

Perfil químico dos compostos voláteis e do óleo essencial de *Lippia alba* (Mill) N.E. Brown

Chemical profile of volatile compounds and essential oil off *Lippia alba* (Mill) N.E. Brown

Perfil químico de compuestos volátiles y aceite esencial de *Lippia alba* (Mill) N.E. Brown

Recebido: 22/11/2022 | Revisado: 03/12/2022 | Aceitado: 04/12/2022 | Publicado: 13/12/2022

Christian Neri Lameira

ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-3126-9072>
Centro Universitário Fibra, Brasil
E-mail: christianlameira@live.com

Rafaela Sayuri de Lima Ohashi

ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-4787-0092>
Universidade Federal do Pará, Brasil
E-mail: sayu_ohashi@hotmail.com

Lorena Gomes Corumba

ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-7409-9782>
Universidade Federal do Pará, Brasil
E-mail: corumba@ufpa.br

Eloisa Helena de Aguiar Andrade

ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-0640-7496>
Museu Paraense Emílio Goeldi, Brasil
E-mail: eloisa@museu-goeldi.br

Resumo

A *Lippia alba* (Mill) N.E. Brown, popularmente conhecida como erva cidreira, é uma espécie nativa de ampla concorrência no Brasil, suas folhas são utilizadas pela medicina popular como calmante, analgésica e espasmolítica. A literatura relata pelo menos três quimiotipos da espécie: citral-mirceno, citral-limoneno e carvona-limoneno e a sua identificação é importante para o uso farmacológico correto. O objetivo do presente artigo é apresentar a avaliação do perfil químico dos componentes voláteis e do óleo essencial, com posterior identificação do quimiotipo da *L. alba* encontrada no *campus* de pesquisa do Museu Paraense Emílio Goeldi, por meio de cromatografia gasosa acoplada à espectrometria de massas (CG-EM). Os resultados sugerem que o quimiotipo analisado é o citral-mirceno, que o composto “citral a” não foi identificado no perfil químico das flores e que a técnica de hidrodestilação das folhas revelou um rendimento maior no teor dos componentes majoritários da folha em relação à técnica de destilação e extração simultânea.

Palavras-chave: *Lippia alba*; Perfil químico; Óleo essencial; Cromatografia gasosa.

Abstract

Lippia alba (Mill) N.E. Brown, popularly known as lemongrass, is a native species of wide competition in Brazil, its leaves are used in folk medicine as a calming, analgesic and spasmolytic. The literature reports at least three chemotypes of the species: citral-myrcene, citral-limonene and carvona-limonene and their identification is important for correct pharmacological use. The objective of this article is to present the evaluation of the chemical profile of the volatile components and essential oil, with subsequent identification of the chemotype of *L. alba*, found in the research campus of the Museu Paraense Emílio Goeldi, through gas chromatography to mass spectrometry (GC-MS). The results suggest that the analyzed chemotype is citral-myrcene, that “citral A” was not identified in the chemical profile of the flowers and that the hydrodistillation technique of the leaves revealed a higher yield in the contents of the major components of the leaf in relation to the simultaneous distillation and extraction technique.

Keywords: *Lippia alba*; Chemical profile; Essential oil; Gas chromatography.

Resumen

Lippia alba (Mill) N.E. Brown, conocida como toronjil, es una especie nativa de amplia competencia en Brasil. Sus hojas se utilizan en la medicina popular como calmante, analgésico y espasmolítico. La literatura reporta al menos tres quimiotipos de la especie: citral-mirceno, citral-limoneno y carvona-limoneno y su identificación es importante para su correcto uso farmacológico. El objetivo de este artículo es presentar la evaluación del perfil químico de componentes volátiles y aceite esencial, con posterior identificación del quimiotipo de *L. alba* encontrado en el *campus* de investigación del Museu Paraense Emílio Goeldi, mediante cromatografía de gases acoplada a espectrometría de masas (CG-IN). Los resultados sugieren que el quimiotipo analizado es citral-mirceno, que el compuesto “citral a” no fue

identificado en el perfil químico de las flores y que la técnica de hidrodestilación de las hojas reveló un mayor rendimiento en el contenido de los componentes mayoritarios de la hoja en relación con la técnica de destilación y extracción simultáneas.

Palabras clave: *Lippia alba*; Perfil químico; Aceite esencial; Cromatografía de gases.

1. Introdução

A *Lippia alba* (Mill.) N.E. Brown, popularmente conhecida com erva cidreira, é uma espécie nativa de ampla ocorrência no Brasil, suas folhas são utilizadas na medicina popular na forma de chá para diversos males, como calmante, espasmolítica, analgésica, cólicas uterinas e intestinais, nervosismo e intranquilidade (Matos, 2000).

No nordeste brasileiro descreve três quimiotipos de *L. alba* (I, II e III), sendo o tipo citral-mirceno (I), citral-limoneno (II) e carvona-limoneno (III) (Matos 2000), entretanto estudos posteriores baseados no perfil fitoquímico do óleo essencial da espécie, relacionam os quimiotipos citral, carvona e linalol (Tavares et al. 2005). Entretanto essas diferenças não foram observadas pelo estudo conduzido por Santos; Innecco; Soares (2004), que ao caracterizarem as estruturas secretoras de óleo essencial não observaram diferenças anatômicas significativas entre os quimiotipos avaliados.

São atribuídos ao citral às propriedades calmante e espasmolítica suave (Matos, 1998), já os efeitos analgésicos e anti-inflamatórios foram observados nos quimiotipos I e II (citral e carvona, respectivamente) e antiendematogênico ao quimiotipo I (Viana; Vale; Rao e Matos, 1998). As propriedades biológicas do linalol foram relacionadas à atividade antimicrobiana (Alviano et al., 2005; Sokovic et al., 2010) e hipotensora e de vaso relaxamento (Anjos et al., 2013).

Fatores bióticos como umidade, índice pluviométrico e temperatura, e abióticos (métodos de extração e de secagem) podem interferir na composição química das espécies aromáticas, como observado no perfil químico de *L. alba* (Tavares et al., 2005; Silva et al., 2019), no rendimento de *Croton* spp. (Ribeiro, Bonilla, Lucena, 2018), na diminuição de substâncias hidrossolúveis em folhas (Waltermann & Mole, 1994; Evans, 1996) e no aumento do teor de alcaloide de acordo com a temperatura de cultivo (Jha, Sahu, Mahato, 1988).

O objetivo do presente estudo é identificar o quimiotipo da *L. alba* pela avaliação do perfil químico dos compostos aromáticos e do óleo essencial.

2. Material e Métodos

Droga vegetal. O material é proveniente do campo de pesquisa do Museu Paraense Emílio Goeldi (MPEG), localizado na Avenida Perimetral, 1901 e foi coletado no dia 11 de setembro às 16:30h. Material fértil foi depositado no Herbário do próprio museu, registrados sob o número PPGBIO18_07. A secagem foi realizada em ambiente climatizado e contendo um aparelho desumidificador, o material permaneceu no ambiente por 40h.

Extração dos concentrados voláteis e do óleo essencial. A extração dos compostos voláteis e do óleo essencial foi realizada no Laboratório de Fitoquímica do MPEG. A obtenção dos compostos voláteis das flores e folhas desidratadas de *L. alba* foram obtidas pelo processo de destilação e extração simultânea (DES) com extrator do tipo Nickerson & Likens acoplado a um sistema de refrigeração para manutenção da água de condensação entre 10-15° C. Foi utilizado respectivamente 2,42g e 4,60g das flores e folhas, além de 4 (2+2) mL do solvente (n-pentano), ambos ficaram sob ebulição por um período de 2h. A fração orgânica foi analisada por cromatografia gasosa acoplada à espectrometria de massas (CG-EM).

A extração do óleo essencial foi por hidrodestilação realizada em um aparelho Clevenger modificado e acoplado a um sistema de refrigeração para manutenção da água de condensação entre 10-15° C. Foi utilizado um balão de 1L, onde foi colocado 38,37g da amostra juntamente com 500mL de água destilada. As folhas foram reduzidas por atrito mecânico. O tempo de extração foi de 180 minutos, contado a partir do momento da ebulição. O óleo essencial foi extraído da fase aquosa primeiro por centrifugação, em seguida foi adicionado ao meio sulfato de sódio anidro (Alphatec) e nova centrifugação. Foi retirada 1µL do

óleo para análise posterior em CG/EM. A quantidade restante do óleo foi lacrado em frasco de vidro âmbar, por meio de bico de Bunsen e levado ao resfriamento.

Determinação da umidade residual. A porcentagem de água nas amostras estudadas foi determinada através do analisador de umidade por infravermelho, conforme descrito por Santos et al. (2004).

Cálculo do rendimento (%) do óleo extraído. O rendimento (%) do óleo essencial extraído da biomassa vegetal foi obtido do material bruto seco e base livre de umidade (BLU). O rendimento bruto em óleo foi calculado através da relação do volume do óleo obtido (mL), com a massa do material vegetal utilizado (g). O cálculo do rendimento em óleo em base livre de umidade (BLU) foi feito através da relação entre massa (g), óleo (mL) e umidade (U).

Identificação dos componentes químicos. A análise dos constituintes voláteis (óleo essencial das folhas e do concentrado volátil das flores e folhas) de *L. alba* foi realizada no laboratório Adolpho Ducke do MPEG por cromatografia de fase gasosa associada à espectrometria de massas (CG/EM), em sistema Shimadzu, QP Plus-2010, equipado com uma coluna capilar de sílica DB-5ms (30m comp x 0,25mm diâmetro x 0,25µm 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 1mL 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. A identificação dos componentes voláteis foi baseada no índice de retenção linear (IR) calculado em relação aos tempos de retenção de uma série homóloga de n-alcenos 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, Silva et al., 2019).

3. Resultado e Discussão

Teor e rendimento. Na obtenção do concentrado volátil por destilação e extração simultânea, foi obtida amostra suficiente para posterior análise. Pelo método da hidrodestilação e considerando a umidade da amostra (12,40%) e a característica da massa seca de folhas, foi analisado o teor e rendimento de óleo essencial (Tabela 1), o teor obtido foi superior aos obtidos por Januzzi et al., (2011) em todos os acessos de *L. alba* quimiotipo citral cultivados em Brasília. Em comparação ao estudo realizado por Silva et al., (2006) o resultado do rendimento do óleo foi superior a três estações do ano e semelhante à primavera. Para Castro; Ming e Marques (2002) uma mesma espécie pode apresentar variações quando cultivadas em regiões diferentes. Determinar o teor e rendimento do óleo essencial de uma espécie é de grande valia, pois espécies com maior produção do componente, tornam-se de maior interesse comercial, por exemplo.

Tabela 1 – Valor de massa seca de folhas (g/planta), teor (%) e rendimento de óleo essencial de *L. alba* coletada no MPEG em setembro de 2018.

Amostra	Massa seca de folhas (g/planta)	Óleo essencial	
		Teor (%)	Rendimento (mL)
FSHD	38,37	1,19	0,4

FSHA – óleo essencial de folhas seca obtido por hidrodestilação. Fonte: Autores (2018).

Perfil químico do concentrado volátil e do óleo essencial. A análise dos componentes majoritários das amostras está representada na tabela 2. O resultado indica que o quimiotipo analisado é o citral-mirceno, pois apresenta rendimento maior que o demais constituintes. Observa-se que o citral a+b só foi identificado nas folhas. Em comparação ao estudo realizado com os acessos de *L. alba* quimiotipo citral-mirceno cultivadas no Distrito Federal o teor deste componente foi menor em todas as

amostras analisadas (Jannuzzi, et al., 2011). Todavia, foram semelhantes aos observados no óleo essencial de clones selecionados de *L. alba* extraído por arraste vapor (Bolina, et al., 2013). O perfil químico do concentrado volátil da flor apresenta-se diferente aos observados por Cascaes et al., (2016), onde os teores de citral foram superiores a 25% e de mirceno inferiores a 10%. A análise do perfil químico de espécies aromáticas, com posterior determinação de seus componentes majoritários, podem auxiliar, por exemplo, na indicação farmacológica de uso planta medicinal.

Tabela 2 – porcentagem relativa e de rendimento dos componentes majoritários dos compostos voláteis e do óleo essencial de *L. alba* coletada no MPEG em setembro de 2018.

Acesso	% relativa de rendimento dos compostos majoritários								
	Mirtenil Acetato	Nerol	Mirceno	Neral (citral b)	γ -terpineno	Elemol	Geranial (citral a)	β -ocimeno	Citral (a + b)
FLSDES	18,58*	15,58	12,09	10,74	9,92	9,83	NI	2,04	10,74
FSDES	NI	14,65	16,67	13,26	10,49	2,77	18,98*	4,04	32,24
FSHD	0,26	23,91*	10,92	13,61	8,78	9,96	17,97	2,92	31,58

FLSDES – compostos voláteis de flores secas obtidas por destilação e extração simultânea. FSDES – compostos voláteis de folhas secas obtidas por destilação e extração simultânea. FSHA – óleo essencial de folhas seca obtido por hidrodestilação. *Componente químico majoritário em cada uma das amostras. Fonte: Autores (2018).

Perfil químico dos compostos aromáticos e do óleo essencial de folhas secas obtidas por destilação e extração simultânea (DES) e hidrodestilação (HD). A diferença de metodologia não alterou a composição dos componentes majoritários, conforme descrito na Tabela 3, entretanto observa-se que pela técnica de HD houve um ganho no teor destes componentes 88,07% contra 80,86% na DES, esta diferença no teor foi semelhante aos dos resultados obtidos por Figueiredo et al., (2016) quando utilizaram a mesma metodologia para *Ocimum campechianu*, caracterizando desta forma, que o método de extração, pode sim, influenciar no rendimento dos óleos essenciais de espécies aromáticas.

Tabela 3 – porcentagem relativa e total de rendimento dos componentes majoritários por meio de duas técnicas distintas de extração nas folhas desidratadas de *L. alba* coletadas no MPEG em setembro de 2018.

Acesso	% relativa de rendimento dos compostos majoritários							Majoritário
	Nerol	Mirceno	Neral (citral b)	γ -terpineno	Elemol	Geranial (citral a)	β -ocimeno	
DES	14,65	16,67	13,26	10,49	2,77	18,98*	4,04	80,86
HD	23,91*	10,92	13,61	8,78	9,96	17,97	2,92	88,07

*Componente químico majoritário em cada uma das amostras. Fonte: Autores (2018).

4. Conclusão

Os resultados demonstram que há diferença nos rendimentos dos componentes majoritários, citral “a” e “b”, do óleo essencial obtido a partir das folhas e das flores da espécie. Assim como o método de extração utilizado, destilação ou hidrodestilação, também influenciou no rendimento percentual relativo e total dos componentes majoritários do óleo essencial encontrados nas folhas desidratadas de *L. alba*.

Estudos complementares são necessários, devendo ser realizados durante os demais meses e estações do ano, para que se possa determinar se as alterações observadas neste estudo serão compartilhadas para os demais meses do ano, e assim caracterizar o perfil químico do óleo essencial da espécie.

Referências

- Adams, R. P. (2007). *Identification of Essential oil Components by Gas Chromatography/Mass Spectrometry*. (4a ed.), Carol Stream, Illinois: Allured Publishing Corporation. 804p.
- Alviano, W. S., Mendonça Filho, R. R., Alviano, D. S., Bizzo, H. R., Souto-Padró, T., Rodrigues, M. L., Bolognese, A. M., Alviano, C. S., & Souza, M. M. G. (2005). Antimicrobial activity of *Croton cajucara* Benth Linalool-rich essential oil on artificial biofilms and planktonic microorganisms. *Oral Microbiol. Immunol.*, Copenhagen, 20(2), 101-105.
- Anjos, P. J. C., Lima, A. O., Cunha, P. S., Sousa, D. P. de., Onofre, A. S. C., Ribeiro, T. P., Medeiros, I. A., Antonioli, A. R., Quintans-Junior, L. J., & Santos, M. R. V. (2013). Cardiovascular effects induced by Linalool in normotensive and hypertensive rats. *Z. Naturforsch. C.*, Tubingen, 68(5-6), 181-190.
- Boliva, C. de O., Matsumoto, D., Facalani, R., Marques, M. O. M., & Siqueira, W.J. (2013). Caracterização química do óleo essencial de clones selecionados de *Lippia alba* (Mill) N. E. Brown. In *anais do VII Simpósio Brasileiro de Óleos Essenciais – SBOE*. Santarém/PA.
- Cascaes, M. M., Batista, R. J. R., Costa, M. N. R. F., Nascimento, L. D., & Andrade, E. H. A. (2016). Constituintes voláteis das folhas e flores de *Lippia alba* (Mill.) N.E. Brown (*Verbenaceae*). In *anais do 56º Congresso Brasileiro de Química – CBQ*. Belém/PA.
- Castro, D. M., Ming, L. C., & Marques, M. O. M. (2002). Composição fitoquímica dos óleos essenciais de folhas da *Lippia alba* (Mill). N.E.Br. em diferentes épocas de colheita e partes do ramo. *Rev. Bras. Pl. Med.*, Botucatu, 4(2), 75-9.
- Evans, W. C. (1996). *Trease and Evans' Pharmacognosy*, (14a ed.), WB Saunders Company: London
- Figueiredo, P. L. B., Bichara Junior, T. W., Silva, S. G., Nascimento, L. D., Andrade, E. H. A., & Maia, J. G. S. (2016). Composição química dos voláteis das folhas/ramos e inflorescências *Ocimum campechianum* (*Lamiaceae*). In *anais do 56º Congresso Brasileiro de Química – CBQ*. Belém/PA.
- Jannuzzi, H., Mattos, J. K. A., Silva, D. B., Gracindo, L. A. M., & Vieira, R. F. (2011) Avaliação agrônômica e química de dezessete acessos de erva-cidreira [*Lippia alba* (Mill.) N.E.Brown] - quimiotipo citral, cultivados no Distrito Federal. *Rev. Bras. Pl. Med.*, Botucatu, 13(3), 258-264.
- Jha, S., Sahu, N. P., & Mahato, B. (1998). Production of the alkaloids emetine and cephaeline in callus cultures of *Cephaelis ipecacuanha*. *Planta medica*. 54(6), 504-506.
- Matos, F. J. A. (1998). *Farmácias Vivas*. EUFC. 220p.
- Matos, F. J. A. (2000). *Plantas medicinais: guia de seleção e emprego de plantas usadas em fitoterapia no Nordeste do Brasil*. (2a ed.), UFC. 346p.
- Ribeiro, S. M., Bonilla, O. H., & Lucena, E. M. P. (2018). Influência da sazonalidade e do ciclo circadiano no rendimento e composição química dos óleos essenciais de *Croton* spp. da Caatinga. *Iheringia*, 73(1), 31-38.
- Santos, A. S.; Alves, S. M.; Figueirêdo, F. J. C.; & Neto, O. G. R. (2004). *Descrição de sistema e de métodos de extração de óleos essenciais e determinação de umidade de biomassa em laboratório*. Belém: Embrapa Amazônia Oriental, 6p. Embrapa Amazônia Oriental. Comunicado Técnico, 99.
- Santos, M. R. A. dos., Innecco, R., & Soares, A. A. (2004). Caracterização anatômica das estruturas secretoras e produção de óleo essencial de *Lippia alba* (Mill.) N.E. Br. em função do horário de colheita nas estações seca e chuvosa. *Revista Ciência Agronômica*, 35(2).
- Silva, M. P. da, Cunha, V. M. B., Andrade, E. H. A., & Carvalho Junior, R. M. (2019). Caracterização química do óleo essencial de erva cidreira (*Lippia alba* Mill.) obtido por hidrodestilação. In: Viera, V.B., Piovesan, N. *Inovação em ciência e tecnologia de alimentos*. Ponta Grossa: Atena editora, 2019. p. 58-64.
- Silva, N. A., Oliveira, F. F., Costa, L. C. B., Bizzo, H. R., & Oliveira, R. A. (2006). Caracterização química do óleo essencial da erva cidreira (*Lippia alba* (Mill.) N. E. Br.) cultivada em Ilhéus na Bahia. *Rev. Bras. Pl. Med.*, 8(3), 52-55.
- Sokovic, M., Glamočlija, J., Marin, P. D., Brkić, D., & Van Griensven, L. J. L. D. (2010). Antibacterial effects of the essential oils of commonly consumed medicinal herbs using an *in vitro* model. *Molecules*, 15(11), 7532-7546.
- Tavares, E. S., Julião, L. S., Lopes, D., Bizzo, H. R., Lage, C. L. S., & Leitão, S. G. (2005). Análise do óleo essencial de folhas de três quimiotipos de *Lippia alba* (Mill.) N. E. Br. (*Verbenaceae*) cultivados em condições semelhantes. *Rev. Bras. Farmacogn.*, 15(1), 1-5
- Viana, G. S. B., Vale, T. G. dos., Rao, V. S. N., & Matos, F. J. A. (1998). Analgesic and antiinflammatory effects of two chemotypes of *Lippia alba*: a comparative study. *Pharmaceutical Biology*, 36(5), 347-51.
- Waterman, P. G., Mole, S. (1994). *Analysis of phenolic plant metabolites*, Blackwell Scientific Publications: Oxford.