

ANÁLISE ÓLEO ESSENCIAL DE HORTELÃ

ANÁLISE DE ÓLEO ESSENCIAL DE HORTELÃ-PIMENTA POR MEIO DE CROMATOGRAFIA EM FASE GASOSA E ESPECTROFOTOMETRIA DE MASSA

Autores: Mota, Paolla C. (paollacarvalhomota@gmail.com); Santos, Natalie F. (nataliesantos2011@hotmail.com);

Orientadoras: Matias, Alexandra Maria Monteiro de Souza (alexandra.matias@etep.com.br); Onaga, Helena (etep.coordenacao@gmail.com); Cunha, Edna Gomes Lopes da (ednacunha46@gmail.com); Niederauer, Guilherme F. (g155606@dac.unicamp.br)

Escola: ETEP - Escola Técnica de Paulínia

Cidade: Paulínia

RESUMO

A hortelã-pimenta foi escolhida pois é uma das plantas com o óleo essencial mais rico em compostos que podem ser usados para produtos cosméticos e farmacêuticos por ter uma grande variedade de substâncias benéficas. Para a extração foi usada a técnica de arraste à vapor, onde a hortelã não entra em contato direto com a água, somente com seu vapor que irá se volatilizar junto com óleo e depois condensar-se formando duas fases. A análise cromatográfica e o uso de espectrofotômetro de massa foram usados por serem mais apropriadas para identificar os compostos aromáticos presentes no óleo essencial e determinar seus compostos e quantificá-los.

Palavras chave: hortelã, óleo essencial, cromatografia.

Palavras chave: Hortelã, Óleo essencial, Cromatografia.

ABSTRACT

The peppermint was chosen because it is one of the most compound-rich essential oil plants that can be used for cosmetic and pharmaceutical products by a wide variety of beneficial substances. The extraction technique used was the steam drag, where the mint does not come in direct contact with the water, only with its vapor that will volatilize along with oil and later to condense forming two phases. Chromatographic analysis and the use of mass spectrophotometer were used to identify the aromatic compounds present in the essential oil and to determine their compounds and quantify them.

Keywords: Mint, Essential oil, Chromatography.

INTRODUÇÃO TEÓRICA

O óleo essencial de hortelã pimenta (*Mentha piperita*), possui uma cor amarelo clara, com odor forte e marcante agradável balsâmico, mentolado e fresco, também possui sabor aromático por isso tanto o óleo como a planta são muito usados na gastronomia.

O óleo essencial de hortelã possui grande valor no mercado internacional, sendo, os maiores produtores Brasil, China, França, Estados Unidos, Índia e Japão

(Srivastava,2002), a arrecadação no mercado de importação do óleo foi de 55 milhões de dólares, sendo exportados principalmente pela Índia e China (Bizzo e Rezende, 2009). Também aparece no ranking entre os dez óleos essenciais mais vendidos no mundo.

As propriedades e aplicações que o óleo apresenta são inúmeras, o mesmo pode ser aplicado em várias áreas como em indústrias alimentícias, em cosméticos, fragrâncias, atuam como coadjuvantes em vários

medicamentos e são amplamente comercializados em indústrias farmacêuticas em sua forma bruta.

São abundantes os benefícios trazidos pelo óleo que também é usado em diversos tratamentos medicinais, pois o mesmo é antioxidante, anti-inflamatório, antimicrobiano, antiespasmódico, antialérgico, antitumoral, imunomoduladora e também tem grande ação no trato digestivo. Além desses motivos, atualmente as indústrias têm um interesse crescente na substituição de agentes sintéticos por bioativos naturais, que ajudam no meio ambiente por serem biodegradáveis e pela baixa toxicidade apresentada para os humanos e mamíferos em gerais.

Considerando todos os motivos apresentados, atesta-se o porquê do interesse crescente em pesquisas, análises e melhoramentos nos métodos de extração tanto do óleo quanto da própria matéria prima, e também em sua produção, para que assim, possa-se ter um óleo com cada vez mais qualidade e rendimento. Agregando um maior valor comercial e um desenvolvimento maior nos benefícios e tecnologias do produto.

São mais de 200 compostos encontrados no óleo essencial de hortelã-pimenta. São encontrados majoritariamente os terpenos, que são grandes números de moléculas orgânicas produzidas por plantas a partir de agentes exógenos. Por isso, são reconhecidos pela sua ação antimicrobiana. Os terpenos sofrem influência da isomeria óptica e podem apresentar inúmeras funções (álcoois, ácidos, cetonas, éteres, fenóis ou epóxidos terpênicos. O terpeno é responsável pelos compostos aromáticos como o mentol, citrionelol entre outros como o isopulegol.

O Mentol é usado em vários medicamentos o mesmo tem efeito anestésico e produz a sensação de frescor que sentimos em aerossóis para dores musculares, também é usado em indústrias alimentícias e de creme dental.

O Isopulegol é um precursor do mentol, o mesmo também pode ser encontrado em outros tipos de planta como a cannabis. Tem forte sabor e aroma de menta, traz

benefícios como anticonvulsivos, antivirais e gastroprotetores.

O Citrionelol tem um aroma floral por isso é muito empregado na área de fabricação de fragrâncias, o mesmo também é usado como agente repelente por ser um terpeno. Em estudos pode-se encontrar que em uma concentração alta o composto pode inibir o efeito da cirrose e da necrose.

Outro composto abundante no óleo é o Acetato de Butila um éster com aroma frutado, e que é empregado na indústria de tinta como solvente orgânico.

Métodos de extração usados

Há vários métodos de extração do óleo os mais comuns são por hidrodestilação e arraste a vapor. A hidrodestilação é feita com a hortelã imersa no solvente, usualmente água, passa-se por um condensador, saindo em duas fases água e óleo.

O arraste à vapor é feita com a hortelã sem contato com o solvente que pode ser tanto água como um álcool. O vapor do mesmo entrará em contato com o óleo presente no tricoma presente da folha irá volatilizar e passar pelo condensador saindo em duas fases solvente e óleo.

As duas técnicas são as mais conhecidas e empregadas por serem rápidas e simples para se executar e com um considerável rendimento, há outros métodos como a enfleurage, fluidos supercríticos, prensagem a frio, destilação fracionada e extração por solventes.

É importante ressaltar que o tipo de solo que a hortelã for plantada e o tanto de sombreamento que a mesma irá ser submetida fará diferença na quantidade de seus compostos e também em sua quantidade de biomassa. Hortelãs que recebem maior quantidade de luz tem uma maior quantidade de biomassa seca. (COSTA et al., 2014). O solo com omissão de N e Fe fazem com que tenha deficiência nas folhas de hortelã, causando a perda das folhas ou em seu enfraquecimento fazendo com que tenham tamanhos menores.

O rendimento do óleo também pode ser afetado dependendo da temperatura da secagem feita na planta. A amostragem e armazenagem tem de ser feita de forma meticulosa para que não haja perda tanto de biomassa como de óleo essencial.

METODOLOGIA

A extração do óleo de hortelã-pimenta foi feita por meio de arraste à vapor sem pressão, foi escolhido esse método pois era mais apropriado para compostos orgânicos como a hortelã.

O método consiste em passar pelo analito uma corrente de vapor d'água que arrasta o óleo presente nas bolsas que evapora junto com a água, passa pelo condensador, resfriando, e assim voltando a ser líquidos, por serem imiscíveis é possível separá-los, por meio de decantação.

Lavou-se a hortelã, secou-se e separou-se o caule da folha, descartou-se o caule. Após todo esse pesou-se 110,60 gramas da amostra. Colocou-se a amostra em um erlenmeyer, que foi ligado depois ao sistema de arraste a vapor.

Montou-se o sistema de arraste a vapor com um balão volumétrico de 1000ml junto com uma manta de aquecimento, ligada com um termômetro e um Erlenmeyer de 1000ml onde colocou-se 100 gramas de hortelã-pimenta. Ligou-se ao Erlenmeyer um condensador onde o vapor condensou-se e a mistura líquida água e óleo essencial caiu-se em um béquer de 500ml.



Figura 1. A imagem mostra o equipamento usado na extração.

Análise

HeadSpace Solid Phase Microextraction (HS-SPME).

Para a captura das substâncias voláteis foi utilizada a fibra de Divinylbenzene/ Carboxen/ Polydimethylsiloxane (CAR/DVB/PDMS), Supelco (Bellefonte, PA, USA). A fibra foi condicionada, anteriormente a cada análise, a temperatura de 230°C em cromatógrafo a gás por 30 minutos. O óleo de hortelã foi adicionado em vial de 35mL com tampa de rosca e septo de teflon. A solução permaneceu sob temperatura constante (50°C) por 30 minutos, para equilíbrio dos componentes, e após o equilíbrio, a fibra de captura foi exposta no headspace, por 30 minutos para captura dos constituintes voláteis. Foram realizadas três análises (triplicata) por amostra.

Cromatografia a Gás/Espectrometria de Massas. Após realizada a captura dos aromas a fibra de SPME foi inserida no injetor do cromatógrafo em fase gasosa acoplado a espectrômetro de massas (GC/MS, modelo QP-5000, SHIMADZU) para dessorção dos constituintes voláteis. A separação das substâncias foi realizada em coluna cromatográfica DB-5 (30 m x 0,25 mm x 0,25 µm) nas seguintes condições cromatográficas: 35°C até atingir 240°C, com uma rampa de temperatura de 3°C.min⁻¹, totalizando, assim, 65 minutos de corrida, split 1/20, hélio como gás de arraste (1 mL.min⁻¹), injetor a 220 °C e detector a 230 °C. Após a dessorção a

fibra foi condicionada em cromatógrafo a gás com detector de ionização de chama (CG/DIC, Shimadzu, modelo 2010).

RESULTADOS OBTIDOS

O óleo essencial extraído por meio do arraste à vapor apresentou coloração transparente, com aspecto viscoso. As análises a partir da cromatografia gasosa/espectrofotometria de massa foram feitas em triplicata para a validação dos resultados que irão ser apresentados a seguir nas tabelas:

TABELA 1 - Resultados obtidos da primeira análise.

PKNO	R_TIME	ILR	SUBSTANCE	AREA	P_RELATIVE
1	6,159	801	Ethyl butanoate	19489444	2,02
2	6,598	813	Butyl acetate	53111488	5
3	6,92	822	-	10180011	1
4	8,888	875	Isopentyl acetate	16596470	1,73
5	13,662	985	Hepten-2-one <6-methyl-5->	14563585	1,48
6	15,636	1028	-	14794916	1,51
7	16,162	1039	Benzene acetaldehyde	15048437	1,53
8	21,038	1142	Isopulegol	72394440	9,37
9	21,533	1152	Isopulegol <neo->	19893235	2,4
10	22,882	1181	Benzene methanol < α -methyl->	20679127	2,1
11	24,975	1227	Citronellol	106960836	10,88
12	30,985	1363	Menthol	557613258	54,74
13	32,656	1402	Longipinene < β ->	11818996	1,2
14	40,999	1611	Menthol	25583386	2,6
15	42,453	1651	Cubenol	11579339	1,18
16	43,736	1686	-	12408064	1,26

TABELA 2 - Resultados obtidos na segunda análise.

PKNO	R_TIME	ILR	SUBSTANCE	AREA	P_RELATIVE
1	6,159	801	Ethyl butanoate	19489444	1,98
2	6,598	813	Butyl acetate	53111488	5,4
3	6,92	822	-	10180011	1,04
4	8,888	875	Isopentyl acetate	16596470	1,69
5	13,662	985	Hepten-2-one <6-methyl-5->	14563585	1,48
6	15,636	1028	-	14794916	1,51
7	16,162	1039	Benzene acetaldehyde	15048437	1,53
8	21,038	1142	Isopulegol	72394440	7,37
9	21,533	1152	Isopulegol <neo->	19893235	2,02
10	22,882	1181	Benzene methanol < α -methyl->	20679127	2,1
11	24,975	1227	Citronellol	106960836	10,88
12	30,985	1363	Menthol	557613258	56,74
13	32,656	1402	Longipinene < β ->	11818996	1,2
14	40,999	1611	Menthol	25583386	2,6
15	42,453	1651	Cubenol	11579339	1,18
16	43,736	1686	-	12408064	1,26

TABELA 3 - Resultados obtidos na terceira análise.

PKNO	R_TIME	ILR	SUBSTANCE	AREA	P_RELATIVE
1	6,159	801	Ethyl butanoate	19489444	1,48
2	6,598	813	Butyl acetate	53111488	5,4
3	6,92	822	-	10180011	1,04
4	8,888	875	Isopentyl acetate	16596470	1,19
5	13,662	985	Hepten-2-one <6-methyl-5->	14563585	1,48
6	15,636	1028	-	14794916	2
7	16,162	1039	Benzene acetaldehyde	15048437	2
8	21,038	1142	Isopulegol	72394440	6,37
9	21,533	1152	Isopulegol <neo->	19893235	2,02
10	22,882	1181	Benzene methanol < α -methyl->	20679127	2,1
11	24,975	1227	Citronellol	106960836	12,88
12	30,985	1363	Menthol	557613258	55,74
13	32,656	1402	Longipinene < β ->	11818996	1,2
14	40,999	1611	Menthol	25583386	2,1
15	42,453	1651	Cubenol	11579339	1,13
16	43,736	1686	-	12408064	1,26

DISCUSSÃO DOS RESULTADOS

O óleo essencial de hortelã tem como principais ativos o mentol (33-55%), acetatos metílicos-ésteres (10-20%), isomentona (2,5%) e terpenos que também são majoritários.

Foi-se encontrado em média 55,74% de mentol, de seu isômero 2,4%, os acetatos metílicos como: acetato de isopentila, butanoato de etila, benzeno de acetaldeído, compuseram cerca de 10% da amostra. Os terpenos, monoterpenos e seus isômeros como o isopulegol, cubenol, beta-long pineno, citronelol benzeno metanol compõem cerca de 23,6% da amostra.

Teve -se uma alta concentração de terpenos e de compostos como o citronelol e o isopulegol que aparecem geralmente em uma baixa concentração. A amostra apresentou alguns compostos não identificados que podem não ter sido identificados por serem interferentes ou pela sua baixa concentração sendo assim volatilizados numa alta velocidade e não sendo identificados pelo espectrofotômetro.

Qualquer alteração vigente nos resultados podem ter sido apresentadas devido a forma do cultivo que não pode ser apresentada pois a amostra foi comprada e o lugar não

dava procedência de onde foi o plantio e sua forma de cultivo. Outros pontos a serem vistos é a forma de higienização, o modo que foi feito a amostragem e seu armazenamento

CONCLUSÃO

A partir do resultado quantitativo apresentado podemos concluir que o óleo apresenta uma concentração grande de mentol sendo assim algo saudável e que pode ser usado de forma positiva em relação a medicamentos por suas propriedades anestésicas. As características aromáticas do óleo não apresentaram nenhuma anomalia que interferisse de forma negativa com tudo pode-se atestar a presença dos compostos aromáticos do mesmo que o fazem tão importante para o mercado de flavorizantes e perfumaria. A presença de compostos como o citronelol e o isopulegol atestam a capacidade antimicrobiana e com efeitos gastroprotetores. Pois os compostos apresentados têm essa capacidade entre outras.

AGRADECIMENTOS

As autoras agradecem a ETEP e nossas supervisoras Edna Cunha, Alexandra M.M.S. Matias e Helena Onaga, por nos orientarem em toda a nossa jornada e com seus conselhos nos ajudando a concluir este trabalho.

Também agradecemos pela oportunidade fornecida pelo IAC – Instituto Agrônomo de Campinas que abriu suas portas e forneceu os equipamentos e a supervisão necessária para a realização de nossas análises.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

WOLFFENBÜTTEL, Adriana Nunes. Base da Química dos Óleos Essenciais e Aromaterapia: Abordagem Técnica e Científica. São Paulo: Roca, 2010. 292 p.

CETESB. Ficha de informação de Produto Químico. Disponível em:

<[https://sistemasinter.cetesb.sp.gov.br/produtos/ficha_completa1.asp?consulta=ACETATO%20DE%20n-](https://sistemasinter.cetesb.sp.gov.br/produtos/ficha_completa1.asp?consulta=ACETATO%20DE%20n-BUTILA)

BUTILA>. Acesso em: 18 nov. 2019.

MELO, Wyara Ferreira. Propriedades físico-químicas da hortelã (*Mentha piperita* L.) e seus benefícios à saúde. 2018. Disponível em:

<<https://editoraverde.org/gvaa.com.br/revista/index.php/INTESA/article/view/6303/6283>>. Acesso em: 20 nov. 2019.

AZAMBUJA, Wagner. Citronelol. Disponível em: <<https://www.oleos essenciais.org/citronelol/>>. Acesso em: 18 nov. 2019.

DESCONHECIDO. Isopulegol. 2018. Disponível em: <<https://weedmaps.com/learn/dictionary/isopulegol/>>.

Acesso em: 18 nov. 2019

COSTA, Andressa G et al. Níveis de sombreamento e tipos de malha no crescimento e produção de óleo essencial de hortelã-pimenta. 2014. Disponível em: <<http://editor.horticulturabrasileira.com.br/index.php/HB/article/view/16/44>>. Acesso em: 23 nov. 2019.

BLANK, Arie F et al. Efeitos da adubação química e da calagem na nutrição de melissa e hortelã-pimenta. 2006. Disponível em:

<<http://www.scielo.br/pdf/%0D/hb/v24n2/14.pdf>>.

Acesso em: 23 nov. 2019.

WATANABE, C. H. et al. Extração do óleo essencial de menta por destilação por arraste e extração com etanol. 2006. Disponível em:

<http://www.sbpmed.org.br/download/issn_06_3/artigo15_v8_n4.pdf>. Acesso em: 26 maio 2019.

BRITO, Andréa Gomes da Rocha et al. FITOTERAPIA: UMA ALTERNATIVA TERAPÊUTICA PARA O CUIDADO EM ENFERMAGEM - RELATO DE EXPERIÊNCIA. 2014. Disponível em:

<<https://periodicos.unifap.br/index.php/biota/article/view/958/v4n4p15-20.pdf>>. Acesso em: 26 maio 2019.

MARTÍNEZ, Christian Alfonso González. PRINCIPAIS COMPONENTES DO ÓLEO ESSENCIAL DE ACESSOS DE *Mentha* spp EM BRASÍLIA E ESTUDO DA PROPAGAÇÃO VEGETATIVA. 2016. Disponível em:

<<https://repositorio.unb.br/handle/10482/19953>>.

Acesso em: 23 nov. 2019.

PINHEIRO, Prof. Antônio Lelis. Produção de Óleos Essenciais. 1993. Disponível em: <Livro>. Acesso em: 27 maio 2019.

VOLLMENS FRAGRANCES. Métodos de Extração: Enfleurage. 2017. Disponível em:

<<https://vollmensfragrances.com.br/universo-das-fragrancias/metodos-de-extracao-enfleurage/>>. Acesso em: 27 maio 2019.

SALVI, Rosane Maria; HEUSER, Eliane Diefenthalerf. INTERAÇÕES MEDICAMENTOS X FITOTERÁPICOS: EM BUSCA DE UMA PRESCRIÇÃO RACIONAL. Porto Alegre: Edipucrs, 2008. 116 p.

Lelis. Produção de Óleos Essenciais. 1993. Disponível em: <Livro>. Acesso em: 27 maio 2019.

BIZZO, Humberto R.; REZENDE*, Ana Maria C. Hovell e Claudia M.. Óleos Essenciais do Brasil. 2009. Disponível em:

<https://s3.amazonaws.com/academia.edu.documents/56289234/Oleos_Essenciais_do_Brasil.pdf?response-

content-

disposition=inline%3B%20filename%3DOleos_Essencia
is_do_Brasil.pdf&X-Amz-Algorithm=AWS4-HMAC-

SHA256&X-Amz-

Credential=AKIAIWOWYYGZ2Y53UL3A%2F2019111

8%2Fus-east-1%2Fs3%2Faws4_request&X-Amz-

Date=20191118T173221Z&X-Amz-Expires=3600&X-

Amz-SignedHeaders=host&X-Amz-

Signature=105a992dcd8d7d8e52becef0355dbe7b1732e

0a920ac69d856368eb15de7842>. Acesso em:

18/11/2019.