



## CONSTITUINTES VOLÁTEIS DE DIFERENTES ÓRGÃOS VEGETAIS DE *PIPER ADUNCUM* L.

### ARTIGO ORIGINAL

SOBRINHO, Alessandra Carla Guimarães <sup>1</sup>

SOBRINHO, Alessandra Carla Guimarães. **Constituintes voláteis de diferentes órgãos vegetais de *Piper aduncum* L.** Revista Científica Multidisciplinar Núcleo do Conhecimento. Ano 05, Ed. 10, Vol. 03, pp. 116-126. Outubro de 2020. ISSN: 2448-0959, Link de acesso: <https://www.nucleodoconhecimento.com.br/quimica/constituientes-volateis>

### RESUMO

O presente trabalho teve como objetivo a análise dos constituintes voláteis presentes no concentrado volátil das espigas de *Piper aduncum* L. obtido através do processo de destilação-extração simultânea utilizando um aparelho de Likens-Nickerson, bem como, verificar os constituintes presentes no óleo volátil das folhas obtidos pela hidrodestilação, em aparelhos Clevenger modificados. A análise do concentrado volátil e do óleo volátil foi feita por Cromatografia gasosa acoplada à Espectrometria de Massa (CG/EM). O percentual de identificação dos constituintes na análise de óleos voláteis e concentrado volátil de *Piper aduncum* L. atingiu valores superiores a 85% para constituintes majoritários, piperitona, miristicina e dilapiol. A análise dos constituintes voláteis identificou 25 constituintes, sendo que 12 deles estão presentes

---

<sup>1</sup> Doutoranda no Programa de Pós-Graduação em Biodiversidade e Biotecnologia da Rede Bionorte no Museu Paraense Emílio Goeldi / Universidade Federal do Pará, Belém – Pará, Mestra em Ciência e Tecnologia de Alimentos pelo Programa de Pós-Graduação em Ciência e Tecnologia de Alimentos da Universidade Federal do Pará, Belém – Pará, Bacharel em Química pela Universidade Federal do Pará, Belém – Pará.



em ambas as técnicas e peças vegetais utilizadas; 8 são exclusivos do concentrado volátil e 5 presentes apenas nos constituintes voláteis do óleo.

Palavras-Chave: *Piper aduncum*, destilação-extração, hidrodestilação, voláteis.

## 1. INTRODUÇÃO

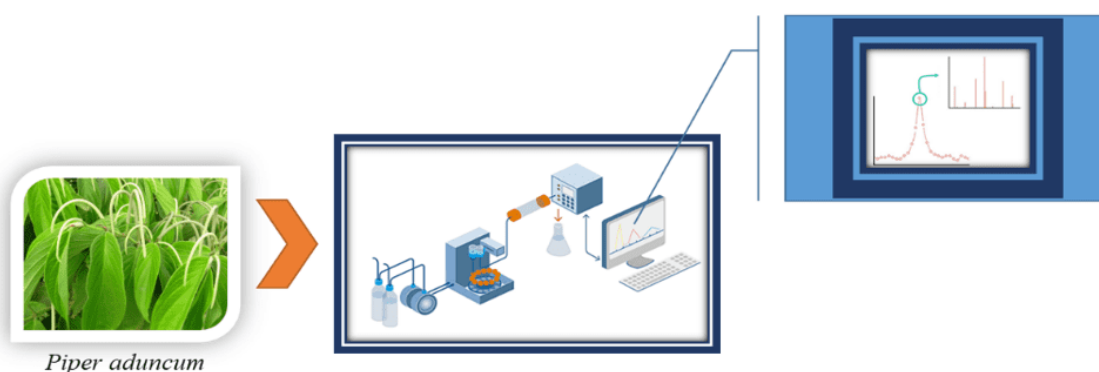
Os vegetais são importante fonte de substâncias com ampla diversidade estrutural e de propriedades químicas que podem servir para o desenvolvimento de um grande número de fitofármacos (ALVES, 2001), assim, a busca por plantas que apresentem compostos com propriedades químicas de interesse tem sido alvo de pesquisas científicas focadas no desenvolvimento de novos fármacos menos agressivos e de reduzidos efeitos colaterais (ALI et al., 2011).

Os investimentos na pesquisa de novas drogas são crescentes (PAN et al., 2010). Todavia o processo de seleção de espécies vegetais para a pesquisa científica não é algo simples de ser feito, segundo Gyllenhaal et al., (2012), a maior probabilidade para a descoberta de novos compostos bioativos envolve a seleção com base na indicação por grupos populacionais a partir do conhecimento terapêutico construído localmente, nesse sentido estudos de plantas amazônicas, ricas em compostos bioativos, pode favorecer a descoberta de novos compostos e/ou novas fontes, fato que auxiliaria no desenvolvimento econômico e tecnológico da região, tendo em vista o potencial da flora aromática da região amazônica.

Dentre as plantas medicinais de interesse terapêutico encontra-se as da família Piperaceae, uma família tropical e subtropical, que ocorre em ambos os hemisférios terrestres, incluindo aproximadamente 4.000 espécies. Diversas espécies do gênero *Piper* são amplamente utilizadas na medicina popular em várias partes do mundo e têm sido relatadas por produzirem compostos com propriedades biológicas diversas como antimicrobiana, uso em problemas do trato respiratório, do aparelho digestivo, anti-inflamatória e antileucêmica (SANTOS et al., 2012). Considerando a importância biológica das espécies deste gênero, o presente trabalho objetivou estudar a presença de compostos bioativos na *Piper aduncum* L., conhecida pelo nome de pimenta de

macaco através da técnica de Cromatografia Gasosa acoplada ao Espectro de Massas (CG/EM) (Figura 1), essa espécie é utilizada na medicina popular da região amazônica em várias doenças (SOUSA et al., 2008), produz óleo cujo o constituinte apresenta atividades repelente (MISNI et al., 2009), antimicrobiana (GUERRINI et al., 2009), inseticida (MESQUITA et al., 2005; SANINI et al., 2017).

Figura 1 – Resumo gráfico da análise dos constituintes voláteis presentes na *Piper aduncum* L. usando Cromatografia Gasosa acoplada à Espectrometria de Massas.



Fonte: Autor.

## 2. MATERIAL E MÉTODOS

### 2.1 COLETA E PREPARAÇÃO DO MATERIAL VEGETAL

A coleta do material botânico da espécie *Piper aduncum* L. foi realizada no município de Belém/PA, no Museu paraense Emilio Goeldi no dia 11 de setembro de 2018 às 09:30h, temperatura no local 25,6 °C e umidade 67,9%, em seguida o material botânico coletado foram levados para sala climatizada com desumidificador (Figura 2).

Figura 2 – Coleta e preparação do material botânico da espécie *Piper aduncum* L.



Fonte: Autor.

## 2.2 OBTENÇÃO DO CONCENTRADO VOLÁTIL (AROMA)

O concentrado volátil das espigas de *Piper aduncum* L. foram obtidos pelo processo de destilação-extração simultânea usando um aparato de Likens-Nickerson (2h) e n-pentano como solvente. A fração orgânica foi analisada por Cromatografia Gasosa acoplada a Espectrometria de Massas (CG/EM) (Figura 3).

Figura 3 – Obtenção do concentrado volátil das espigas de *Piper aduncum* L. por destilação-extração simultânea usando um aparato de Likens-Nickerson

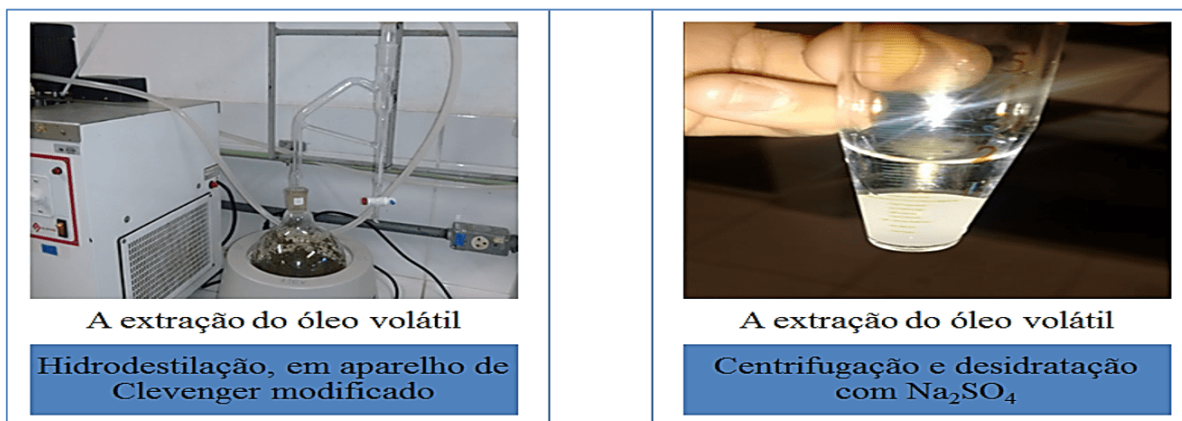


Fonte: Autor.

## 2.3 OBTENÇÃO DO ÓLEO VOLÁTIL

A extração do óleo volátil das folhas (30g) de *Piper aduncum* L., foi realizada no Laboratório de Fitoquímica por hidrodestilação, em aparelho de Clevenger modificado, foram utilizadas mantas de aquecimento, para balões de 1L cada, acoplada a um sistema de refrigeração para manutenção da água de condensação em torno de 12°C. Após a extração, o óleo foi centrifugado durante 5 minutos a 3000 rpm, desidratados com sulfato de sódio ( $\text{Na}_2\text{SO}_4$ ) anidro, e novamente centrifugados nas mesmas condições. Em seguida, os mesmos foram armazenados em ampolas de vidro âmbar, e mantidos em ambiente refrigerado a 5°C (Figura 4).

Figura 4 – Obtenção do óleo volátil das folhas *Piper aduncum* L. por hidrodestilação, em aparelho de Clevenger modificado.



Fonte: Autor.

## 2.4 DETERMINAÇÃO DA UMIDADE RESIDUAL

A porcentagem de água nas amostras estudadas foi determinada através do analisador de umidade por infravermelho.

## 2.5 CÁLCULO DO RENDIMENTO (%) DO ÓLEO EXTRAÍDO

O rendimento (%) do óleo volátil extraído da biomassa vegetal foi obtido do material seco e base livre de umidade (BLU). O rendimento bruto em óleo foi calculado através





da relação do volume do óleo obtido com a massa do material vegetal utilizado no processo de extração.

$$R = \frac{\text{volume de óleo obtido (mL)}}{\text{massa do material botânico (g)}} \times 100$$

O cálculo do rendimento em óleo para base do material livre de umidade (BLU) foi obtido através da relação entre massa, óleo e umidade:

$$R = \frac{\text{volume de óleo obtido (mL)}}{\text{massa do material botânico (g)} - \left( \frac{\text{massa do material botânico} \times \text{umidade}}{100\%} \right)} \times 100$$

## 2.6 ANÁLISE DOS CONSTITUINTES QUÍMICOS DO ÓLEO VOLÁTIL

2 µl do óleo volátil obtido por hidrodestilação foram diluídos em 0,5 ml de hexano (UV-HPLC) 99,9% para análise por Cromatografia Gasosa acoplada a Espectrometria de Massa (CG/EM). A análise do óleo volátil foi efetuada no laboratório Adolpho Ducke (LAD), do MPEG por Cromatografia Gasosa acoplada a Espectrometria de Massa (CG/EM) em sistema Shimatzu QP Plus-2010 equipado com coluna capilar de sílica DB-5MS (30 m x 0,25 mm; 0,25 µm de espessura do filme) nas seguintes condições operacionais: gás de arraste: hélio, em velocidade linear de 36,5 cm/s; tipo de injeção: sem divisão de fluxo (2 µL de óleo em 1 mL de hexano); temperatura do injetor: 250 °C, programa de temperatura: 60-250 °C, com gradiente de 3°C/min; temperatura da fonte de íons e outras partes 220°C. O filtro de quadrupolo varreu na faixa de 39 a 500 daltons a cada segundo. A ionização foi obtida pela técnica de impacto eletrônico a 70 eV.



## 2.7 IDENTIFICAÇÃO DOS CONSTITUINTES VOLÁTEIS

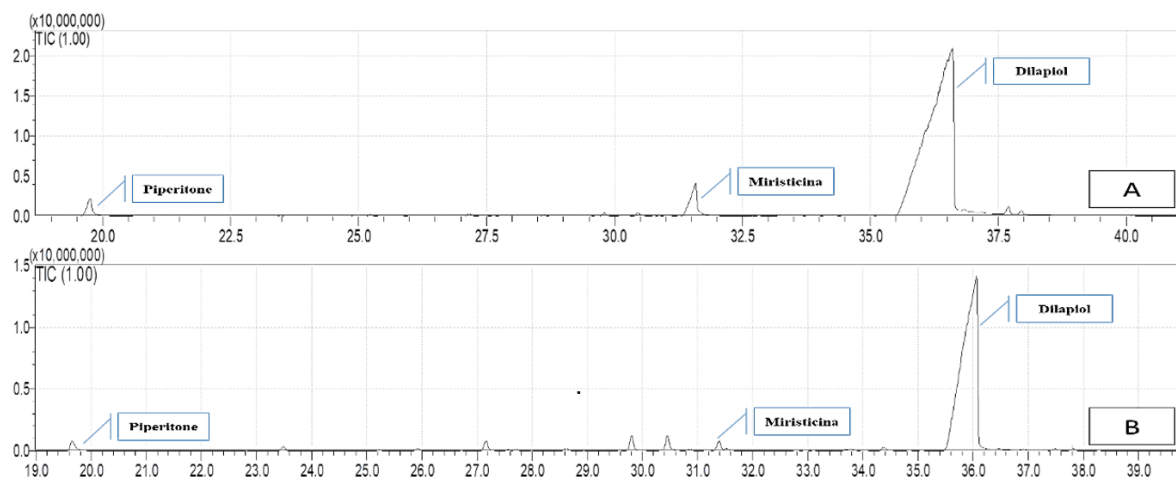
A identificação dos componentes do aroma e do óleo volátil foi baseada no índice de retenção linear (IR) calculado em relação aos tempos de retenção de uma série homóloga de n-alcanos injetados nas mesmas condições das análises, e no padrão de fragmentação observados nos espectros de massas, por comparação destes com amostras autênticas existentes nas bibliotecas do sistema de dados e da literatura (ADAMS, 2007).

## 3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Para a extração de óleo volátil por hidrodestilação das folhas *Piper aduncum* utilizou-se 60,51 g de folhas secas e trituradas. Os rendimentos de óleo volátil das folhas secas obtidos por hidrodestilação foi de 3,49%, segundo Maia et al., (1998) a espécie para a Região Amazônica, apresenta rendimentos de 0,66 a 3,4% em biomassa seca e para outras regiões do País, estes valores são consideravelmente menores, com presença de outros compostos majoritários, sugerindo uma influência de fatores fisiográficos e genéticos na produção do dilapiol (POTZERNHEIM et al., 2012).

Na Figura 5 são mostrados os perfis cromatográficos do aroma das espigas de *Piper aduncum* L. obtido pelo processo de destilação-extração simultânea e do óleo volátil de folhas obtido por hidrodestilação e a constituição química do aroma e do óleo volátil pode ser vista na Tabela 1.

Figura 5 – Perfis cromatográficos de aroma das espigas de *Piper aduncum* L. obtido pelo processo de destilação-extração simultânea (A) e do óleo volátil das folhas obtido por hidrodestilação.



Fonte: Autor

Tabela 1. Constituintes químicos do aroma das espigas de *Piper aduncum* L. obtido pelo processo de destilação-extração simultânea e do óleo volátil de folhas obtido por hidrodestilação.

| IR   | Constituintes                      | Aroma (DES) | Óleo volátil (HD) |
|------|------------------------------------|-------------|-------------------|
|      |                                    | (%)         | (%)               |
| 949  | $\alpha$ -Tujeno <sup>a</sup>      | 0,09        | -                 |
| 957  | $\alpha$ -Pineno <sup>a</sup>      | 1,94        | -                 |
| 1002 | $\beta$ -Pineno <sup>a</sup>       | 1,01        | -                 |
| 1025 | $\alpha$ -Felandreno <sup>a</sup>  | 0,23        | -                 |
| 1036 | $\alpha$ -Terpineno <sup>a</sup>   | 0,23        | -                 |
| 1048 | Silvestreno <sup>a</sup>           | 1,58        | -                 |
| 1055 | (Z)- $\beta$ -Ocimeno <sup>b</sup> | -           | 0,97              |
| 1065 | (E)- $\beta$ -Ocimeno <sup>b</sup> | -           | 3,47              |
| 1077 | $\gamma$ -Terpineno <sup>c</sup>   | 1,51        | 0,24              |
| 1106 | Terpinoleno <sup>c</sup>           | 0,34        | 0,08              |





|      |                                 |              |              |
|------|---------------------------------|--------------|--------------|
| 1141 | Allo-ocimeno <sup>b</sup>       | -            | 0,42         |
| 1115 | Linalol <sup>a</sup>            | 0,19         | -            |
| 1185 | 4-Terpinenol <sup>c</sup>       | 0,73         | 0,39         |
| 1269 | <b>Piperitona <sup>c</sup></b>  | <b>2,06</b>  | <b>1,49</b>  |
| 1350 | Biciclogermacreno <sup>b</sup>  | -            | 0,41         |
| 1385 | $\alpha$ -Copaeno <sup>c</sup>  | 0,14         | 0,06         |
| 1429 | (E)-Cariofileno <sup>c</sup>    | 0,26         | 1,24         |
| 1443 | $\gamma$ -Elemeno <sup>b</sup>  | -            | 0,14         |
| 1466 | $\alpha$ -Humuleno <sup>c</sup> | 0,1          | 0,31         |
| 1495 | D-Germacreno                    | 0,24         | 1,79         |
| 1511 | Limonen-6-ol <sup>a</sup>       | 0,28         | -            |
| 1522 | $\Delta$ -Amorfeno <sup>c</sup> | 0,04         | 0,14         |
| 1540 | <b>Miristicina <sup>c</sup></b> | <b>4,71</b>  | <b>1,21</b>  |
| 1658 | <b>Dilapiol <sup>c</sup></b>    | <b>83,17</b> | <b>82,71</b> |
| 1699 | Apiol <sup>c</sup>              | 0,24         | 0,22         |

Legenda: IR- Índice de Retenção; a- Constituintes presentes no aroma; b- Constituintes presentes no óleo volátil; c- Constituintes presentes no aroma e no óleo volátil; (DES)- Destilação-Extração Simultânea; (HD)- Hidrodestilação; Negrito- Constituintes majoritários. Fonte: Autor.

Ao todo foram detectados 25 constituintes, sendo que: apenas 12 destes foram comuns ao aroma e ao óleo em ambas as técnicas e partes da planta utilizada; 8 se mostraram exclusivos à constituição do aroma e 5 constituintes presentes apenas no óleo volátil. Quando observamos na Tabela 1 os componentes em comum que apresentaram como majoritários para o aroma e óleo volátil são: piperitona, miristicina e dilapiol que somados constituem 89,94% no aroma e 85,41% no óleo volátil. O dilapiol possui forte ação inseticida e bactericida, juntamente com a miristicina, um fenilpropanide com propriedades narcóticas, tóxicas para mamíferos e insetos (FAZOLIN, 2007).



A diferença quantitativa do teor de metabólitos secundários nas diferentes técnicas e partes da planta utilizada pode estar relacionada com diversos fatores, como local e principalmente a parte da planta utilizada (FALKENBERG et al., 1999).

A presença ou ausência de constituintes a explicação não pode ser tão simples, pois, componentes como o  $\alpha$ -tujeno presentes apenas no aroma, quando submetido a altas temperaturas da hidrodestilação, pode transformar-se em  $\gamma$ -Terpineno e 4-Terpineol. Da mesma forma, hidrocarbonetos sesquiterpênicos também podem sofrer diversos rearranjos por causas térmicas, fotoquímicas (SCHOSSLER et al., 2009).

#### 4. CONCLUSÕES

A extração de óleo volátil por hidrodestilação mostrou-se adequada e eficiente para a obtenção de óleo volátil de *Piper aduncum* com rendimento compatível com os existentes na literatura, para este método de extração. A análise dos constituintes voláteis por CG/EM permitiu a identificação de três constituintes principais em ambas as partes dos vegetais: piperitona, miristicina e dilapiol que somados constituem 89,94% no aroma e 85,41% no óleo volátil.

#### 5. REFERÊNCIAS

ADAMS, R. P. *Identification of essential oil components by gas chromatography/mass spectroscopy*. 4<sup>th</sup> ed., Allured Publishing Corporation, Carol Stream, 2007.

ALI, K. M., CHATTERJEE, K., DE, D., JANA, K., BERA, T. K., GHOSH, D. Inhibitory effect of hydro methanolic extract of seed of *Holarrhena antidysenterica* on alpha-glucosidase activity and postprandial blood glucose level in normoglycemic rat. *Journal of Ethnopharmacology*, v.135, p.194-196, 2011.

ALVES, H. M. A Diversidade química das plantas como fonte de fitofármacos. *Cadernos Temáticos de Química Nova na Escola*, v.3, p.10-15, 2007.

FALKENBERG, M. B., SANTOS, R. I., SIMÕES, C. M. O. *Introdução à análise fitoquímica*. 5<sup>th</sup> ed. Florianópolis: Editora.1999.



FAZOLIN, M. *Utilização de óleos essenciais no controle de pragas do abacaxi*. Inf. Embrapa Acre n° 21; 4 p.; 2007

GUERRINI, A.; SACCHETTI, G.; ROSSI, D.; PAGANETTO, G.; MUZZOLI, M. A.; ANDREOTTI, Tognolin, M.; E.; MALDONADO, M. E.; BRUNI, R. Bioactivities of *Piper aduncum* L. and *Piper obliquum* Ruiz & Pavon (Piperaceae) essential oils from Eastern Ecuador. *Environmental Toxicology and Pharmacology*, v.27, n. 1, p.39-48, 2009.

GYLLENHAAL, C., KADUSHIN, M. R., SOUTHAVONG, B., SYDARA, K., BOUAMANIVONG, S., XAIVEU, M., XUAN, L.T., HIEP, N. T., HUNG, N. V., LOC, P. K., DAC, L. X., BICH, T. Q., CUONG, N. M., LY, H. M., ZHANG, H. J., FRANZBLAU, S. G., XIE, H., RILEY, M. C., ELKINGTON, B. G., NGUYEN, H. T., WALLER, D. P., MA, C. Y., TAMEZ, P., TAN, G. T., PEZZUTO, J. M., SOEJARTO, D. D. Ethnobotanical approach versus random approach in the search for new bioactive compounds: support of a hypothesis. *Pharmaceutical Biology*, v.50, p.30-41, 2012.

MAIA, J. G. S.; ZOHBI, M. G. B.; ANDRADE, H. H. A.; SANTOS, A. S.; SILVA, M. H. L.; LUZ, A. I. R.; BASTOS, C. N. Constituents of the essential oil of *Piper aduncum* L. growing wild in the Amazon region. *Flavour and Fragrance Journal* v.13, p.269-272, 1998.

MESQUITA, J. M. O.; CAVALEIRO, C.; CUNHA, A. P.; LOMBARDI, J. A.; OLIVEIRA, A. B. Estudo comparativo dos óleos voláteis de algumas espécies de Piperaceae. *Revista Brasileira de Farmacognosia*, v.15, p.6-12, 2005.

MISNI, N.; SULAIMAN, S.; OTHMAN, H. BAHARUDIN, O. Repellency of essential oil of *Piper aduncum* against *Aedes albopictus* in the laboratory. *Journal of the American Mosquito Control Association*, v.25, n. 4, p.442-447, 2009.

PAN, S. Y., PAN, S., YU, Z. L., MA, D. L., CHEN, S. B., FONG, W. F., HAN, Y. F., KO, K. M. New perspectives on innovative drug discovery: an overview. *Journal of Pharmacy & Pharmaceutical Sciences*, v.13, p.450-471, 2010.



POTZERNHEIM, M. C. L.; BIZZO, H. R.; SILVA, J. P.; VIEIRA, R. F. Chemical characterization of essential oil constituents of four populations of *Piper aduncum* L. from Distrito Federal; Brazil. *Biochemical Systematics and Ecology*, v. 42, p.25-31, 2012.

SANINI, S.; MASSAROLI, A.; KRINSKI, D.; BUTNARIU, A. R. Essential oil of spiked pepper, *Piper aduncum* L. (Piperaceae) for the control of caterpillar soybean looper, *Chrysodeixis includens* Walker (Lepidoptera: Noctuidae). *Brazilian Journal of Botany*, 2017.

SANTOS, T. G.; REBELO, R. A.; DALMARCO, E. M.; GUEDES, A.; GASPER, A. L.; BELLA CRUZ, A.; SCHMIT, A. P.; BELLA CRUZ, R. C.; STEINDEL, M.; NUNES, R. K. Composição química e avaliação da atividade antimicrobiana do óleo essencial das folhas de *Piper malacophyllum* (C. Presl.) C. DC.. *Química Nova (Impresso)*, v.35, n. 4, p.477-481, 2012.

SCHOSSLER, P., SCHNEIDER, G. L., WUNSCH, D., SOARES, G. L. G., ZINI, C. A. Volatile compounds of *Baccharis punctulata*, *Baccharis dracunculifolia* and *Eupatorium laevigatum* obtained using solid phase microextraction and hydrodistillation. *Journal Brazilian Chemical Society*, v.20, n.2, p. 277-287, 2009.

SOUSA, P.J.C.; BARROS, C. A. L.; ROCHA, J.C.S.; LIRA, D. S.; MONTEIRO, G. M.; MAIA, J.G.S. Avaliação toxicológica do óleo essencial de *Piper aduncum* L. *Revista Brasileira de Farmacognosia*, v.18, p.217-221, 2008.

Enviado: Março, 2020.

Aprovado: Outubro, 2020.