

SEPARAÇÃO DOS COMPONENTES DO ÓLEO ESSENCIAL DE CITRONELA (*Cymbopogon nardus*)

TAVARES, Fabiele¹; MONTENEGRO, Lara²; GRIEP, Jordana¹; BIANCHINI, Daniela²

¹: Universidade Federal de Pelotas (UFPel), Química Industrial, CCQFA

²: Universidade Federal de Pelotas (UFPel), PPGQ, CCQFA.
fabieletavares@hotmail.com

1 INTRODUÇÃO

Os óleos essenciais são compostos voláteis, límpidos e lipossolúveis, produzidos pelas plantas pelo metabolismo secundário, exercendo as funções de autodefesa, atração de polinizadores, proteção contra perda de água e aumento de temperatura foliar. Sendo que sua composição química é complexa: destacando-se a presença das estruturas terpenóides, fenólicas e fenilpropanóicas; apresentando álcoois, cetonas e aldeídos como as principais funções químicas¹. Esses óleos são de grande interesse industrial devido ao seu uso como matéria-prima na área de cosméticos, farmacêutica, de alimentos, agroquímica e de produtos sanitários.²

Atualmente, cerca de 300 óleos essenciais apresentam importância comercial e, dentre esses, destaca-se o óleo essencial de citronela, extraído das folhas de *Cymbopogon nardus* e que possui como constituintes majoritários o citronelal (33,9 %), o geraniol (16,4 %) e o citronelol (8,97 %).³

Os constituintes do óleo essencial são separados a partir de vários métodos, sendo que o mais conhecido baseia-se na separação pela diferença do ponto de ebulição de cada componente, em frações por ordem de volatilidade. Porém, este método demanda tempo e uma quantidade elevada de óleo, além do custo energético associado à destilação.

Visando a obtenção dos constituintes do óleo com o uso de quantidades menores de amostra e menor tempo de obtenção das frações, testou-se o método de separação via coluna cromatográfica. Já que esse método baseia-se na adsorvência e solubilidade do sólido utilizado, optou-se, como material adsorvente, a sílica gel comercial, devido a sua alta capacidade de adsorção em sua superfície.

2 METODOLOGIA (MATERIAL E MÉTODOS)

O procedimento experimental foi realizado conforme a literatura, onde a quantidade do material adsorvente, a sílica gel (ACROS ORGANICS), e da amostra estão relacionadas com a altura e diâmetro da coluna de vidro.⁴

Utilizou-se uma coluna de vidro de aproximadamente 21 cm de altura com um diâmetro de 2 cm. Inicialmente foi realizado o empacotamento cuidadoso da coluna com 4 gramas de sílica gel e hexano. A amostra de óleo essencial de citronela *Cymbopogon nardus* foi adicionada em leve excesso, seguida por 30 mL de cada solução do eluente. Como eluentes, foram utilizados solventes puros e misturas de solventes, conforme mostrado na Tabela 1. Ao término da eluição, as frações coletadas foram caracterizadas por FT-IR (Shimadzu –IR Prestige – 21).

Tabela 1: Composição dos eluentes utilizados na separação dos componentes do óleo essencial de citronela.

| Eluentes | Composição (%) | Solvente |
|----------|----------------|------------------|
| 1 | 90 | Hexano |
| | 10 | Acetato de etila |
| 2 | 100 | Acetato de etila |
| 3 | 50 | Etanol |
| | 50 | Acetato de etila |
| 4 | 100 | Etanol |

A polaridade do eluente foi aumentada misturando-se o solvente anterior na presença de pequenos volumes do novo solvente, até a mudança total do mesmo. Este procedimento foi realizado a fim de evitar rachaduras ao longo da coluna, pois a sílica submetida a mudanças bruscas de polaridade do solvente libera calor.⁴

3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

A Fig.1 mostra os constituintes majoritários do óleo que serão purificados pela coluna cromatográfica, o geraniol, citronelol e citronelal. A Fig. 2 apresenta o espectro do óleo essencial de citronela e a Fig. 3 apresenta os espectros dos produtos obtidos depois da separação.

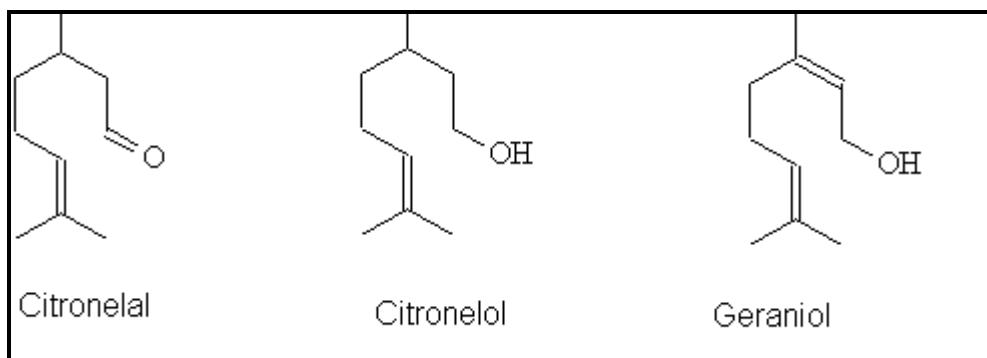


Figura 1: Fórmula estrutural dos constituintes majoritários do óleo de citronela.

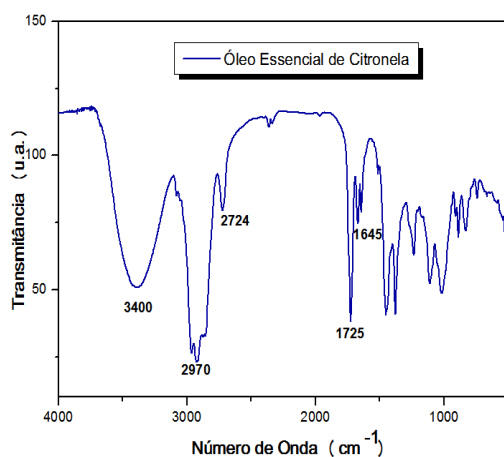


Figura 2: FT-IR do óleo de citronela.

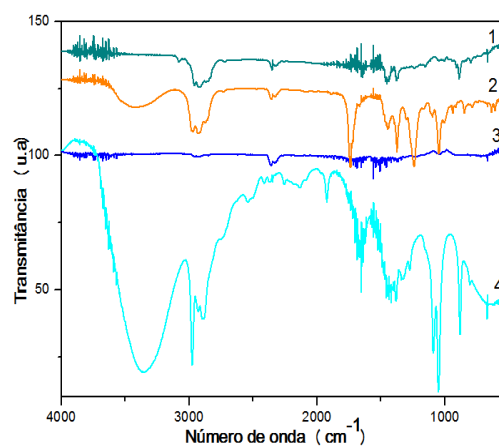


Figura 3: FT-IR das frações coletadas dos eluentes.

Primeiramente, coletou-se as frações usando 100 % hexano. O espectro de FT-IR não apresentou nenhuma banda específica do óleo de citronela, indicando que o hexano não é capaz de eluir os componentes do óleo essencial de citronela, provavelmente devido a sua baixa polaridade.

A Fig. 2 apresenta bandas características do óleo essencial de citronela. Em 3400 cm^{-1} tem-se a banda de $\nu(\text{OH})$, característica dos alcoóis (o geraniol e o citronelol). Em 2724 e 1725 cm^{-1} podem ser observadas as bandas de aldeídos (citronelal), correspondendo aos $\nu(\text{C-H})$ e $\nu(\text{C=O})$, respectivamente. Entre 3000 e 2800 cm^{-1} pode ser observada a banda de $\nu(\text{CH})$ de metilas e metilenos presentes em todos os constituintes do óleo. Uma banda de absorção de intensidade moderada a fraca de $\nu(\text{C=C})$ das ligações duplas presentes em todos os componentes pode ser observada em 1645 cm^{-1} .

Na Fig. 3 pode-se observar o espectro correspondente a fração coletada com o eluente 1, no qual o conjunto de bandas entre 3000 e 2800 cm^{-1} das metilas e metilenos presentes no óleo essencial, não caracterizam nenhum constituinte específico deste. Também, observa-se um ombro em 2724 cm^{-1} da banda de $\nu(\text{C-H})$, o que indica que está saindo o citronelal, visto mais claramente no próximo espectro.

No espectro do eluente 2 são evidenciadas bandas na região entre 3000 e 2800 cm^{-1} , e em 1725 cm^{-1} , caracterizando os alcoóis e o aldeído (citronelal), respectivamente. Entretanto os alcoóis saem com baixíssima intensidade. Com a utilização do acetato de etila como eluente pode-se observar parcialmente a separação destes componentes, mesmo assim a intensidade da saída do citronelal é maior devido ao aparecimento das bandas correspondentes ao grupamento característico do aldeído, 2724 cm^{-1} sendo $\nu(\text{C-H})$ e 1725 cm^{-1} $\nu(\text{C=O})$.

Com o eluente 3 observa-se que esta combinação de solvente não foi suficiente para a separação dos dois álcoois, sendo que apenas foi visto no eluente anterior uma baixa intensidade das bandas do $\nu(\text{OH})$. Evidenciando-se novamente que o citronelal já foi separado da coluna. Observou-se na fração coletada com o eluente 4 as bandas de 3400 cm^{-1} de $\nu(\text{OH})$, e das metilas e metilenos em 2790 cm^{-1} , e há um ruído em 1639 cm^{-1} . O aparecimento desta banda e de $\nu(\text{OH})$, no início no espectro, indica, possivelmente, que somente água saiu, indicando que os álcoois já haviam saído anteriormente.

4 CONCLUSÃO

A separação dos constituintes majoritários do óleo essencial de citronela, com uso da coluna cromatográfica não foi totalmente satisfatória para separação de álcoois, obtendo-se uma melhor separação para os aldeídos, confirmado pelo aparecimento das suas bandas características.

A eficiência da coluna cromatográfica para a separação dos aldeídos, se dá através da capacidade de adsorção da sílica e de eluição dos solventes de maior polaridade, evidenciada a partir dos espectros de FT-IR. Sendo essa uma análise qualitativa a qual especifica as funções químicas presentes na amostra. Para elucidar ainda mais o trabalho estuda-se a possibilidade do uso de outros eluentes e em diferentes proporções, bem como a caracterização dessas frações coletadas por CG-MS, a fim de quantificar os constituintes do óleo essencial.

5 REFERÊNCIAS

- 1 WOLFFENBÜTTEL, Adriana Nunes. **Base Da Química Dos Óleos Essenciais E Aromaterapia - Abordagem Técnica E Científica**. Editora Roca, 2011.
- 2 BAKKALI, F.; AVERBECK, S.; AVERBECK, D.; IDAOMAR, M. Biological effects of essential oils – A review. **Food and Chemical Toxicology**, Elsevier, v.46 p. 446–475 , 2008.
- 3 BARANAUSKIEN, Renata; VENSKUTONIS, Petras Rimantas; DEWETTINCK, Koen; VERHE, Roland. Properties of oregano (*Origanum vulgare* L.), citronella (*Cymbopogon nardus* G.) and marjoram (*Majorana hortensis* L.) flavors encapsulated into milk protein-based matrices. **Food Research International**, Elsevier v.39, p. 413-425, 2006.
- 4 PAVIA, Donald L. Part two: Technique, Column Chromatography. In: PAVIA, D.L.; LAMPMAN, G.M.; KRIZ, G.S.; ENGEL, R.G. **Introduction To Organic Laboratory Techniques A Small Scale Approach**. United States of America: Saunders College Publishers, 1998. 12, p. 761-787.