

“EXTRAÇÃO DO ÓLEO ESSENCIAL DE CITRONELA E AVALIAÇÃO NA INCORPORAÇÃO E DURAÇÃO DE SUA ESSÊNCIA EM AROMATIZADORES AMBIENTAIS.”

Soares C.R. *, Cesar E.R.M.M. *, Cardoso, L.E., Cardoso, M.A.G., Rafael, J.A., Arakawa N.S.

Universidade do Vale do Paraíba, Av. Shishima Hifumi, 2911, Urbanova Fone: +55 12 3947 1169.
e-mail: camila_rosasoares@hotmail.com, erika_miragaia@yahoo.com.br, cardoso@univap.br,
magcard@univap.br, janirafael@yahoo.com.br, nilton@univap.br

Resumo- A citronela (*Cymbopogon winterianus*, Gramineae/Poaceae) é uma planta que armazena em suas folhas óleos essenciais, esta planta é utilizada tradicionalmente como repelente de mosquitos. Neste trabalho, fez-se o isolamento e a incorporação do óleo essencial em duas formulações de aromatizadores ambientais (gel e sachês aromáticos) com a finalidade de observar o tempo de duração da essência, em ambientes padronizados por período de quatro semanas. O óleo essencial foi obtido através do aparelho de Clevenger com rendimento de 1,30%. As formulações utilizadas foram o gel de carbopol e sachês de sagu de mandioca. O óleo essencial foi incorporado no gel, de forma direta e solubilizado em álcool. Em ambas as formulações observou-se a redução no volume dos géis, entretanto, houve liberação da essência mais intensamente na presença de álcool. Na formulação de sachê o óleo foi incorporado através da tríplece impregnação e observou-se intensa liberação de essência durante o período estudado, concluindo-se que a formulação feita com o sagu, obteve o resultado esperado.

Palavras-chave: *Cymbopogon winterianus*, Óleo essencial, aromatizador.

Área do Conhecimento: Farmácia

Introdução

O uso de plantas aromáticas (inteiras, partes ou seus produtos extrativos), é tão antigo quanto à história da humanidade, sendo empregadas na medicina, na cosmética e em cerimônias religiosas.¹ A ISO (International Standard Organization) define óleos voláteis como produtos obtidos de partes de plantas, através de destilação por arraste com vapor d'água, bem como por expressão dos pericarpos de frutos cítricos. De forma geral, são misturas complexas de substâncias voláteis, lipofílicas, geralmente odoríferas e líquidas.²

Com o desenvolvimento da indústria química, os óleos sintéticos começaram a ser produzidos em larga escala, tornando-se mais acessíveis economicamente porém, produtos sintéticos normalmente não podem ser comparados a produtos naturais, pois o óleo essencial apresenta uma composição complexa, algumas vezes de centenas de diferentes compostos químicos, onde eles apresentam ação sinérgica ou complementar entre si, principalmente em relação as atividades biológicas.¹

A citronela (*Cymbopogon winterianus*) é uma planta perene da família Gramineae/Poaceae, possui entre 0,6 a 1,0% de óleo essencial em suas folhas. O óleo extraído de suas folhas frescas ou parcialmente dessecadas é usado tradicionalmente como repelente de mosquitos.³ Os óleos extraídos de plantas, embora sejam insolúveis em água, conseguem conferir odor à mesma, constituindo os hidrolatos e tornando-se uma fonte importante de aromatizantes em perfumaria e especiarias.⁴

Existem várias formas comerciais para se perfumar um ambiente, tais como: difusores que exalam a essência, podendo ser encontrados na forma elétrica ou com vela, mistura de flores e folhas perfumadas, colocadas numa taça com água e posterior aquecimento suave, velas perfumadas, incensos, sachês, géis e aromatizadores com varetas.

Diante do exposto, o presente projeto visa a extração do óleo essencial de citronela e incorporação em duas formulações de aromatizadores ambientais, com a finalidade de observar em qual delas a essência permanece por mais tempo.

Metodologia

Para realização do projeto, foram adquiridas três amostras comerciais do óleo essencial de citronela, de diferentes marcas (denominadas 1, 2 e 3), de estabelecimentos comerciais do município de São José dos Campos - SP.

Foi realizada também a extração do óleo das folhas de citronela (denominada 4). Para a extração do óleo essencial, as folhas frescas adultas de *Cymbopogon winterianus* foram coletadas no viveiro de plantas do Centro de Estudos Naturais- CEN, localizado no Campus Urbanova da Universidade do Vale do Paraíba (Univap), município de São José dos Campos - SP, no período de setembro a novembro de 2009, foram realizados 17 ciclos extrativos, cada um contendo 80 g de folhas com duração de 3 horas.

A extração do óleo essencial de citronela foi feita de acordo com a Farmacopéia Brasileira (IV), utilizando-se o aparelho de Clevenger (figura 1).

Após a coleta, as folhas foram rasuradas com auxílio de uma tesoura, em pequenos pedaços e introduzidas em um balão volumétrico de 1L, onde foram adicionados 300mL de água destilada e cacos de porcelana. O balão foi acoplado ao aparelho de Clevenger, sob manta de aquecimento e realizado o ajuste da temperatura até a ebulição da água. Após a ebulição, iniciou-se a contagem do tempo de 3 horas do ciclo extrativo.



Figura 1: Extração do óleo essencial de citronela utilizando-se o aparelho de Clevenger.

Ao final de cada ciclo extrativo, o óleo contido no aparelho, era coletado em um cálice e armazenado em frascos âmbar e refrigerados, ao final do último processo de extração, utilizou-se sulfato de magnésio anidro, para a eliminação da água residual presente no óleo essencial.

As amostras comerciais foram submetidas às análises das características organolépticas (cor e odor), viscosidade, adulteração com óleos fixos e Cromatografia em Camada Delgada Comparativa (CCDC). Todos os ensaios realizados para as amostras comerciais, foram comparadas ao óleo essencial extraído (amostra 4) no procedimento anterior.

Para observação da cor, colocou-se em tubos de ensaio distintos 10 gotas de cada óleo essencial comercial e foi comparado com a cor do óleo essencial extraído.

Para observação do odor, os frascos foram abertos e através das sensações olfativas, foram analisados os aromas das amostras comerciais comparando-se à do óleo essencial extraído.

Para observação da viscosidade, foi usada uma gota do óleo comercial, na ponta dos dedos de uma mão e na outra, pingou-se uma gota do óleo essencial extraído e assim sucessivamente, até todos os óleos comerciais serem analisados. Durante o procedimento as mãos foram devidamente higienizadas com detergente neutro entre uma análise e outra.

Para a verificação da adulteração com a adição de óleos fixos, colocou-se em um tubo de ensaio, 4 gotas do óleo a ser analisado e 2 gotas de éter dietílico, agitando para a mistura dos componentes. Foram aplicadas três gotas dessa mistura em 3 diferentes regiões, em um papel de filtro redondo (Whatman no. 1 com 15 cm de diâmetro) que posteriormente foi colocado em uma estufa de secagem à temperatura de 100°C por 15 minutos, visando a volatilização do solvente e do óleo essencial.

Após a realização dos ensaios anteriores, foi feita a análise da CCDC, realizada apenas com o óleo comercial, que mais se assemelhava ao óleo essencial extraído. Realizou-se a saturação da cuba utilizando-se a fase móvel tolueno:acetato de etila (93:07). A amostra foi preparada juntando-se 1 gota do óleo essencial à 0,5 ml de acetato de etila e aplicada na placa cromatográfica, previamente preparada, em seguida colocando-a na cuba. Após a eluição da fase móvel, secou-se totalmente a placa cromatográfica e feita a revelação com luz UV, e posteriormente com vanilina sulfúrica.

Após as análises do óleo essencial extraído e dos óleos comerciais, foram preparadas então as formulações. A formulação preparada foi a de gel de carbopol, para isso foram utilizados carbopol 940 (1%), nipagin (0,15%), trietanolamina (q.s.) e água (q.s.p. 100%), na preparação foi utilizado 200g de gel, pesou-se o nipagin em um béquer, acrescentou-se a quantidade de água necessária em seguida o béquer foi aquecido, até a total dissolução do nipagin (~80°C). A solução foi resfriada até a temperatura ambiente, para então

polvilhar o carbopol e deixar em repouso por 24h. No dia seguinte foi feita a homogeneização do carbopol e acrescentado 4 gotas de trietanolamina a qual confere solidez ao gel.

O gel produzido foi dividido em duas porções de 100g cada.

A primeira porção (100g) foi subdividida em 5, contendo 20g, visando-se à determinando a concentração do óleo essencial à ser incorporada em ambas as formulações (gel e sachês), sendo esta, verificada através da intensidade de liberação do aroma da formulação. Inicialmente foi adicionado ao gel, 0,3mL de álcool etílico (P.A.) com posterior adição do óleo essencial nas concentrações de 1, 2, 3 e 4%. A incorporação do etanol à formulação teve o intuito de facilitar a liberação do óleo essencial, ao ambiente. Após o processo de incorporação e verificação da intensidade de liberação do aroma, definiu-se que a concentração a ser incorporada seria de 3% do óleo essencial.

A segunda porção do gel (100g), também foi subdividida em 5 porções de 20g e acondicionadas em recipientes adequados para a análise, no recipiente 1 (controle 1 – gel), recipiente 2 (controle 2 – gel + álcool etílico 0,3 mL) e recipientes 3, 4 e 5 (gel + álcool etílico + óleo essencial extraído). As características dos géis contidos nos recipientes estão demonstrados na figura 2.



Figura 2: Subdivisão do gel nos recipientes: 1 – Controle (gel), 2 – (gel + álcool etílico 0,3 mL), 3, 4 e 5 – (gel + álcool etílico + óleo essencial extraído).

A impregnação do óleo no sagú seguiu o método Tríplice impregnação descrita na Farmacopéia Homeopática Brasileira (1997), usada para incorporar o medicamento em glóbulos inertes. Primeiro transferiu-se todo o sagú pesado para uma placa de Petri, o óleo essencial foi incorporado em 3 etapas, primeiro, com o auxílio de uma pipeta graduada, adicionou-se 1% (0,6mL) do óleo sobre o sagú e, com movimentos circulares da placa, fez-se a homogeneização ficando em repouso aproximadamente 10 minutos para secagem, esse processo foi repetido mais duas vezes, impregnando-se assim os 3% do óleo essencial.

O sagú já impregnado foi dividido em três recipientes com 20g cada.

Todos os recipientes, tanto do gel como do sachê, foram identificados e vedados conforme as

descrições: recipientes C (controle) e CA (controle do álcool), na forma gel, foram vedados com a tampa e mantidos em temperatura ambiente. Os recipientes 1G (gel) e 1S (sachê) foram vedados com tecido poroso (TNT), os recipientes 2G e 2S com papel filme e o 3G e 3S com a tampa perfurada diversas vezes.

Os recipientes foram dispostos em diferentes ambientes com mesmas condições de área (aproximadamente 9m²), ventilação e iluminação. A percepção da liberação da essência foi feita diariamente, durante 4 semanas.

Resultados e Discussões

A citronela é uma planta que possui em suas folhas de 0,6 a 1,0% de óleo essencial, após 17 ciclos extrativos, foram obtidos 17mL de óleo essencial, partindo-se de 1304,36g de folha de *C. winterianus*, obtendo-se um rendimento médio, de 1,30%. O cálculo do rendimento foi feito relacionando-se o peso total do material vegetal fresco e o volume do óleo essencial obtido ao final do processo extrativo.

Para as análises das características organolépticas, somente a amostra 1 indicou as intensidades de coloração, odor e viscosidade parecidos com o óleo essencial extraído. A amostra 2 observou-se o mesmo odor, porém com coloração diferente, apresentando-se coloração amarelo-claro transparente, visto que o óleo essencial apresentava coloração amarelo-pardo; já a amostra 3, mesmo com a indicação em seu rótulo como óleo de citronela, não apresentou coloração, odor e viscosidade quando comparado ao óleo essencial extraído.

No controle de qualidade para a verificação da presença de óleos fixos apenas a amostra 3, dos óleos analisados apresentou adulteração. Os óleos fixos não volatilizam à temperatura de 100°C, diferente dos óleos essenciais que são altamente voláteis, assim quando os papéis de filtro foram submetidos à esta temperatura houve volatilização de todo o óleo essencial e do éter dietílico, a amostra que estava adulterada com óleo fixo, foi facilmente identificada, pois o papel ficou visivelmente marcado com a adulteração, como mostra Figura 3.

Pureza é um fator importante quando se trata de óleo essencial, pois além de serem utilizados como aromatizantes são também usados na medicina popular, como antiinflamatórios, antissépticos; porém a adulteração de tais óleos, com óleos fixos ou até mesmo álcool é comum, visando aumentar o rendimento do óleo, tornando-os mais acessíveis aos consumidores, devido ao baixo valor agregado, por outro lado a adulteração na composição desses óleos, pode comprometer a atividade farmacológica, minimizando, ou até mesmo não obtendo o resultado desejado.

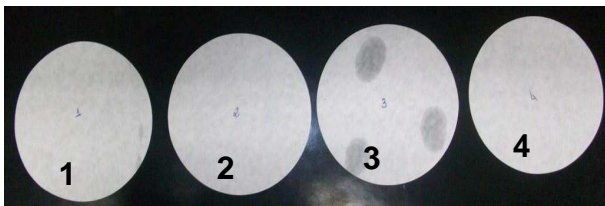


Figura 3: Análise qualitativa dos óleos fixos. Manchas no papel contendo amostra 3 identifica adulteração no produto.

Dentre os óleos essenciais comerciais, apenas a amostra 1, mostrou-se maior proximidade ao óleo essencial extraído, principalmente, em relação as características organolépticas e deste modo foi submetida à CCDC.

Após a realização da CCDC com posterior revelação com vanilina sulfúrica, foram calculados os valores do fator de retenção das substâncias presentes nas amostras (R_f), obtendo-se os seguintes valores, amostra 1 (óleo comercial 1): $R_{f1}=0,16$, $R_{f2}=0,35$, $R_{f3}=0,46$ e amostra 2 (óleo essencial extraído): $R_{f1}=0,16$, $R_{f2}=0,46$, indicando deste modo que as substâncias com os R_f s 0,16 e 0,46, são as mesmas, como mostra a figura 4.

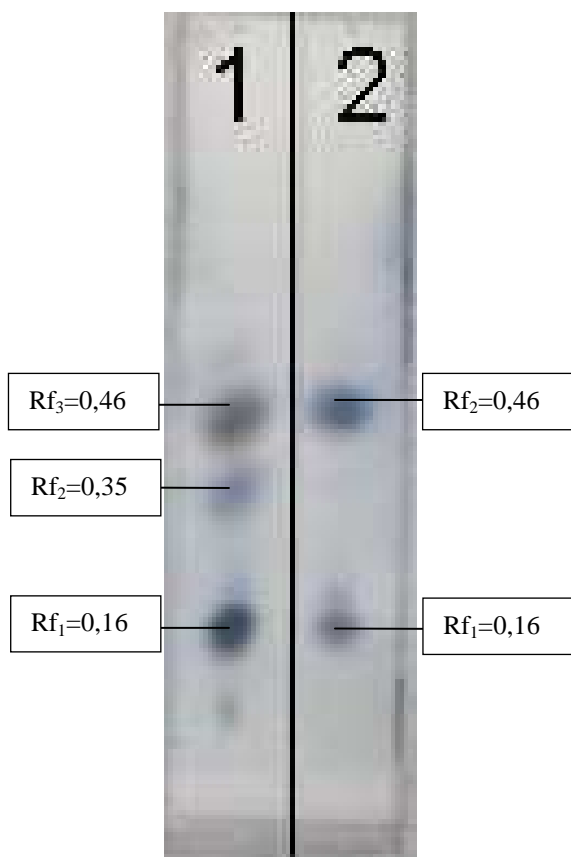


Figura 4: Identificação das amostras por cromatografia em camada delgada (CCD). 1-óleo comercial; 2-óleo extraído.

Analisando os resultados obtidos na placa após, revelação e cálculo dos R_f s, foram

observadas, através da coloração na placa, diferentes concentrações e substâncias na amostra 1 (óleo essencial comercial) que não esta presente na amostra 2 (óleo essencial extraído).

As alterações encontradas podem ser decorrentes de fatores como época do ano e período do dia em que o material vegetal, foi coletado para extração, isso porque, tais fatores podem alterar a concentração dos componentes do óleo essencial no material vegetal, e como o óleo da amostra 1, pode ser de origem sintética, não verifica-se tal alteração, mantendo assim a alta concentração de três de seus principais componentes.

No teste para definição da porcentagem de óleo essencial a ser incorporada, a de 1 e 2% foi ineficaz, pois a essência foi imperceptível ao olfato, a incorporação de 4% desandou a formulação, já a de 3% do óleo foi eficaz.

Ao incorporar o óleo essencial no gel observou-se turvação sobre o aspecto do mesmo, mas não alterando as características organolépticas do óleo essencial e após 4 semanas de análise, os recipientes que continham o gel, apresentaram baixa liberação da essência, porém foi observado a redução no volume do gel, como mostra a figura 5.



Figura 5: Diminuição no volume do gel contendo óleo essencial.

Na formulação dos sachês, após a incorporação do óleo essencial nos grãos de sagu de mandioca, não observou-se mudança no aspecto dos mesmos, como mostra figura 6. Após 4 semanas de análise, ainda havia liberação de essência, porém em menor intensidade.



Figura 6: Grãos de sagu incorporados com óleo essencial a 3%.

Conclusão

Concluimos que, após as análises de qualidade realizadas nos óleos essenciais, não é difícil encontrar no mercado, óleos essenciais adulterados, principalmente pela adição de óleos fixos, a fim de baratear o custo da produção, tornando-os assim mais acessíveis ao consumidor. A metodologia utilizada para extração de óleo essencial contendo citronela, demonstrou ser eficaz.

Após as quatro semanas de análise, pudemos avaliar que dos aromatizadores estudados, a melhor forma para incorporação do óleo essencial de citronela é em forma de sachês, contendo sagu de mandioca, pois houve maior liberação da essência, sem alteração visível, com a vantagem de ser uma técnica barata e fácil, possibilitando à qualquer pessoa preparar um aromatizador de ambiente, contendo citronela, desde que, utilizando um óleo essencial de boa qualidade.

Referências

1- La Cruz, M. G. F.. O uso de óleos essenciais na terapêutica. In: I Seminário Matogrossense de Etnobiologia e Etnoecologia e o II Seminário Centro-Oeste de Plantas Medicinais, 2002, Cuiabá, MT.

2- Simões, C. M. O. *et al.* Farmacognosia da planta ao medicamento. Porto Alegre: UFRGS, 6ª Edição, 2007.

3- Azaredo, T. L. *et al.* Rendimento do óleo essencial de citronela em função do uso de diferentes partes da planta e do acondicionamento da biomassa no extrator. In: II Jornada Nacional da Agroindústria, 2007, Bananeiras. Disponível em: www.seminagro.com.br/trabalhos_publicados/2jornada/02ciencia_e_tecnologia_de

alimentos/37cta.pdf. Acessado em 13 de setembro de 2009.

4- Olivo, C. J. *et al.* Óleo de citronela no controle do carrapato de bovinos. *Ciência Rural*, Vol. 38, nº. 2, Santa Maria, Mar./Apr., 2008.

5- Farmacopéia Brasileira. 4ª Ed. São Paulo: Atheneu. 1988.

6 - Farmacopéia Homeopática Brasileira. 2ª Ed. São Paulo: Atheneu. 1997