assistida por micro-ondas de óleos essenciais. Primeiramente, conforme indicado na Figura 6, aparelhos micro-ondas laboratoriais podem ser utilizados. Essa opção caracteriza-se recente, de alto custo e ainda em surgimento nos laboratórios. Esses

aparelhos oferecem diversas maneiras de controlar o processo de extração, como controle de temperatura, pressão, potência e agitação (ESKILSSON; BJÖRKLUND, 2000).

Figura 6. Principais equipamentos micro-ondas laboratoriais para a extração de óleos essenciais. Legenda: (a) Sistema de extração micro-ondas NEOS GR; (b)

Sistema de extração micro-ondas NEOS

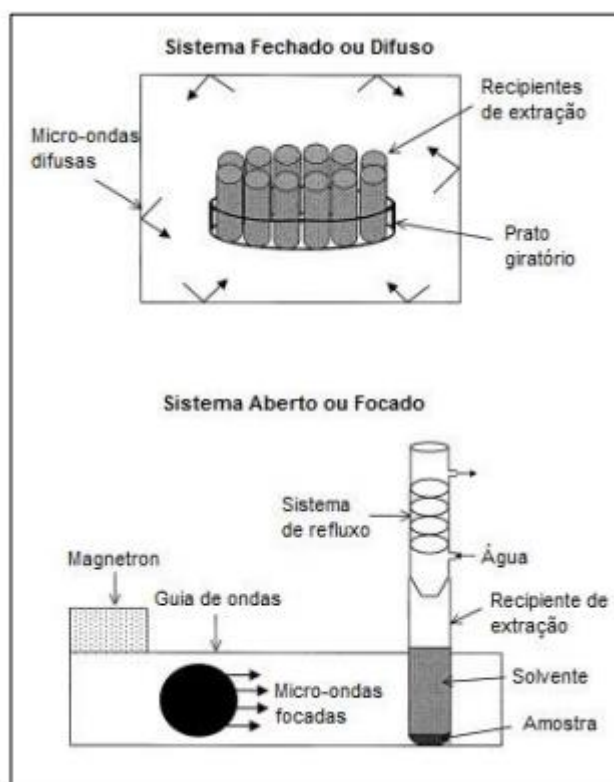


Fonte: Adaptado de FILLY *et al.* (2014), CHEMAT *et al.* (2015), RINALDI *et al.* (2015) e FRANCO-VEGA *et al.* (2016).

Além disso, os aparelhos micro-ondas utilizados na extração de óleos essenciais também podem ser classificados em sistemas micro-ondas fechado (ou difuso) e sistemas abertos (ou focados), conforme indicado na Figura 7 (CAMEL, 2000; MANDAL; MOHAN; HEMALATHA, 2007). No sistema fechado, as radiações de micro-ondas são dispersas e não uniformes; sua configuração permite a extração simultânea de vários recipientes; e podem operar abaixo da pressão atmosférica. No sistema aberto, as radiações das micro-ondas são homogêneas, uniformes e restritas à área onde a amostra é exposta; e operam à pressão atmosférica (LETELLIER; BUDZINSKI, 1999; CAMEL, 2000; MANDAL; MOHAN; HEMALATHA, 2007). Os fornos micro-ondas

domésticos são classificados como um sistema fechado com micro-ondas dispersas (MANDAL; MOHAN; HEMALATHA, 2007).

Figura 7. Esquematização da classificação dos sistemas micro-ondas na extração de óleos essenciais

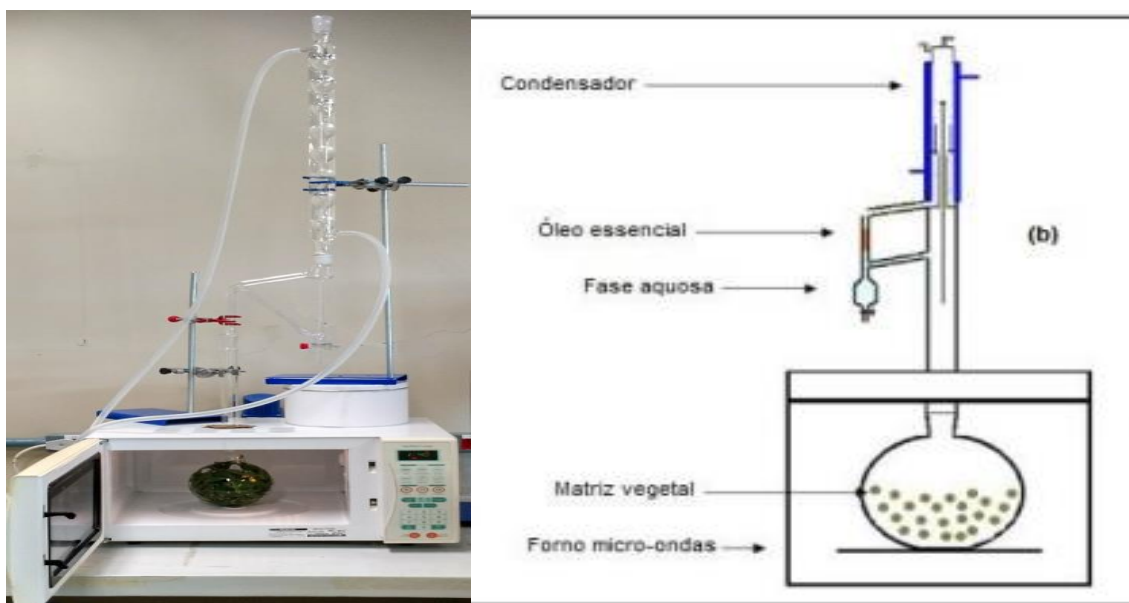


. **Fonte:** Adaptado de CAMEL (2000).

Devido à desvantagem do alto custo desses equipamentos laboratoriais, frequentemente, no estudo da extração assistida por micro-ondas de óleos essenciais são desenvolvidas adaptações, empregando fornos de micro-ondas doméstico modificados (ROSINI; NASCENTES; NÓBREGA, 2004). A Figura 8 apresenta as duas principais modificações aplicadas ao forno de micro-ondas para a extração de óleos essenciais. Essas modificações estão relacionadas com a adaptação do aparato experimental da extração convencional para a extração assistida por micro-ondas.

Figura 8. Modificações utilizadas em forno de micro-ondas doméstico para extração

de óleos essenciais. (a) hidrodestilação; (b) aparelho de Clevenger



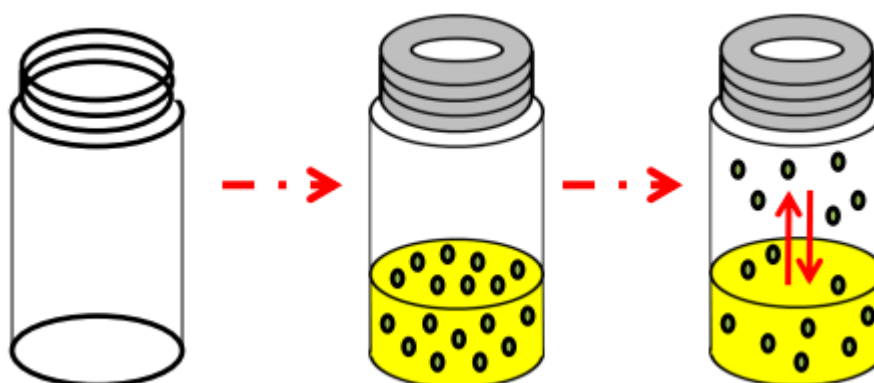
Fonte: Adaptado de FERHAT et al. (2006) e KUSUMA; MAHFUD (2016).

A primeira modificação consiste em acoplar o condensador de Liebig (externo ao aparelho de micro-ondas) ao balão contendo a matriz vegetal (interno ao micro-ondas). A segunda modificação, por sua vez, consiste na utilização do aparelho de Clevenger, o qual permite o refluxo do solvente. Dentro desse contexto, Kusuma e Mahfud (2016; 2017a) utilizaram a primeira adaptação ao micro-ondas doméstico para a extração de óleos essenciais de patchouli e manjerição. Essa modificação também foi aplicada por Gupta, Shah e Shrivastav (2013) na extração de óleo essencial de eucalipto. Kusuma e Mahfud (2017b), empregaram essa mesma modificação e adaptaram um compressor ao micro-ondas, para injetar ar e também analisar o processo de ar-hidrodestilação. O segundo método de modificação do aparelho microondas doméstico é o mais aplicado para diferentes matrizes vegetais e na extração de diversos óleos essenciais. Dessa maneira, pesquisas apontam sua utilização na extração de óleos essenciais de casca de limão, casca de laranja, folhas de alecrim, folhas de orégano, folhas de eucalipto e casca de canela (HASHEMI-MOGHADDAM *et al.*, 2013; GOLMAKANI; MOAYYEDI, 2015; FERHAT *et al.*, 2016; JEYARATNAM *et al.*, 2016).

2.5 EXTRAÇÃO POR HEADSPACE

Desenvolvida na década de 1970, a técnica se baseia na extração de substâncias voláteis de diversas matrizes empregando-se um sistema fechado (vial) que poderá ser aquecido, quando uma alíquota do vapor presente no sistema é removida e introduzida em um cromatógrafo a gás (SOARES *et al.*, 2007). Esta técnica é conhecida por extração por headspace, e se caracteriza por ser mais empregada para analisar compostos voláteis em baixas concentrações (ZELLNER *et al.*, 2008). Nesta técnica, o analito é, necessariamente, mais volátil que a matriz, sendo volatilizado preferencialmente, podendo ser determinado sem os interferentes dos outros componentes da matriz, através da análise do vapor desprendido da amostra (FOURMENTIN *et al.*, 2007; FREIRE *et al.*, 2008). Esse processo permite que compostos não voláteis não entrem no sistema cromatográfico, não permitindo a contaminação de injetores, coluna e detectores com essas substâncias não desejadas e, conseqüentemente, a análise se torna mais limpa (MATA, 2004; HELENO *et al.*, 2010).

Figura 9. Representação do esquema de Headspace



Fonte: SILVIA, 2012

A principal característica desta técnica é a possibilidade da determinação direta

de componentes voláteis da amostra, uma vez que a introdução da amostra no cromatógrafo a gás ocorre sem pré-tratamento ou com reduzido manuseio da amostra (SOARES *et al.*, 2007). Além disso, a extração por headspace apresenta outras vantagens em relação aos métodos que utilizam solventes, com destaque à reduzida massa para extração (VARMING; PETERSEN; POLL, 2004; KAFKAS *et al.* 2005, HELENO *et al.*, 2010). As variações mais conhecidas desta técnica incluem o método do headspace estático e o método do headspace dinâmico (purge-and-trap) (HELENO *et al.*, 2010). No método estático, a amostra é armazenada e selada em frasco (vial) hermético e os analitos voláteis são coletados no espaço vazio do vial (ou headspace do frasco) após equilíbrio de volatilização (COLLINS; BRAGA; BONATO, 2006). Já no método dinâmico, um fluxo de gás inerte, normalmente hélio ou nitrogênio, é borbulhado na amostra e os 20 analitos voláteis são transferidos para uma armadilha de compostos, denominada trap, para coleta e posterior análise cromatográfica (ZELLNER *et al.*, 2008). O trap é aquecido e os componentes voláteis são dessorvidos e liberados e, posteriormente, transferidos para o cromatógrafo a gás. Tanto técnicas de headspace estático como headspace dinâmico têm sido empregadas para transferência de componentes voláteis de matrizes complexas para a fase gasosa. Para este trabalho foi empregada a técnica de headspace dinâmico. Para essas técnicas, a recuperação dos compostos voláteis depende de fatores tais como: a temperatura de dessorção dos analitos, temperatura de amostragem, tempo de equilíbrio da extração, força iônica da fase extratora, dentre outros (BRUNETTO *et al.*, 2009).

3. METODOLOGIA

3.1 LOCAL ONDE FOI DESENVOLVIDA APESQUISA

A presente pesquisa foi desenvolvida no Laboratório de Produtos Naturais Bioativos (LPNBio) do Departamento de Química da Universidade Federal Rural de Pernambuco (UFRPE) . As análises químicas dos óleos essenciais foram realizadas no Centro de Apoio á Pesquisa da Universidade Federal Rural de Pernambuco-

CENAPESQ e no próprio LPNBio.

3.2 COLETA DO MATERIAL BOTÂNICO

A coleta de *B. variegata* foi realizada no bairro da Tamarineira, com coordenadas, latitude 34°S (-34.909490626774264) e longitude 8°W (-8.032560863552648), Recife-PE. As diferentes partes da planta foram separadas e tratadas no Laboratório de Produtos Naturais Bioativos da Universidade Federal Rural de Pernambuco (UFRPE).

Figura 10. *B. variegata*



Fonte: AMANDA, 2021

3.2.1 Obtenção dos óleos essenciais por hidrodestilação

200 g das flores de *B. variegata* foram separadamente trituradas com água. Em seguida, seus óleos essenciais foram obtidos através da técnica de hidrodestilação por 2h em um aparelho tipo Clevenger modificado. Os óleos essenciais foram separados da

água por partição com hexano, secos com sulfato de sódio anidro e depois filtrado. Cada óleo foi armazenado no congelador a -5°C em vidros hermeticamente vedados até a realização da análise química.

3.2.2 Obtenção dos óleos essenciais por Micro-ondas

Flores, 70g, de *B. variegata* foram separadamente trituradas com água e seus óleos essenciais obtidos através de extração por micro-ondas convencional empregado a técnica de hidrodestilação em um aparelho tipo Clevenger modificado. Os óleos essenciais foram separados da água por partição com hexano, secos com sulfato de sódio anidro e depois filtrado. Cada óleo foi armazenado no congelador a -5°C em vidros hermeticamente vedados até a realização da análise química.

Para a modificação do micro-ondas comercial foi utilizado um aparelho de marca, consul (modelo CMS30ABHNA) de 25 L, com frequência 2.450 MHz e potência máxima de 1.700 W. forno de micro-ondas foi modificado através de uma perfuração no centro da parede superior da sua cavidade para acoplar uma junta cônica e um balão de fundo de redondo de 1.000 mL no ponto central da cavidade, localização na qual ocorre maior incidência de radiação micro-ondas. Um aparelho de Clevenger, que permite a separação do óleo e o refluxo da água condensada, juntamente com um condensador de bolas foi adaptado ao sistema. A perfuração foi vedada com uma placa e fita de PTFE (Politetrafluoretileno) para evitar qualquer perda de radiação. Adicionaram-se, aproximadamente, 300 mL de água destilada e foi realizado seu aquecimento por 18 minutos na potência 1.700 W. A água foi utilizada como solvente

3.2.3 Extração por headspace dinâmico

Para capturar os compostos voláteis, foram feitas armadilhas de sacolas plásticas e introduzido no interior da sacola, 100 mg de adsorvente Porapak Q, (Supelco, 80-100 malha) foram embalados e selados nas extremidades. Amostragem, as armadilhas foram sucessivamente lavadas com 10 mL de metanol (Tedia Brasil, grau cromatografia), 10 mL de diclorometano (Merck, grau de cromatografia) e 10 mL de hexano (Tedia Brasil, grau de cromatografia) e mantido em uma estufa a 100°C por 8 h, depois por 30 min sob fluxo de nitrogênio (Praxair Inc., 99,99%) para garantir a remoção de compostos

residuais. Uma flor ainda ligada à planta era inserido nas sacolas com um polivinil bolsa e os compostos voláteis dentro do sistema foi capturado por 24 hora através da armadilha, usando uma bomba de vácuo portátil com um fluxo de 100 mL/min. Após a amostragem, as armadilhas foram eluídas com 300 µL de hexano e acetato de etilo (1:1), cromatografia graduação (Tedia Brasil). O eluente foi coletado em um vial (1,5 mL) armazenados no congelador a - 5 ° C até as análises dos compostos voláteis. Todos os experimentos foram feitos em triplicatas.

3.2.4 Extração com Hexano

Flores, 80g, de *B. variegata* foram separadamente trituradas com hexanos por 24h a fim de se capturar os constituintes apolares presentes nas flores. Toda a extração foi realizada em triplicata.

3.3 Análise da composição química dos óleos essenciais por CG-EM

As análises químicas dos óleos essenciais obtidos das flores da planta selecionada foram submetidas à análise cromatográfica em um aparelho Perkin Elmer Clarus 500 GC equipado com um detector de ionização de chamas (FID) e uma coluna capilar de sílica fundida DB-5 não polar (30 mx 0,25 mm x 0,25 µm) (J & W Scientific). A temperatura do forno foi programada de 60 a 240 °C a uma velocidade de 3°C min⁻¹. As temperaturas do injetor e do detector foram de 260 °C. O hidrogênio foi usado como gás portador a uma taxa de fluxo de 1mL min⁻¹ no modo dividido (1:30). O volume de injeção foi de 0,5 µL de solução diluída (1/100) de óleo em *n*-hexano. A quantidade de cada composto foi calculada a partir de áreas de pico de GC-FID na ordem da ebulição da coluna DB-5 e expressa como uma porcentagem relativa da área total dos cromatogramas. As análises foram realizadas em triplicata. O índice de retenção foi obtido aplicando uma amostra do óleo com mistura de hidrocarbonetos lineares C₁₁-C₂₄ (índice de retenção variando de 900 à 1099, esta variação será obtida por extrapolação). A identificação foi feita com base na comparação dos índices de retenção (VANDENDOOL & KRATZ, 1963), bem como por comparação computadorizada do espectro de massa obtido com aqueles

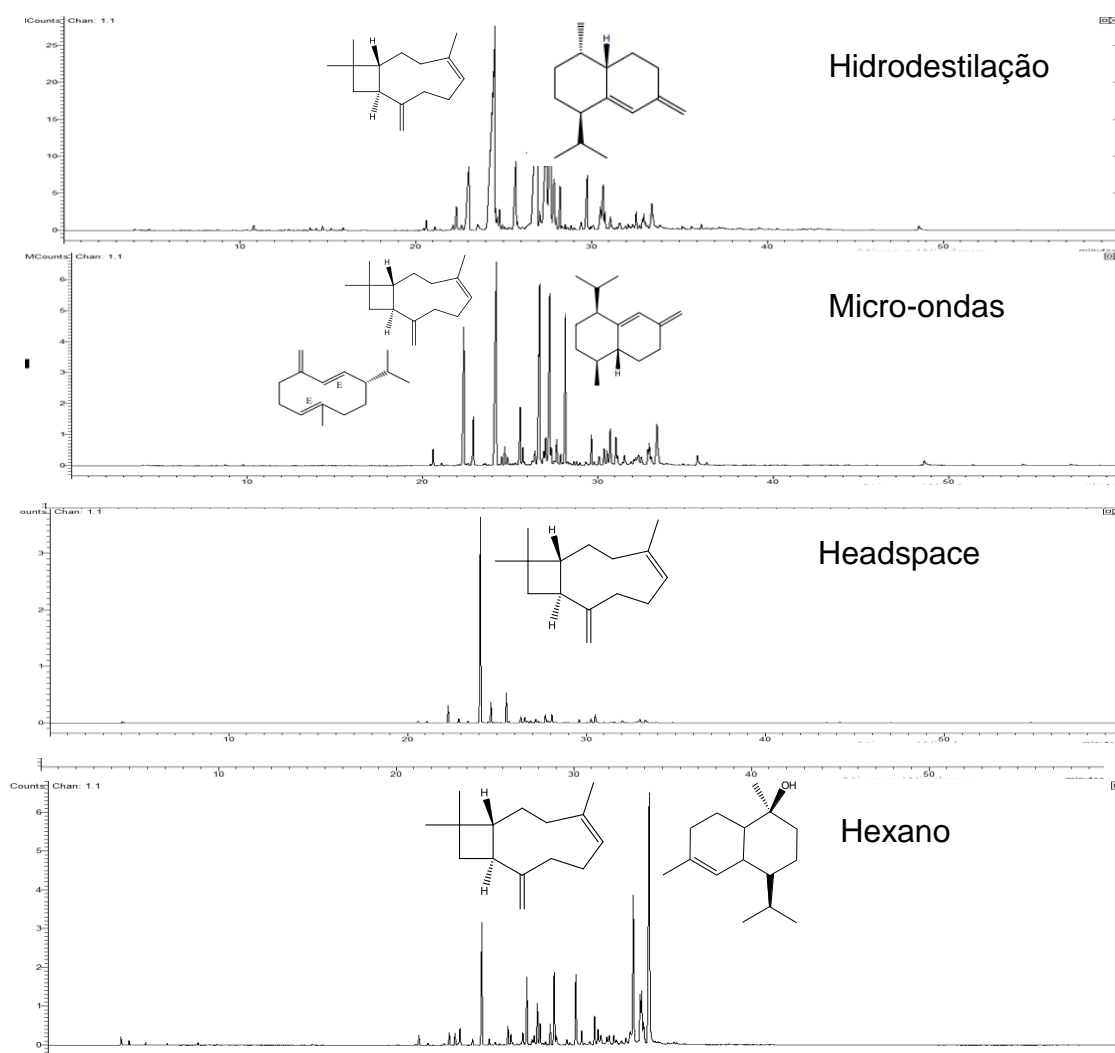
contidos na biblioteca de espectro de massas do NIST do bando de dados CG-EM (ADAMS, 2007).

Padrões de monoterpenos e sesquiterpenos foram utilizados como padrões na identificação por CG-EM.

4. RESULTADOS E DISCUSSÕES

As análises dos voláteis das flores de *B. variegata* pelas diferentes técnicas empregadas revelaram perfis químicos distintos (Figura 9).

Figura 11. Cromatograma de CG-EM dos voláteis de *B. variegata* obtido por diferentes técnicas



As análises por CG-EM permitiram a identificação de um total de 40 compostos representando 96,94% 98,16%, 99,86% e 98,84% dos voláteis obtidos pelas técnicas de headspace, extração com hexano, hidrodestilação e extração por microondas (Tabela 1).

Tabela 1. Composição química dos voláteis das flores de *B. variegata* obtida por diferentes técnicas de extração

| Compostos | IR ^a | IR ^b | Modo de extração | | | |
|-------------------------------------|-----------------|-----------------|------------------|------------|-----------|--------|
| | | | Hidrodestilação | Microondas | Headspace | Hexano |
| δ -Elemeno | 1323 | 1335 | - | 0,84 | - | 0,64 |
| α -Cubebeno | 1335 | 1345 | - | 0,15 | - | 0,97 |
| α -Copaeno | 1364 | 1374 | 5,72 | 9,17 | - | 1,15 |
| β -Elemeno | 1377 | 1389 | - | 2,73 | - | - |
| β -Cariofileno | 1406 | 1417 | 38,89 | 18,35 | 56,69 | 10,01 |
| β -Cedreno | 1415 | 1419 | 3,82 | 0,42 | 0,20 | - |
| β -Copaeno | 1420 | 1430 | 3,90 | 1,03 | 3,18 | - |
| β -Gurjuneno | 1423 | 1431 | 0,12 | 0,46 | 3,34 | - |
| γ -Elemeno | 1441 | 1434 | 8,00 | 3,56 | 9,90 | 1,45 |
| α -Humuleno | 1445 | 1452 | 3,44 | 0,95 | | 0,74 |
| <i>allo</i> -Aromadendreno | 1447 | 1458 | | 0,17 | 0,94 | |
| <i>cis</i> -Cadina-1(6),4-dieno | 1461 | 1461 | 0,22 | 0,85 | 0,78 | 0,94 |
| <i>cis</i> -Muurolo-4(14),5-dieno | 1467 | 1464 | 6,02 | 14,50 | 1,66 | 5,56 |
| γ -gurjuneno | 1474 | 1475 | 0,09 | 0,79 | 0,61 | - |
| γ -Muurolo | 1476 | 1478 | - | 1,65 | 1,32 | - |
| Germacreno D | 1482 | 1484 | 8,40 | 12,52 | 0,33 | 3,33 |
| Aristolocheno | 1484 | 1487 | - | 0,43 | 0,20 | 1,66 |
| β -Selineno | 1491 | 1489 | - | 1,53 | 2,64 | 0,86 |
| <i>trans</i> -muurolo-4(14),5-dieno | 1497 | 1493 | 14,35 | 9,14 | 0,60 | 5,79 |
| γ -Cadineno | 1504 | 1513 | 0,09 | 0,51 | - | 0,72 |
| Cubebol | 1507 | 1514 | - | 0,14 | 2,64 | - |
| δ -Cadineno | 1516 | 1522 | - | 0,16 | 0,56 | - |

| | | | | | | |
|---------------------------------|------|------|-------|-------|-------|-------|
| (Z)-Nerolidol | 1520 | 1531 | - | 0,20 | 2,84 | - |
| Cis-muurool-5-en-4 α -ol | 1541 | 1559 | 0,17 | 1,66 | 1,16 | 6,65 |
| β -calacoreno | 1545 | 1564 | 0,86 | 0,16 | - | - |
| Maaliol | 1552 | 1566 | - | 0,57 | 0,82 | 1,12 |
| Espatuleno | 1560 | 1577 | 0,32 | 0,99 | 0,58 | 1,20 |
| Oxido de cariofileno | 1565 | 1582 | 0,08 | 0,87 | 2,98 | 1,16 |
| Thujopsan-2- α -ol | 1569 | 1586 | 2,11 | 2,11 | - | 1,08 |
| Thujopsan-2- β -ol | 1577 | 1588 | 1,23 | 1,60 | - | - |
| Carotol | 1579 | 1594 | 0,14 | 0,59 | - | - |
| Ledol | 1586 | 1602 | - | 0,16 | - | 0,67 |
| β -atlantol | 1589 | 1608 | 0,19 | 0,73 | 0,87 | - |
| Cis-isolongifolanona | 1608 | 1612 | - | 1,00 | - | - |
| Isolongifolan-7- α -ol | 1615 | 1618 | 0,43 | 0,67 | | 12,30 |
| 1,10-di-epi-Cubenol | 1624 | 1618 | - | 0,81 | 1,14 | 8,69 |
| 1-epi-Cubenol | 1627 | 1627 | 0,16 | 1,34 | - | 1,95 |
| 1-epi-Cadiniol | 1629 | 1638 | 0,11 | 0,64 | - | - |
| Epi- α -Muurolol | 1638 | 1640 | 1,00 | 3,78 | 0,96 | 29,52 |
| Amorpha-4,9-dien-2-ol | 1700 | 1700 | - | 0,80 | - | - |
| 14-hydroxy- α -humuleno | 1715 | 1713 | - | 0,16 | - | - |
| Total | | | 99,86 | 98,84 | 96,94 | 98,16 |

IR^a = Índices de retenção calculados a partir dos tempos de retenção em relação aos da série C₈-C₄₀ de n-alcanos em uma coluna capilar de 30m DB-5. IR^b = Índices de retenção da literatura. IR = índice de retenção; MS = espectroscopia de massa; CI: Co-injeção com compostos autênticos.

Os voláteis se mostraram constituídos basicamente de sesquiterpenos. Predominância de sesquiterpenos na composição química de óleos de espécies do gênero também reportado para espécies que ocorrem em outras regiões do Brasil e do mundo como, por exemplo: *B. aculeata* (99,0%) e *B. pentandra* (99,0%) coletadas no Rio de Janeiro; *B. longifolia* (89,0%) e *B. brevipes* (83,97%) coletada em Minas Gerais; *B. variegata* (90,5%); (Duarte-Almeida et al., 2004) e *B. forficata* (94,0%) (Sartorelli, 2007) coletadas em São Paulo; *B. unguata* (84,5%) (de Sousa et al., 2016) e *B. acuruana* (91,4%) (Gois et al., 2011) coletadas no Ceará e *B. tomentosa* (49,10%) (Vasudevan et al., 2014) coletada na Índia. Por outro lado, também é observado a predominância do

diterpeno phytol na composição dos óleos essenciais de outras espécies do gênero como em *B. scandens* (88,32%); *B. purpúrea* (90,38%); *B. malabarica* (62,17%); *B. acuminata* (65,90%) (Vasudevan *et al.*, 2014); *B. acuminata* (65,90%) (VASUDEVAN *et al.*, 2013); *B. pentandra* (58,78 ±8,51%) (DE ALMEIDA *et al.*, 2015).

As diferentes técnicas de extração realizada para obtenção dos constituintes voláteis de *B. variegata* mostraram perfis diferentes. Com exceção da extração por hexano, que revelou como constituinte majoritário o epi- α -muurolol (29,52%) o β -cariofileno foi encontrado como constituinte majoritário nas extrações por hidrodestilação (38,89%), micro-ondas (18,35%) e por adsorção (56,69%). Porém, mesmo não sendo o constituinte majoritário na extração dos voláteis com hexano, o β -cariofileno foi identificado em percentual significativo no extrato hexânico como 10,01% do total dos constituintes. Outros constituintes foram identificados em altos percentuais como o γ -elemeno (8,00 %), germacrene D (8,40%) e *trans*-muurolal-4(14),5-dieno (14,35 %) através da técnica de hidrodestilação; α -copaeno (9,17%), *cis*-muurolal-4(14),5-dieno (14,50%), germacrene D (12,52%) e *trans*-muurolal-4(14),5-dieno (9,14%) por micro-ondas; γ -elemeno (9,90%) por adsorção com headspace dinâmico e o Isolongifolan-7- α -ol (12,30%) e 1,10-di-epi-Cubenol (8,69%) na extração com hexano (Tabela 1).

Estes resultados divergem dos da literatura que relata para os óleos essenciais a presença dos sesquiterpenos γ -elemeno (19.0 %), *cis*-muurolal-5-en-4- α -ol (24.4 %) coletada na Índia (Sahoo *et al.*, 2013), Germacrene D (24.7%), γ -elemeno (18.7%) e Epatulenol (13.3%) coletada em São Paulo (Duarte-Almeida *et al.*, 2004).

A presença do sesquiterpeno β -cariofileno em espécies do gênero *Bauhinia* também é relatada para os óleos das folhas de *B. unguolata* (15,9%) coletada em Roraima (Medeiros *et al.*, 2016) e no Ceará (14,5%) (Sousa *et al.*, 2016), *B. forficata* (18,5%), *B. longifolia* (17,4%), *B. pentandra* (46,6%) coletadas em São Paulo (Duarte-Almeida *et al.*, 2004) e em *B. acuminata* (13,87%) coletada na Índia (Vasudevan *et al.* 2013).

5. CONSIDERAÇÕES FINAIS

Neste primeiro relato da composição química do óleo essencial e substâncias voláteis das flores de espécie do gênero *Bauhinia variegata* L.

- Verificou-se que os óleos são constituídos basicamente por sesquiterpenos.
- Os testes realizados com métodos diferentes, mostraram que os óleos essenciais das plantas são constituídos de substâncias bioativas com diferentes compostos.
- O principal constituinte identificado foi o β -cariofileno encontrado como constituinte majoritário nas extrações por hidrodestilação (38,89%), microondas (18,35%) e por headspace (56,69%). Por outro lado, a extração com hexano revelou predominância do epi- α -muurolol (29,52%).
- Outros estudos, como realização de testes biológicos com inimigos naturais e com compostos majoritários são necessários na validação de sua eficácia pois não há relatos na literatura do uso no controle de pragas para esse fim.

6. REFERÊNCIAS

ADAMS, R.P., Identification of Essential Oil Components by Gas Chromatography/Mass Spectroscopy. Allured Publishing Corporation, p. 468, 2001.

AGRAWAL,R.C., PANDEY S. Evaluation of Anticarcinogenic and Antimutagenic Potential of Bauhinia variegata Extract in Swiss Albino Mice. Research Communication, 2009.

ANGIONI, A.; BARRA, A.; CORONEO, V.; DESSI, S.; CABRAS, P., Chemical composition, seasonal variability, and antifungal activity of Lavandulastoechas L. ssp. stoechas essential oils from stem/leaves and flowers. J. Agric. Food Chem. 54: 4364-4370, (2006).

BAKKALI, F. et al., Biological effects of essential oils: a review. Food and Chemical Toxicology, v. 46, p. 446-475, 2008.

BENDJERSI, F. et al. Phytochemical composition of the Algerian Laurus nobilis L. leaves extracts obtained by solvent-free microwave extraction and investigation of their antioxidant activity. Journal of Essential Oil Research, 2016.

BENREY, B., A.; CALLEJA, L. RIOS, K.; OYAMA, R.F., The effects of domestication of Brassica and Phaseolus on the interaction between phytophagous insects and parasitoids. Biol. Control v. 11, p. 130-140, 1998.

BRASIL, Agência Nacional de Vigilância Sanitária. Resolução RDC nº 2, de 15 de janeiro de 2007. Disponível em: . Acesso em: 15 jul. 2017.

BOUKROUFA, M. et al. Bio-refinery of orange peels waste: a new concept based on integrated green and solvent free extraction process using ultrasound and microwave techniques to obtain essential oil, polyphenols and pectin. Ultrasonics Sonochemistry, v. 24, p. 72-79, 2015.

BRUNETON, J. **Farmacognosia fitoquímica plantas medicinales**. 2. Ed. Editora Acribia.Zaragoza, 2001.

BRUNETTO, M. R.; CAYAMA, Y. D.; GUTIÉRREZ, L.; ROA, S. C.; MÉNDEZ, Y. C.; GALLIAGNANI, M.; ZAMBRANO, A.; GÓMEZ, A.; RAMOS, G. Headspace gas chromatography-mass spectrometry determination of alkylpyrazines in cocoa liquor samples. Food Chemistry, London, GB, v.112, n. 1, p. 253-527, 2009.

BÜLLO, N.; KÖNIG, W.,The role of germacrene D as a precursor in sesquiterpene biosynthesis: investigations of acid catalyzed, photochemically and thermally induced rearrangements. Phytochemistry 55, 141–168, (2000).

CAMEL, V. Microwave assisted solvent extraction of environmental samples. *Trends in analytical chemistry*, v. 19, n. 4, p. 229-248, 2000.

CARDOSO, C.L.; KATAOKA, V.M.F.; RÉ-POPPI, N. Leaf Oil of *Campomanesia sessiliflora* O.Berg. **Journal of Essential Oil Research**, p. 303-304, 2011.

CARDOSO, C.L.; KATAOKA, V.M.F.; RÉ-POPPI, N. Identification of the Volatile Compounds of Flowers of *Campomanesia sessiliflora* O. Berg and *Campomanesia xanthocarpa* O. Berg. **Journal of Essential Oil Research**, p.254-256, 2011.

COLLINS, C. H.; BRAGA, G. L.; BONATO, P. S. Fundamentos de cromatografia. Campinas: UNICAMP, 2006. 453 p.

DA CAMARA, C.A.G.; DE MORAES, M.M.; DE MELO, J.P.R.; DA SILVA, M.M.C. Chemical Composition and Acaricidal Activity of Essential Oils from *Croton rhamnifolioides* Pax and Hoffm. in Different Regions of a Caatinga Biome in Northeastern Brazil. **Journal of Essential Oil Bearing Plants**, v. 20, p. 1434-1449, 2017.

DA Cunha, A. M., Menon, S., Menon, R., Couto, A. G., Bürger, C., & Biavatti, M. W. Hypoglycemic activity of dried extracts of *Bauhinia forficata*. *Link. Phytomedicine*, 17(1), 37–41, (2010).

DE ALMEIDA, M.C.; SOUZA, L.G.; FERREIRA, D.A.; MONTE, F.J. BRAZ-FILHO, R.; DE LEMOS, T.L. Chemical composition of the essential oil and fixed oil *Bauhinia pentandra* (Bong.) D. Dietr. *Pharmacognosy Magazine*, 44, 362-364 (2015).

DUARTE, A.J.M.; NEGRI, G.; SALATINO, A. Volatile oils in leaves of *Bauhinia* (Fabaceae Caesalpinioideae). *Biochemical Systematics and Ecology*, 32(8), 747–753, (2004).

DUARTE-ALMEIDA, J.M.; NEGRI, G.; SALATINO, A. Volatile oils in leaves of *Bauhinia* (Fabaceae Caesalpinioideae). *Biochemical Systematics and Ecology*, 32(8), 747–753, (2004).

ESKILSSON, C. S.; BJÖRKLUND, E. Analytical-scale microwave-assisted extraction. *Journal of Chromatography*, v. 902, p. 227-250, 2000.

FERHAT, M. A. et al. An improved microwave Clevenger apparatus for distillation of essential oils from orange peel. *Journal of Chromatography*, v. 1112, p. 121-126, 2006.

FERHAT, M. A. Rapid extraction of volatile compounds using a new simultaneous microwave distillation: solvent extraction device. *Cromatographia*, v. 65, p. 217-222, 2007.

FERREIRA, F.M.; PALMEIRA, C.M.; OLIVEIRA, M.M.; SANTOS, D.; SIMÕES, A.M.; ROCHA, S.M.; COIMBRA, M.A.; PEIXOTO, F., Nerolidol effects on mitochondrial and cellular energetic. *Toxicol in Vitro*, 26(2): 189-196, (2012).

FERRY, N.; EDWARDS, M.G.; GATEHOUSE, J.A.; GATEHOUSE A.M.R., Plant-insect interactions: Molecular approaches to insect resistance. *Curr. Opin. Biotechnol.* v.15 p. 155-161, 2004.

FILLY, A. et al. Solvent-free microwave extraction of essential oil from aromatic herbs: from laboratory to pilot and industrial scale. *Food Chemistry*, v. 150, p. 193-198, 2014.

FOURMENTIN, S.; OUTIRITE, M.; BLACH, P.; LANDY, D.; PONCHEL, A.; MONFLIER, E.; SURPATEANU, G. Solubilisation of chlorinated solvents by cyclodextrin derivatives: a study by static headspace gas chromatography and molecular modeling. *Journal of Hazardous Materials, Amsterdam, NL*, v.141, n. 1, p. 92-97, Mar. 2007.

FRANCO-VEGA, A. et al. Estimation of mass transfer coefficients of the extraction process of essential oil from orange peel using microwave assisted extraction. *Journal of Food Engineering*, v. 170, p. 136-143, 2016.

FREIRE, M. T. A.; BOTTOLI, C. B. G.; FABRIS, S.; REYES, F. G. R. Contaminantes voláteis provenientes de embalagens plásticas: desenvolvimento e validação de métodos analíticos. *Química Nova*, São Paulo, SP, v. 31, n. 6, p. 1522-1532, 2008.

GOHOLE, L.S.; OVERHOLT, W.A.; KHAN, Z.R.; PICKETT, J.A.; VET, L.E., Effects of molasses grass, *Melinis minutiflora* volatiles on the foraging behavior of the cereal stemborer parasitoid, *Cotesia sesamiae*. *J. Chem. Ecol.* v. 29, p. 731-745, 2003b.

GOIS, R.W. DA SILVA L.M. DE SOUSA, T.L.G. LEMOS, A.M.C. ARRIAGA, M. ANDRADRE- NETO, G.M.P. SANTIAGO, Y.S. FERREIRA, P.B. ALVES, H.C.R. Chemical Composition and Larvicidal Effects of Essential Oil from *Bauhinia acuruana* (Moric) against *Aedes aegypti*. *Journal of Essential Oil Research*, 23(5), 59-62, (2011).

GOLMAKANI, M. T. et al. Enrichment of citral isomers in diferente microwave assisted extraction of essential oil from fresh and dried lemon verbena (*Aloysia citriodora*) leaves. *Journal of Food Processing and Preservation*, 2017.

GOLMAKANI, M. T.; MOAYYEDI, M. Comparison of heat and mass transfer of different microwave assisted extraction methods of essential oil from *Citrus limon* (Lisbon variety) peel. *Food Science and Nutrition*, v. 3, n. 6, p. 506-518, 2015.

GONÇALVES, A et al. Agrofloresta e óleos essenciais. IPÊ (RS): Centro Ecológico, 2014.

GUENTHER, E. et al. The essential oils. 8. ed., v. 1. New York: D. Van Nostrand Company, 1948.

HALITSCHKE, R.U.; SCHITTKO, G.; POHNERT, W.; BOLAND, I.T., Molecular interactions between the specialist herbivore *Manduca sexta* (Lepidoptera: Sphingidae) and its natural host *Nicotiana attenuata*. III. Fatty acid-amino acid conjugates in herbivore oral secretions are necessary and sufficient for herbivore-specific plant responses. *Plant Physiol.* v.125, p. 711-717, 2000.

HASHEMI-MOGHADDAM, H. et al. Microwave accelerated distillation of essential oils from the leaves of *Eucalyptus microtheca*: optimization and comparison with conventional hydrodistillation. *Asian Journal of Chemistry*, v. 25, n. 10, p. 5423- 5427, 2013.

HELENO, F. F.; LIMA, A. C. L.; AFONSO, R. J. C. F.; COUNTRIM, M. X. Otimização e validação de métodos analíticos para determinação de BTEX em água utilizando extração por headspace e microextração em fase sólida. *Química Nova*, São Paulo, SP, v. 33, n. 2, p.329-336, 2010.

JEYARATNAM, N. et al. Essential oil from *Cinnamomum cassia* bark through hydrodistillation and advanced microwave assisted hydrodistillation. *Industrial Crops and Products*, v. 92, p. 57-66, 2016.

KAFKAS, E.; CABAROGLU, T.; SELLI, S.; BOZDOĞAN, A.; KÜRKÇÜOĞLU, M.; PAYDAŞ, S.; BAŞER, K. H. C. Comparison of methodologies for the Identification of aroma compounds in strawberry. *Turkish Journal of Agriculture and Forestry*, Ankara, Turkey, v. 29, n. 5, p. 383-390, 2005.

KUSUMA, H. S.; MAHFUD, M. Preliminary study: kinetics of oil extraction from basil (*Ocimum basilicum*) by microwave assisted hydrodistillation and solvent free microwave extraction. *South African Journal of Chemical Engineering*, v. 21, p. 49- 53, 2016.

LEWIS, G. P. Legumes of Bahia. Royal Botanic Gardens, Kew, 369p., 1987.

LEWIS, G.; SCHIRE, B.; MACKINDER, B. & LOCK, M. Legumes of the World. The Royal Botanic Gardens, Kew, 577p., 2005.

LETELLIER, M.; BUDZINSKI, H. Microwave assisted extraction of organic compounds. *Analisis*, v. 27, p. 259-271, 1999.

LI, X. et al. An eficiente homogenate microwave assisted extraction of flavonols and anthocyanins from blackcurrant marc: optimization using combination of PlackettBurman design and Box-Behnken design. *Industrial Crops and Products*, v. 94, p. 834-847, 2016a.

LI, S. et al. Ionic liquid-mediated microwave-assisted simultaneous extraction and distillation of gallic acid, ellagic acid and essential oil from the leaves of *Eucalyptus camaldulensis*. *Separation and Purification Technology*, v. 168, p. 8-18, 2016b.

LIEW, S. Q. et al. Sequential ultrasound-microwave assisted acid extraction (UMAE) of pectin from pomelo peels. *International Journal of Biological Macromolecules*, v. 93, p. 426-435, 2016.

LIMA, H. C. Leguminosas arbóreas da Mata Atlântica – uma análise da riqueza, padrões de distribuição geográfica e similaridades florísticas em remanescentes florestais do estado do Rio de Janeiro. Tese de Doutorado. Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 122p, 2000.

LORENZI, H.; MATOS, F.J.A.; Plantas medicinais no Brasil: nativas e exóticas cultivadas. Nova Odessa, Instituto Plantarum, 2002.

LORENZI, H.; BACHER, L.; LACERDA, M.; SARTORI, S. Frutas Brasileiras e Exóticas Cultivadas. **Instituto Plantarum: Nova Odessa**, 2006.

SCHMIDT, M. E. P.; PIRES, F. B.; BRESSAN, L. P.; DA SILVA, F. V.; LAMEIRA, J. O.; DA ROSA, M. B., Some triterpenic compounds in extracts of *Cecropia* and *Bauhinia* species for different sampling years. Original articles *Rev. bras. farmacogn.* V.28, Jan-Fev, 2018.

MANDAL, V.; MOHAN, Y.; HEMALATHA, S. Microwave assisted extraction – An innovative and promising extraction tool for medicinal plant research. *Pharmacognosy Reviews*, v. 1, n. 1, p. 7-18, 2007.

MANION, C. R.; WIDDER, R. M. Essentials of essential oils. *American Society of Health-System Pharmacists*, v. 74, n. 9, p. e153-e162, 2017.

MARAN, J. P. et al. Optimization of microwave assisted extraction of pectin from orange peel. *Carbohydrate Polymers*, v. 97, p. 703-709, 2013.

MARAN, J. P. et al. Microwave assisted extraction of pectin from waste *Citrullus lanatus* fruit rinds. *Carbohydrate Polymers*, v. 101, p. 786-791, 2014.

MASOTTI, V.; JUTEAU, F.; BESSIERE, J.M.; VIANO, J., Seasonal and phenological variations of the essential oil from the narrow endemic species *Artemisia molinieri* and its biological activities. *J. Agric. Food Chem.* 51: 7115-7121, 2003.

MATOS, I. L.; MACHADO, S.M.F.; SOUZA, A.R.; COSTA, E.V.; NEPELE, A.; BARISONE, A.; ALVESA, P.B. Constituents of essential oil and hydrolate of leaves of *campomanesia vianonis* landrum. **Quim. Nova**, V. 38, N. 10, p. 1289-1292, 2002.

MEDEIROS, S.R.N.A.; DE MELO FILHO. A.A., DA COSTA, H.N.R.; DOS

SANTOS, F.R.C.; TAKAHASHI, J.A.; FERRAZ, V.P.; DE MELO, A.C.G.R.; RIBEIRO, P.R.E; DE ANDRADE, A.G.; KAMEZAKI, A.K.; MARTINS, R.M.G.; DA SILVA P. F., Chemical profile, antimicrobial activity, toxicity on *Artemia salina* and anti-acetylcholinesterase enzyme essential oil from *Bauhinia unguolata* L. (Fabaceae) leaves. *Journal of Medicinal Plants Research*. 10(29), 442-449, (2016).

MOCHI, V. T. Efeito da temperatura de secagem no rendimento do óleo essencial e teor de 1,8-cineol presentes nas folhas de *Eucalyptus camaldulensis*. Dissertação de Mestrado – Departamento Engenharia Química, Universidade Estadual de Campinas, 2005.

MORAES, M.M.; CAMARA, C.A.G.; SILVA, M.M.C. Comparative toxicity of essential oil and blends of selected terpenes of *Ocotea* species from Pernambuco, Brazil, against *Tetranychus urticae* Koch. **Anais da academia brasileira de ciencias**, v. 89, p. 1417-1429, 2002.

PAVELA, R. Essential oils for the development of eco-friendly mosquito larvicides: a review. *Industrial Crops and Products*, v. 76, p. 174-187, 2015.

PERES, L. E. P. *Metabolismo secundário*, 2004. Disponível em: . Acesso em: 15 jul. 2021.

POTTING, R.P.J.; VET, L.E.M.; DICKE, M. Host microhabitat location by stem-borer parasitoid *Cotesia flavipes*: The role of herbivore volatiles and locally and systemically induced plant volatiles. *J. Chem. Ecol.* v.21, p.525-539, 1995.

RAJKAPOOR, B.; JAYAKAR, B.; MURUGESH, N.; SAKTHISEKARAN, D., Chemoprevention and cytotoxic effect of *Bauhinia variegata* against N-nitrosodiethylamine induced liver tumors and human cancer cell lines. *Journal of Ethnopharmacology* v.104 p.407-409, 2006.

ROSINI, F.; NASCENTES, C. C.; NÓBREGA, J. A. Experimentos didáticos envolvendo radiação micro-ondas. *Química Nova*, v. 27, n. 6, p. 1012-1015, 2004.

SAOUD, A. A. et al. Study of eucalyptus essential oil acquired by microwave extraction. *The Third World Congresso in Medicinal and Aromatic Plants for Human Welfare, Thailand*, 2003.

SARTORELLI, P.; CORREA, D.S. Constituents of essential oil from *Bauhinia forficata* Link. *Journal Essential oil Research*, 5, 468-469 (2007).

SEIXAS, F. L. et al. Extraction of pectin from passion fruit peel (*Passiflora edulis* f. *flavicarpa*) by microwave induced heating. *Food Hydrocolloids*, v. 38, p. 186-192, 2014.

SILVA-AGUAYO, G. **Insectidas Vegetales**. Ingeniero Agrónomo MS Facultad de Agronomía, Universidad de Concepción, Chillán, CHILE La

Universidade de Minnesota é um empregador e educador igualitário. 2002.

SILVA, K.L. & SOUZA, V. Plantas do gênero Bauhinia: composição química e potencial farmacológico. *Química Nova* v.25, p. 449-454, 2002.

SOARES, F. D.; PEREIRA, T.; MARQUES, M. O. M.; MONTEIRO, A. R. Volatile and non-volatile chemical composition of the white guava fruit (*Psidium guajava*) at different stages of maturity. *Food Chemistry*, London, GB, v. 100, p.15-21, 2007.

SOARES, M. Óleos vegetais e óleos essenciais na cosmética natural. EWE, 2014. Disponível em: . Acesso em: 15 jul. 2021.

SOUSA, L.M.; DE CARVALHO, J.L.; GOIS, R.W.S.; DA SILVA, H.C.; SANTIAGO, G.M.P.; LEMOS, T.L.G.; ARRIAGA, A.M.C.; ALVES, P.B.; DE MATOS, I.L.; MILITÃO, G.C.G.; DA SILVA, P.B.N. e DA SILVA, T.G., Chemical Composition, Larvicidal and Cytotoxic Activities of the Essential Oils from two Bauhinia Species. *Records of Natural Products*, 10(3), 341-348, (2016).

SOUZA, E.; ZANATTA, L.; SEIFRIZ, I.; PASA, T.B.; PIZZOLATTI, M.G.; SZPOGANICZ, B. e SILVA, F.R.M.B., Hypoglycemic Effect and Antioxidant Potential of Kaempferol-3,7-O-(r)- dirhamnoside from *Bauhinia forficata* Leaves. *Journal Natural Products* 67: 829-832, 2004.

GOIS, R.W.; DA SILVA, L.M. DE SOUSA, T.L.G.; LEMOS, A.M.C. ARRIAGA, M. ANDRADE, G.M.P.; SANTIAGO, Y.S; FERREIRA, P.B.; ALVES, H.C.R., Chemical Composition and Larvicidal Effects of Essential Oil from *Bauhinia acuruana* (Moric) against *Aedes aegypti*. *Journal of Essential Oil Research*, 23(5), 59-62, (2011).

TADINI, C. C. et al. Operações unitárias na indústria de alimentos. 1. ed. Rio de Janeiro: LTC, 2016.

TURLINGS, T.C.J.; LENGWILER, U.B.; BERNASCONI, M.L.; WECHSLER D., Timing of induced volatile emissions in maize seedlings. *Planta* v. 207, p. 146-152, 1998.

VAN DEN DOOL, E.; KRATZ, P.A Generalization of the Retention Index System Including Linear Temperature Programmed Gas-Liquid Partition Chromatography. **Journal of Chromatography Science**, Amsterdam, v. 11, p. 463, 1963.

VARMING, C.; PETERSEN, M. A.; POLL, L. Comparison of isolation methods for the determination of important aroma compounds in black currant (*Ribes nigrum* L.) juice, using nasal impact frequency profiling. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*. Washington, DC, v. 52, n. 6, p. 1647-1652 2004.

VASSUDEVAN, V. J.; MATHEUS, S. Chemical Profiles of Essential Oils of

Bauhinia Species from South India. Asian Journal of Chemistry, 7, 4404-2208 2013.

VASSUDEVAN, V. J.; MATHEUS, S. Chemical Profiles of Essential Oils of Bauhinia Species from South India. Asian Journal of Chemistry, 8, 2204-2206 2014.

VAZ, A.M.S.F.; TOZZI, A.M.G.A. Sinopse de Bauhinia sect. Pauletia (Cav.) D.C. (Leguminosae: Caesalpinoideae: Cercideae) no Brasil. Revista Brasileira de Botânica, São Paulo, v. 28, p. 477-491, 2005.

VITTI, A. M. S.; BRITO, J. O. Óleo essencial de eucalipto. USP: Documentos Florestais, n. 17, p. 1-26, 2003.

ZELLNER, B. A.; DUGO, P.; DUGO, G.; MONDELLO, L. Gas chromatography-olfactometry in food flavor analysis. Journal of Chromatography A, Amsterdam, NL, v. 1186, n. 1-2, p. 123-143, Apr. 2008.