

**EFEITO DA TEMPERATURA DO AR DE SECAGEM E DO PERÍODO
DE ARMAZENAMENTO NO TEOR E NA COMPOSIÇÃO QUÍMICA
DOS ÓLEOS ESSENCIAIS DE ALECRIM-PIMENTA E GENGIBRE**

ANTONIONE ARAUJO COELHO

**UNIVERSIDADE ESTADUAL DO NORTE FLUMINENSE DARCY
RIBEIRO**

**CAMPOS DOS GOYTACAZES – RJ
JUNHO – 2019**

**EFEITO DA TEMPERATURA DO AR DE SECAGEM E DO PERÍODO
DE ARMAZENAMENTO NO TEOR E NA COMPOSIÇÃO QUÍMICA
DOS ÓLEOS ESSENCIAIS DE ALECRIM-PIMENTA E GENGIBRE**

ANTONIONE ARAUJO COELHO

Tese apresentada ao Centro de Ciências e
Tecnologias Agropecuárias da Universidade
Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro,
como parte das exigências para obtenção do
título de Doutor em Produção Vegetal

Orientador: Prof. Pedro Amorim Berbert

CAMPOS DOS GOYTACAZES – RJ
JUNHO – 2019

FICHA CATALOGRÁFICA

UENF - Bibliotecas

Elaborada com os dados fornecidos pelo autor.

C672 Coelho, Antonione Araujo.

Efeito da temperatura do ar de secagem e do período de armazenamento no teor e na composição química dos óleos essenciais de alecrim-pimenta e gengibre / Antonione Araujo Coelho. - Campos dos Goytacazes, RJ, 2019.

127 f. : il.

Bibliografia: 97 - 115.

Tese (Doutorado em Produção Vegetal) - Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro, Centro de Ciências e Tecnologias Agropecuárias, 2019.
Orientador: Pedro Amorim Berbert.

1. Lippia sidoides Cham. 2. Zingiber officinale Roscoe. 3. Plantas medicinais. 4. Secagem. 5. Óleo essencial. I. Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro. II. Título.

CDD - 630

EFEITO DA TEMPERATURA DO AR DE SECAGEM E DO PERÍODO DE ARMAZENAMENTO NO TEOR E NA COMPOSIÇÃO QUÍMICA DOS ÓLEOS ESSENCIAIS DE ALECRIM-PIMENTA E GENGIBRE

ANTONIONE ARAUJO COELHO

Tese apresentada ao Centro de Ciências e Tecnologias Agropecuárias da Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro, como parte das exigências para obtenção do título de Doutorado em Produção Vegetal

Aprovada em 07 de junho de 2019

Comissão Examinadora:



Prof.ª. Marília Amorim B. de Molina (D.Sc., Bioquímico-Farmacêutica) – UENF



Dr.ª. Karina de Jesus Soares (D.S., Produção Vegetal) - (Membro externo)



Dr.ª. Marcia Terezinha R. de Oliveira (D.Sc., Produção Vegetal) - (Membro Externo)



Prof. Pedro Amorim Berbert (Ph.D, Engenharia Agrícola) – UENF
Orientador

AGRADECIMENTOS

Ao Prof. Pedro Amorim Berbert, professor orientador, pelo voto de confiança, suporte técnico, amizade, dedicação e por ter acreditado em minha capacidade;

A Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro – UENF, pela concessão da bolsa de doutorado e ao Programa de Pós-Graduação em Produção Vegetal, ao Centro de Ciências e Tecnologias Agropecuárias – CCTA e ao Laboratório de Engenharia Agrícola – LEAG, pela oportunidade de realização deste projeto;

À Dr^a Marcia Terezinha Ramos de Oliveira pela coorientação, incentivo, dedicação e amizade, além da experiência compartilhada;

À Dr^a Rosane Nora Castro, professora pesquisadora do Departamento de Química da UFRRJ, pela gentileza, presteza e incentivo na realização das análises químicas, além da amizade que foi construída;

À Dr^a Frances Regiane dos Santos, pela significativa contribuição ao viabilizar a execução das análises cromatográficas do presente estudo, além do apoio e amizade sincera que foi construída ao longo dos trabalhos;

Ao Dr. Marcos Gervasio Pereira, pela gentileza e presteza em me apresentar pessoas que puderam contribuir com a realização da pesquisa;

À Dr^a Marília Amorim Berbert de Molina, pela valorosa contribuição na realização deste trabalho;

Ao Dr. Geraldo de Amaral Gravina, pela presteza e colaboração no desenvolvimento das análises estatísticas desta pesquisa;

Aos professores do LEAG, Dr. Elias Fernandes de Sousa, Dr. Ricardo F. Garcia e Dr. José Carlos Mendonça, pela experiência compartilhada, apoio e amizade adquiridos ao longo desses 4 anos;

À Dr^a Karina de Jesus Soares, pela amizade sincera, companheirismo e apoio nos momentos de dificuldades, além da experiência compartilhada;

Aos amigos de laboratório, Mario Sergio Paiva de Araújo, Claudio Martins de Almeida e Matheus Rossi Luze pela amizade, apoio e acima de tudo pelo companheirismo;

Aos meus familiares, em especial à minha mãe Raimunda Maria Araujo Coelho e ao meu pai Antonio Araujo Coelho (*in memoriam*), por serem responsáveis por eu ter chegado até aqui e pelo amor incondicional, dedicação e por ter acreditado sempre na minha capacidade. Aos meus irmãos, Sheila Lorena e Victor Hugo, a minha cunhada Estefani e sobrinhas Alice e Beatriz, pelo amor, carinho e incentivo. Ao Tauã Coul Josh pela amizade, incentivo e por ter compartilhado dos momentos difíceis e de vitória;

A Deus, acima de qualquer coisa, por ter me concedido a oportunidade de realização de mais uma vitória e por ter colocado pessoas especiais no meu caminho;

E, por fim a todos os parentes e amigos que, de alguma forma contribuíram direta ou indiretamente com a realização desse título.

SUMÁRIO

LISTA DE TABELAS	viii
LISTA DE FIGURAS	xiii
RESUMO	xvi
ABSTRACT	xix
1. INTRODUÇÃO	1
2. REVISÃO DE LITERATURA	5
2.1 Plantas medicinais e fitoterápicos	5
2.2 Alecrim-Pimenta (<i>Lippia sidoides</i> Cham.)	6
2.2.1 Classificação botânica e origem	6
2.2.2 Utilização	7
2.3 Gengibre (<i>Zingiber officinale</i> Roscoe)	9
2.3.1 Classificação botânica e origem	9
2.3.2 Utilização	10
2.3.3 Viabilidade econômica	13
2.4 Secagem	13
2.5 Armazenamento de Plantas Medicinais	15
2.6 Metabolismo secundário	17

2.7 Óleo Essencial	18
2.7.1 Função biológica dos óleos essenciais	20
2.8 Processos biossintéticos e composição dos óleos essenciais	21
2.9 Métodos de extração de óleos essenciais.....	25
2.9.1 Extração por arraste de vapor	26
2.10 Caracterização de Óleos Essenciais.....	28
2.10.1 Métodos Cromatográficos.....	29
2.10.1.1 Cromatografia em fase gasosa com espectrômetro de massa.....	29
3. MATERIAL E MÉTODOS.....	33
3.1. Matéria-prima, colheita ou aquisição, seleção e preparo	33
3.2 Procedimento de Secagem	34
3.3 Determinação do teor de água das amostras	35
3.3.1 Teor de água de folhas de alecrim-pimenta.....	36
3.3.2 Teor de água de rizomas de gengibre	37
3.4 Armazenamento	38
3.5 Extração do óleo essencial	39
3.6 Rendimento em óleo essencial	40
3.7 Análise da composição química do óleo essencial	41
3.8 Delineamento experimental e análise estatística	43
4. RESULTADOS E DISCUSSÃO	44
4.1 Rendimento em óleo essencial	44
4.1.1 Alecrim-Pimenta (<i>Lippia sidoides</i> Cham.)	44
4.1.2 Gengibre (<i>Zingiber officinale</i> Roscoe).....	47
4.2 Análise da composição química dos óleos essenciais	50
4.2.1 Identificação e quantificação dos fitoconstituintes do óleo essencial contido em folhas de alecrim-pimenta <i>in natura</i> e em amostras secadas sob diferentes temperaturas.....	50

4.2.2 Identificação e quantificação dos fitoconstituintes do óleo essencial contido em folhas de alecrim-pimenta <i>in natura</i> e em amostras armazenadas por diferentes períodos de tempo	59
4.2.3 Identificação e quantificação dos fitoconstituintes do óleo essencial contido em rizomas de gengibre <i>in natura</i> e em amostras secadas em diferentes temperaturas.....	68
4.2.4 Identificação e quantificação dos fitoconstituintes do óleo essencial contido em rizomas de gengibre <i>in natura</i> e em amostras armazenadas por diferentes períodos de tempo	78
5. RESUMO E CONCLUSÕES.....	94
5.1 Alecrim-pimenta	94
5.2 Gengibre	95
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	97
APÊNDICE	117

LISTA DE TABELAS

- Tabela 1. Comparação do teor de água utilizando dois métodos da estufa (método padrão a 103 °C / 24h e método de determinação rápida em alta temperatura a 130 °C / 1h) nas condições de secagem de 40, 50 e 60 °C
- Tabela 2. Valores médios do teor do óleo essencial das folhas de alecrim-pimenta (g/100 g de matéria seca) para três níveis de temperatura de secagem, 40 e 50°C, quatro períodos de armazenamento (zero, 1, 3 e 6 meses), empregando-se um único nível de velocidade do ar de secagem, 0,5 m s⁻¹, e teor do óleo essencial do produto *in natura*
- Tabela 3. Valores médios do teor do óleo essencial em rizomas de gengibre (g/100 g de matéria seca) para três níveis de temperatura de secagem, 40 e 50°C, quatro períodos de armazenamento (zero, 1, 3 e 6 meses), empregando-se um único nível de velocidade do ar de secagem, 0,5 m s⁻¹, e teor do óleo essencial do produto *in natura*
- Tabela 4. Perfil fitoquímico do óleo essencial de folhas de alecrim-pimenta *in natura* e submetidas à secagem a 40, 50 e 60°C, obtido por cromatografia a gás e espectrômetro de massas (CG-EM) e cromatografia a gás com detector de ionização em chama (CG-DIC). Os valores representam as médias e desvios padrão, em triplicata, das proporções relativas (%) das substâncias, obtidas por meio da comparação das áreas dos picos obtidos no cromatograma com aqueles obtidos com o padrão externo

- Tabela 5. Constituintes químicos majoritários encontrados no óleo essencial de folhas de alecrim-pimenta *in natura* e secadas a 40, 50 e 60 °C, com seus respectivos Índices de Kovats tabelados (IK_{tab}), Tempo de Retenção (TR) e Índice de Retenção Linear calculado (IRL_{cal})
- Tabela 6. Valores médios da proporção relativa (%) dos principais constituintes do óleo essencial das folhas de alecrim-pimenta para três níveis de temperatura de secagem, 40, 50 e 60°C, empregando-se um único nível de velocidade do ar de secagem, 0,5 m s⁻¹, e os correspondentes valores para o produto *in natura*
- Tabela 7. Perfil fitoquímico do óleo essencial de folhas de alecrim-pimenta, secadas a 40°C, para amostras imediatamente após a secagem (tempo zero) e armazenadas por 1, 3 e 6 meses, obtido por cromatografia a gás e espectrômetro de massas (CG-EM) e cromatografia a gás com detector de ionização em chama (CG-DIC). Os valores representam as médias e desvios padrão, em triplicata, das proporções relativas (%) das substâncias, obtidas por meio da comparação das áreas dos picos obtidos no cromatograma com aqueles obtidos com o padrão externo
- Tabela 8. Perfil fitoquímico do óleo essencial de folhas de alecrim-pimenta, secadas a 50°C, para amostras imediatamente após a secagem (tempo zero) e armazenadas por 1, 3 e 6 meses, obtido por cromatografia a gás e espectrômetro de massas (CG-EM) e cromatografia a gás com detector de ionização em chama (CG-DIC). Os valores representam as médias e desvios padrão, em triplicata, das proporções relativas (%) das substâncias, obtidas por meio da comparação das áreas dos picos obtidos no cromatograma com aqueles obtidos com o padrão externo
- Tabela 9. Perfil fitoquímico do óleo essencial de folhas de alecrim-pimenta, secadas a 60°C, para amostras imediatamente após a secagem (tempo zero) e armazenadas por 1, 3 e 6 meses, obtido por cromatografia a gás e espectrômetro de massas (CG-EM) e cromatografia a gás com detector de ionização em chama (CG-DIC). Os valores representam as médias e desvios padrão, em triplicata, das proporções relativas (%) das substâncias, obtidas por meio da comparação das áreas dos picos obtidos no cromatograma com aqueles obtidos com o padrão externo

- Tabela 10. Valores médios da proporção relativa (%) dos principais constituintes do óleo essencial das folhas de alecrim-pimenta em função do período de armazenamento (0, 1, 3 e 6 meses), para amostras secadas a 40°C, empregando-se velocidade do ar de secagem, 0,5 m s⁻¹
- Tabela 11. Valores médios da proporção relativa (%) dos principais constituintes do óleo essencial das folhas de alecrim-pimenta em função do período de armazenamento (0, 1, 3 e 6 meses), para amostras secadas a 50°C, empregando-se velocidade do ar de secagem, 0,5 m s⁻¹
- Tabela 12. Valores médios da proporção relativa (%) dos principais constituintes do óleo essencial das folhas de alecrim-pimenta em função do período de armazenamento (0, 1, 3 e 6 meses), para amostras secadas a 60°C, empregando-se velocidade do ar de secagem, 0,5 m s⁻¹
- Tabela 13. Perfil fitoquímico do óleo essencial de rizomas de gengibre *in natura* e submetidos à secagem a 40, 50 e 60°C, obtido por cromatografia a gás e espectrômetro de massas (CG-EM) e cromatografia a gás com detector de ionização em chama (CG-DIC). Os valores representam as médias e desvios padrão, em triplicata, das proporções relativas (%) das substâncias, obtidas por meio da comparação das áreas dos picos obtidos no cromatograma com aqueles obtidos com o padrão externo
- Tabela 14. Constituintes químicos majoritários encontrados no óleo essencial de rizomas de gengibre *in natura* e secados a 40, 50 e 60°C, com seus respectivos Índices de Kovats tabelados (IK_{tab}), Tempo de Retenção (TR) e Índice de Retenção Linear calculado (IRL_{cal})
- Tabela 15. Valores médios da proporção relativa (%) dos principais constituintes do óleo essencial de rizomas de gengibre secados a 40, 50 e 60°C, empregando-se um único nível de velocidade do ar de secagem, 0,5 m s⁻¹, e os correspondentes valores para o produto *in natura*
- Tabela 16. Perfil fitoquímico do óleo essencial de rizomas de gengibre, secados a 40°C, para amostras imediatamente após a secagem (tempo zero) e armazenadas por 1, 3 e 6 meses,

obtido por cromatografia a gás e espectrômetro de massas (CG-EM) e cromatografia a gás com detector de ionização em chama (CG-DIC). Os valores representam as médias e desvios padrão, em triplicata, das proporções relativas (%) das substâncias, obtidas por meio da comparação das áreas dos picos obtidos no cromatograma com aqueles obtidos com o padrão externo

Tabela 17. Perfil fitoquímico do óleo essencial de rizomas de gengibre, secados a 50 °C, para amostras imediatamente após a secagem (tempo zero) e armazenadas por 1, 3 e 6 meses, obtido por cromatografia a gás e espectrômetro de massas (CG-EM) e cromatografia a gás com detector de ionização em chama (CG-DIC). Os valores representam as médias e desvios padrão, em triplicata, das proporções relativas (%) das substâncias, obtidas por meio da comparação das áreas dos picos obtidos no cromatograma com aqueles obtidos com o padrão externo

Tabela 18. Perfil fitoquímico do óleo essencial de rizomas de gengibre, secados a 60°C, para amostras imediatamente após a secagem (tempo zero) e armazenadas por 1, 3 e 6 meses, obtido por cromatografia a gás e espectrômetro de massas (CG-EM) e cromatografia a gás com detector de ionização em chama (CG-DIC). Os valores representam as médias e desvios padrão, em triplicata, das proporções relativas (%) das substâncias, obtidas por meio da comparação das áreas dos picos obtidos no cromatograma com aqueles obtidos com o padrão externo

Tabela 19. Valores médios da proporção relativa (%) dos principais constituintes do óleo essencial extraído de rizomas de gengibre em função do período de armazenamento (0, 1, 3 e 6 meses), para amostras secadas a 40 °C, empregando-se velocidade do ar de secagem, 0,5 m s⁻¹

Tabela 20. Valores médios da proporção relativa (%) dos principais constituintes do óleo essencial extraído de rizomas de gengibre em função do período de armazenamento (0, 1, 3 e 6 meses), para amostras secadas a 50 °C, empregando-se velocidade do ar de secagem, 0,5 m s⁻¹

Tabela 21. Valores médios da proporção relativa (%) dos principais constituintes do óleo essencial extraído de rizomas de gengibre em função do período de armazenamento (0, 1, 3 e

6 meses), para amostras secadas a 60 °C, empregando-se velocidade do ar de secagem, 0,5 m s⁻¹

- Tabela 1A. Quadrados médios e coeficientes percentuais de variação experimental para a variável rendimento em óleo essencial do alecrim-pimenta, para temperaturas de secagem de 40, 50 e 60 °C e períodos de armazenamento de zero, 1, 3 e 6 meses
- Tabela 2A. Quadrados médios e coeficientes percentuais de variação experimental para a variável rendimento em óleo essencial do gengibre, para temperaturas de secagem de 40, 50 e 60 °C e períodos de armazenamento de zero, 1, 3 e 6 meses
- Tabela 3A. Quadrados médios e coeficientes percentuais de variação experimental para a variável proporção relativa (%) da área dos cinco principais constituintes do óleo essencial contido em folhas do alecrim-pimenta, em três repetições, para temperaturas de secagem de 40, 50 e 60 °C
- Tabela 4A. Análise de variância da proporção relativa (%) da área dos cinco principais componentes químicos do óleo essencial de alecrim-pimenta, em função da temperatura de secagem (40, 50 e 60 °C), do período de armazenamento (0, 1, 3 e 6 meses), e suas interações, empregando-se um único nível de velocidade do ar de secagem, 0,5 m s⁻¹. A análise foi realizada com os valores de percentual da área obtidos em três repetições
- Tabela 5A. Quadrados médios e coeficientes percentuais de variação experimental para a variável proporção relativa (%) da área dos oito principais constituintes do óleo essencial contido em rizomas de gengibre, em três repetições, para temperaturas de secagem de 40, 50 e 60 °C
- Tabela 6A. Quadrados médios e coeficientes percentuais de variação experimental para a variável proporção relativa (%) da área dos oito principais constituintes do óleo essencial contido em rizomas de gengibre, em três repetições, para temperaturas de secagem de 40, 50 e 60 °C

LISTA DE FIGURAS

- Figura 1. Estrutura química dos compostos isolados do óleo essencial de alecrim-pimenta (A) Timol e (B) Carvacrol. Fonte: Botelho et al. (2007).
- Figura 2. Planta de gengibre (A), inflorescência (B) e rizoma (C) do gengibre. Fontes: Prato (2010) e Rehman (2011).
- Figura 3. Estrutura química do geranial (A) e neral (B). Fonte: Adaptado de (Martins, 2000).
- Figura 4. Condensação de unidades de isopreno na formação de terpenóides. Fonte: Freire (2008).
- Figura 5. Esquema da rota biossintética de terpenos e sua classificação de acordo com as unidades de isopreno. Fonte: Martins (2012) adaptado de García e Carril (2009).
- Figura 6. Esquema simplificado da biossíntese dos monoterpenos e sesquiterpenos. Fonte: adaptado de Croteau et al. (2000) por Santos, (2016).
- Figura 7. Mecanismo de formação da estrutura básica dos fenilpropanoídes a partir do ácido chiquímico. Fonte: Guimarães (2010).
- Figura 8. Aparelho Clevenger para extração de óleo essencial em pequena escala por hidrodestilação.
- Figura 9. Folhas de alecrim-pimenta *in natura* (A), gengibre seco (B).

- Figura 10. Recipiente em vidro com tampa rosável utilizado para o armazenamento de alecrim(A) e gengibre(B).
- Figura 11. Minifrasco (2 mL) de vidro âmbar.
- Figura 12. Cromatógrafo a gás com detector de ionização em chamas (A) e o espectrômetro de massa (B).
- Figura 13. Estrutura química dos componentes de maior proporção relativa (%) encontrados no óleo essencial extraído de folhas de alecrim-pimenta.
- Figura 14. Estrutura química dos compostos químicos de maior proporção relativa (%) encontrados no óleo essencial extraído de rizomas de gengibre: (A) canfeno, (B) β -felandreno, (C) 1,8-cineol, (D) neral, (E) geraniol, (F) geranial, (G) acetato de geranila, (H) α -zingibereno.
- Figura 1B. Cromatogramas do óleo essencial de folhas de alecrim-pimenta, extraído pelo método de hidrodestilação, para amostras *in natura* e submetidas à secagem a 40, 50 e 60 °C. (A) mirceno; (B) p-cimeno, (C) γ -terpineno; (D) carvacrol, (E) e-cariofileno.
- Figura 2B. Espectro de massa dos principais constituintes químicos encontrados no óleo essencial de folhas alecrim-pimenta *in natura* e secadas a 40, 50 e 60 °C. (A) mirceno; (B) p-cimeno, (C) γ -terpineno; (D) carvacrol, (E) e-cariofileno.
- Figura 3B. Cromatogramas dos principais constituintes químicos (a) mirceno; (b) p-cimeno, (c) γ -terpineno; (d) carvacrol, (e) e-cariofileno, encontrados no óleo essencial de folhas alecrim-pimenta secadas a 40 °C (A), 50 °C (B) e 60 °C (C) e armazenadas por diferentes períodos de tempo: zero (imediatamente após a secagem), 1, 3 e 6 meses.
- Figura 4B. Cromatogramas do óleo essencial de rizomas de gengibre, extraído pelo método de hidrodestilação, para amostras *in natura* e submetidas à secagem a 40, 50 e 60 °C. (A) canfeno; (B) β -felandreno; (C) 1,8-cineol; (D) neral; (E) geraniol; (F) geranial; (G) acetato de geranila; (H) α -zingibereno.
- Figura 5B. Espectro de massa dos principais constituintes químicos encontrados no óleo essencial de rizomas de gengibre *in natura* e secadas a 40, 50 e 60 °C. (A) canfeno; (B) β -felandreno; (C) 1,8-cineol; (D) neral; (E) geraniol; (F) geranial; (G) acetato de geranila; (H) α -zingibereno.

Figura 6B. Cromatogramas dos principais constituintes químicos (a) canfeno; (b) β -felandreno; (c) 1,8-cineol; (d) neral; (e) geraniol; (f) geranial; (g) acetato de geranila; (h) α -zingibereno, encontrados no óleo essencial de rizomas de gengibre secados a 40 °C (A), 50 °C (B) e 60 °C (C) e armazenados por diferentes períodos de tempo: zero (imediatamente após a secagem), 1, 3 e 6 meses.

RESUMO

COELHO, Antonione Araujo; D.S. Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro. Junho de 2019. Efeito da temperatura do ar de secagem e do período de armazenamento no teor e na composição química dos óleos essenciais de alecrim-pimenta e gengibre. Professor Orientador: Pedro Amorim Berbert. Professora Coorientadora: Marcia Terezinha Ramos de Oliveira.

O alecrim-pimenta (*Lippia sidoides* Cham.), da família Verbenaceae, é uma importante planta medicinal, nativa do nordeste brasileiro e que apresenta atividades antissépticas, antifúngicas, antibacterianas, acaricidas, inseticidas e anti-inflamatórias. O gengibre (*Zingiber officinale* Roscoe), pertencente à família Zingiberaceae, é originário do sudoeste asiático. Trata-se de condimento utilizado originalmente nas culinárias indiana e chinesa que, posteriormente, passou a ser apreciado em todo o mundo devido ao seu sabor e aroma pungentes. O gengibre também apresenta potencial antifúngico e antibacteriano devido à composição do seu óleo essencial, produzido pelo metabolismo secundário, rico em substâncias farmacologicamente ativas. Considera-se que o estudo das condições de secagem e armazenamento dessas plantas medicinais é relevante para determinar os tratamentos que permitam a manutenção da estabilidade dos princípios ativos, minimizando as perdas e garantindo a qualidade do produto. O presente trabalho tem por objetivo verificar a influência da temperatura e do período de armazenamento no teor e na composição química dos óleos essenciais de alecrim-

pimenta e gengibre. Os ensaios experimentais foram realizados no Laboratório de Engenharia Agrícola, do Centro de Ciências e Tecnologias Agropecuárias, da Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro. Plantas de alecrim-pimenta provenientes de plantação localizada em região próxima à universidade e rizomas de gengibre adquiridos no mercado local foram utilizadas como matéria-prima. Após a coleta e aquisição da matéria-prima, as amostras foram levadas ao laboratório para realização do experimento. As amostras foram selecionadas retirando-se as partes comprometidas ou danificadas, assim como qualquer parte de outro vegetal ou material estranho. Para os testes experimentais de secagem do alecrim-pimenta e do gengibre, empregou-se secador de leito fixo por convecção, em camada delgada, com fluxo de ar tangencial, com três bandejas retangulares de fundo telado. Os testes de secagem foram realizados empregando-se um único nível de velocidade do ar de secagem: $0,5 \text{ m s}^{-1}$ e três níveis de temperatura (40, 50 e 60 °C), com três repetições. Após essa etapa de secagem, foi realizada a extração do óleo essencial pelo método de hidrodestilação para sua quantificação e qualificação. Tanto para o alecrim quanto para o gengibre, o material foi avaliado em quatro intervalos de tempo: sem armazenamento, ou seja, logo após a secagem (tempo zero) e depois de 1, 3 e 6 meses. As análises químicas foram feitas por cromatografia a gás acoplado ao espectrômetro de massa CG-EM. A secagem provocou aumento imediato significativo no teor de óleo essencial extraído das folhas de alecrim-pimenta. O armazenamento também aumentou o teor de óleo essencial e o período de um mês foi o tratamento que resultou no maior rendimento em óleo essencial. Os principais compostos encontrados foram o mirceno, p-cimeno, γ -terpineno, carvacrol e E-cariofileno. Para a composição majoritária, carvacrol, a secagem a 60 °C foi o tratamento que resultou em maior proporção relativa (%) em área. A secagem provocou também aumento significativo imediato no teor de óleo essencial extraído de rizomas de gengibre. Os maiores teores de óleo foram obtidos na secagem a 50 °C. O óleo essencial de gengibre pode ser armazenado por até seis meses, pois a diminuição no teor de óleo independe do período de armazenamento. Os principais compostos encontrados foram: canfeno, β -felandreno, 1,8-cineol, neral, geraniol, geranial, acetato de geranila e α -zingibereno. A temperatura de secagem não teve qualquer efeito sobre a proporção relativa (%) do componente majoritário geranial. Enquanto, o armazenamento atuou no sentido de diminuir a proporção relativa (%) de geranial.

Quanto à variação da proporção relativa (%) ao longo dos meses de armazenamento, as únicas conclusões relevantes são: a proporção relativa (%) de geranial diminuiu entre 3 e 6 meses de armazenamento quando os rizomas foram secados a 50 e 60 °C; a proporção relativa (%) de canfeno aumentou entre 1 e 6 meses para secagem a 50 e 60 °C. Parece haver a tendência de uma redução drástica na proporção relativa (%) de 1,8-cineol, ou mesmo sua completa degradação, para todos os tratamentos de secagem.

ABSTRACT

COELHO, Antonione Araujo; D.S. Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro [State University of Northern Rio de Janeiro State – Darcy Ribeiro]. June 2019. Effect of drying air temperature and storage period on the content and chemical composition of essential oils of “pepper rosemary” and ginger. Advisor: Pedro Amorim Berbert. Co-Advisor: Marcia Terezinha Ramos de Oliveira.

The species *Lippia sidoides* Cham., of the family Verbenaceae, known as “pepper rosemary” in Brazil, is a medicinal plant, native of the Brazilian northeast and that shows antiseptic, antifungal, antibacterial, acaricidal, insecticidal and anti-inflammatory activities. Ginger (*Zingiber officinale* Roscoe), belonging to the Zingiberaceae family, had its center of origin in South-East Asia. It is a condiment originally used in Indian and Chinese cuisines that later came to be enjoyed all over the world due to its pungent taste and aroma. Ginger also has antifungal and antibacterial potential due to the composition of its essential oil, produced by secondary metabolism, rich in pharmacologically active substances. It is considered that the study of the conditions of drying and storage of these medicinal plants is relevant to determine the treatments that allow the maintenance of the stability of the active principles, minimizing the losses and guaranteeing the quality of the product. The present work aims to verify the influence of temperature and storage period on the content and chemical composition of “pepper rosemary” and ginger essential oils. Another purpose of this study was to investigate the drying kinetics of

Brazilian peppertree leaves and to verify whether the theoretical diffusion and the semi-empirical Lewis drying models were capable of accurately predicting the drying curves of the product. The experimental tests were carried out at the Agricultural Engineering Laboratory (LEAG) of the Center for Agricultural Sciences and Technologies (CCTA) of the Universidade Estadual do Norte Fluminense – Darcy Ribeiro (UENF). Leaves of “pepper rosemary” collected from a local plantation, ginger rhizomes purchased in the local market, and leaves from volunteer plants were used as raw material. After the collection and acquisition of the raw material, the samples were taken to the laboratory for the experiment. Samples were selected by removing the damaged parts, as well as any part of another plant or foreign material. Drying of “pepper rosemary” leaves and ginger rhizomes was performed in a convective fixed-bed drier with tangential air flow, with three rectangular trays with perforated screen bases. Drying tests were carried out using a single drying air velocity level, 0.5 m s^{-1} , and three temperature levels (40, 50 and 60 °C) with three replicates. After this drying step, the essential oil was extracted by the hydrodistillation method for its quantification and qualification. For both “pepper rosemary” and ginger, the material was evaluated at four time intervals: without storage, i.e., immediately after drying (time zero) and after 1, 3 and 6 months. Chemical analysis was performed by gas chromatography coupled to the mass spectrometer (GC-MS). Drying caused a significant immediate increase in the essential oil content extracted from *L. sidoides* leaves. The storage also increased the essential oil content and the period of one month was the treatment that resulted in the highest yield in essential oil. The main substances found were myrcene, p-cymene, γ -terpinene, carvacrol and E-caryophyllene. For the major chemical compound, carvacrol, drying at 60 °C was the treatment that resulted in higher relative proportion (%). Drying also caused an immediate significant increase in the content of essential oil extracted from ginger rhizomes. The highest oil contents were obtained when drying at 50 °C. Ginger essential oil can be stored for up to six months as the decrease in oil content does not depend on the storage period. The main compounds found were: camphene, β -felandren, 1,8-cineole, neral, geraniol, geranyl acetate and α -zingiberene. The drying temperature had no effect on the relative proportion (%) of the major component geraniol. While, the storage period acted to decrease geraniol relative proportion (%). As for the relative proportion (%) variation over the months of storage, the only relevant conclusions

are: the geranial relative proportion (%) decreased between 3 and 6 months of storage when the rhizomes were dried at 50 and 60 °C; the camphene relative proportion (%) increased between 1 and 6 months for drying at 50 and 60 °C. There appears to be a tendency for a drastic reduction in the relative proportion (%) of 1,8-cineol, or even its complete degradation, for all drying treatments.

1. INTRODUÇÃO

O Brasil ocupa o primeiro lugar no ranking da biodiversidade, com variedade de biomas que reflete a vasta riqueza da fauna e da flora nacionais. Esta enorme variedade de vida se traduz em mais de 20% do número total de espécies do planeta (Brasil, 2019). Deve-se a essa rica biodiversidade o desenvolvimento de inúmeros fitoterápicos, tornando o Brasil privilegiado em termos de patrimônio genético de grande potencial para o desenvolvimento de novos medicamentos (Francisco, 2010). Constata-se que há amplo reconhecimento em todo o mundo a respeito dos benefícios proporcionados à saúde das populações por meio da utilização de fitoterápicos. Esse fato decorre não apenas do baixo custo comparado àquele dos medicamentos sintéticos, mas também da sua importância na prevenção, promoção e recuperação da saúde, sendo uma prática milenar na cultura popular de diversos povos. Ressalta-se que muitas comunidades têm nos fitoterápicos sua única alternativa no tratamento de várias doenças (Barreto, 2011).

Uma série de estudos arqueológicos demonstra que há mais de 3.000 anos as ervas vêm sendo utilizadas como alimento, medicamento e até como cosmético (Teske e Trentini, 1997). Sobretudo no passado, o uso das plantas medicinais era considerado prática associada a populações mais carentes. No entanto, atualmente, é possível encontrar estas espécies vegetais sendo largamente utilizadas como opção terapêutica por pessoas de todas as classes sociais nas mais diversas regiões do mundo (Francisco, 2010).

A espécie *Lippia sidoides* Cham. pertence à família Verbenaceae e é conhecida popularmente como alecrim-pimenta. Trata-se de uma planta aromática que é encontrada naturalmente na região de Caatinga do nordeste brasileiro (Cavalcanti et al., 2010). Essa espécie possui óleo essencial rico em timol e carvacrol, compostos que têm mostrado diversas atividades biológicas (Oliveira et al., 2008). Estudos apontam esses compostos como tendo atividades antissépticas, antifúngicas, antibacterianas, acaricidas, inseticidas e anti-inflamatórias, o que caracteriza essa planta como fonte potencial de compostos biologicamente ativos (Matos e Oliveira, 1998; Costa et al., 2011; Brito et al., 2015; Almeida et al., 2016; Santos et al., 2018). Portanto, o alecrim-pimenta é uma planta que tem despertado grande interesse comercial devido ao seu potencial fitoterápico e à diversidade de compostos químicos farmacologicamente ativos que ela é capaz de produzir.

O gengibre (*Zingiber officinale* Roscoe) pertence à família Zingiberaceae e é originário do sudoeste asiático (Salmom et al., 2012). Trata-se de condimento utilizado originalmente nas culinárias indiana e chinesa que, posteriormente, passou a ser apreciado mundialmente em larga escala devido ao seu sabor e aroma pungente. O gengibre também apresenta grande potencial antifúngico e antibacteriano devido à composição do seu óleo essencial, produzido pelo metabolismo secundário, rico em substâncias farmacologicamente ativas (Bellik et al., 2014). É uma planta herbácea perene, cujo rizoma é amplamente comercializado em função de seu emprego alimentar e industrial, especialmente como matéria-prima para fabricação de bebidas, perfumes e produtos de confeitaria como pães, bolos, biscoitos e geleias. Possui também propriedades medicinais, sendo utilizado no tratamento de problemas estomacais e é considerado carminativo. O rizoma é comercializado fresco, seco, picado, em conserva, cristalizado, em pó ou óleo essencial (Elpo e Negrelle, 2006).

Além das características que o torna um produto bastante apreciado na culinária de todo o mundo, o gengibre, por ser utilizado tanto na medicina natural tradicional quanto na contemporânea, encontra-se incluído nas farmacopeias do Reino Unido, União Europeia, China e Japão (Wohlmuth et al., 2005). Estudos indicam que os compostos encontrados no gengibre são eficazes no alívio dos sintomas de doenças inflamatórias crônicas, como a colite ulcerosa e a artrite reumatoide, dentre outras. Além disso, possui ação antitumoral, antioxidante, bactericida e antiviral (Nagendra chari et al., 2013).

É a presença de moléculas bioativas nessas espécies vegetais que confere fins terapêuticos no tratamento de inúmeras patologias, podendo ser útil no tratamento de afecções cutâneas, como, nas inflamações locais ou na cicatrização de feridas e de úlceras, tornando-as um atrativo bastante apreciável pela população que busca uma prática de vida saudável (Vaz, 2014). Isso ocorre devido ao menor número de contraindicações e de efeitos colaterais, quando comparados aos medicamentos de origem sintética. Por estas razões, bem como o alto custo dos medicamentos sintéticos e a falta de acesso aos quimioterápicos, atualmente o mercado das plantas medicinais vem ganhando espaço mundialmente, atraindo o interesse de indústrias farmacêuticas e de cosméticos (Coelho Junior, 2015). Como exemplo, citam-se a produção e extração de óleos essenciais, que são constituintes voláteis orgânicos responsáveis pela fragrância de muitas plantas. Os óleos essenciais constituem um dos mais importantes grupos de matérias-primas para várias indústrias, notadamente são amplamente utilizados no ramo de perfumaria, alimentos e farmacêutica (Steffens, 2010). Estes óleos essenciais são bastantes complexos, com muitos constituintes, contendo proporções variáveis de ésteres, éteres, álcoois, fenóis, aldeídos, cetonas e hidrocarbonetos de estrutura aromática ou terpênica (Povh et al., 2001; Simões e Spitzer, 2004). São normalmente usados *in natura*, pois suas propriedades sensoriais estão associadas aos vários componentes que os formam.

Em geral, as atividades biológicas dos óleos essenciais são bem documentadas, principalmente no que diz respeito às atividades microbiológicas. Vários estudos têm sido realizados avaliando suas atividades frente a diversos tipos de microrganismos, como aqueles responsáveis pela deterioração de alimentos, patógenos e fitopatógenos, revelando o potencial de determinados óleos essenciais no controle de tais microrganismos (Bakkali et al., 2008).

A composição dos óleos essenciais pode ser influenciada pelos métodos utilizados na sua extração. Quando extraídos sem o devido cuidado, pode-se gerar produtos alterados e, conseqüentemente, ter suas propriedades bioativas comprometidas. Além do método, as condições operacionais empregadas para extração de óleos essenciais também poderão alterar suas características físico-químicas e seus efeitos terapêuticos (Povh et al., 2001).

Sabe-se que dentre os processos pós-colheita, a secagem e o armazenamento, quando realizados de forma adequada, são fundamentais para a

obtenção de um produto de qualidade. A secagem, se não realizada adequadamente, pode comprometer o teor dos princípios ativos (Rosado et al., 2011). A armazenagem incorreta pode levar à perda de material, seja por motivo de ordem física ou biológica (Martinazzo, 2006).

Por falta de padronização para a comercialização de plantas medicinais secas, não há garantias de que o produtor ou o beneficiador tenha realizado o processo de secagem e armazenamento do material de maneira adequada. Apesar de características fáceis de identificar como a cor e o odor, outras não são detectadas facilmente, necessitando de processos de análise mais detalhados, que incluem a identificação e quantificação de seus principais constituintes químicos (Martinazzo, 2006).

A retenção dos princípios ativos no processamento térmico das plantas medicinais é um desafio no mercado das drogas vegetais (plantas frescas ou secas) e dos fitoterápicos. Logo, o estudo das condições adequadas de secagem de plantas medicinais e da estabilidade desses compostos durante o armazenamento são necessários para minimizar as perdas e garantir qualidade ao produto.

Diante disso, os objetivos da presente pesquisa foram: 1. Verificar a influência de três níveis de temperatura do ar de secagem (40, 50 e 60 °C) sobre o teor e a qualidade do óleo essencial em folhas de alecrim-pimenta (*Lippia sidoides* Cham.) e em rizomas de gengibre (*Zingiber officinale* Roscoe); 2. Avaliar a influência de quatro períodos de armazenamento (logo após a secagem, um, três e seis meses) do produto seco (folhas e rizomas), na qualidade do óleo essencial de alecrim-pimenta e gengibre, acondicionados em embalagens herméticas e armazenados em baixa temperatura

2. REVISÃO DE LITERATURA

2.1 Plantas medicinais e fitoterápicos

O mundo assiste hoje a uma reformulação de valores pessoais, valores naturais e ecológicos que retornam com grande força na determinação de novos preceitos, em todas as áreas do conhecimento científico e da vida prática. Nesse sentido os produtos originários de plantas medicinais ocupam um espaço cada vez maior no mercado (Corrêa, 2008 citado por Fernandes et al., 2015).

As plantas medicinais têm sido fonte de grande variedade de compostos biologicamente ativos por muitos séculos, sendo usadas como medicamentos desde a pré-história. De acordo com Martins et al. (2000), as plantas medicinais estiveram por muito tempo associadas a uma visão mística por parte da população, já que no Brasil os índios utilizavam algumas dessas plantas como entorpecentes em seus rituais. Isso, provavelmente, criou preconceito em relação à utilização de plantas medicinais originalmente utilizadas pela população nativa do país. Mas, com o passar do tempo, os estudos com as plantas medicinais só avançaram, e a busca por formulações de medicamentos para cura de doenças progrediu muito.

Revelou-se que compostos extraídos de plantas apresentam diversas atividades biológicas (Megraj et al., 2011). Desde 2007, o sistema público de saúde do Brasil oferece fitoterápicos à população. Atualmente, o Ministério da Saúde (MS) possui uma lista de 71 plantas medicinais que apresentam potencial para gerar

produtos de interesse ao Sistema Único de Saúde, SUS (BRASIL, 2019). Dentre as espécies listadas, constam plantas usadas pela sabedoria popular e algumas com efeitos já confirmados cientificamente. A criação dessa lista foi uma iniciativa importante, pois direciona a pesquisa clínica e o ensino para este conjunto de plantas (BRASIL, 2009).

Defini-se planta medicinal como uma espécie vegetal, cultivada ou não, contendo princípio ativo que lhe confere propriedades terapêuticas, sendo o princípio ativo uma substância, ou grupo de substâncias, responsável por determinadas reações no organismo. Quando colhida e submetida a processos como a secagem é conhecida como droga vegetal, podendo estar na forma íntegra, rasurada, triturada ou pulverizada. Já fitoterápico é considerado um medicamento obtido da planta medicinal, droga vegetal ou seus derivados, exceto substâncias isoladas, com finalidade profilática, curativa ou paliativa (ANVISA, 2018).

Grande parte da população reconhece os benefícios dessas plantas e dos fitoterápicos devido à presença de compostos biologicamente ativos que promovem a recuperação da saúde. Além disso, são comparativamente de baixo custo e com menor efeito colateral. Na transformação de um vegetal em medicamento, deve-se manter suas propriedades químicas e farmacológicas, garantindo seu potencial terapêutico e ação biológica, com total segurança no tratamento de enfermidades. Para que isso ocorra, é importante o conhecimento da planta em relação aos aspectos botânicos, agrônômicos, fitoquímicos e farmacológicos (Rocha, 2011). Além disso, é comprovado que alguns fatores podem interferir na qualidade, eficácia e segurança de um fitoterápico, tais como as formas de cultivo do vegetal, os fatores climáticos, o armazenamento, a secagem e o transporte, dentre outros (Castro e Ferreira, 2000).

2.2 Alecrim-Pimenta (*Lippia sidoides* Cham.)

2.2.1 Classificação botânica e origem

Lippia sidoides (Cham.) é uma espécie de planta nativa do nordeste brasileiro que pertence à família Verbenaceae. É popularmente conhecida no Brasil como “alecrim-pimenta”, “alecrim do nordeste”, e “alecrim bravo”. Adapta-se

facilmente a climas tropicais e subtropicais. A planta apresenta características arbustivas, caducifolia, ereta, bastante ramificada e quebradiça, de 2 a 3 m de altura. Os frutos são do tipo aquênio, muito pequenos e as sementes raramente germinam, próprio da vegetação do semiárido nordestino (Lorenzi e Matos, 2002; Oliveira et al., 2008). Possui folhas com forte odor de cânfora e sabor picante, presente durante quase todo o ano (Matos, 2002). Tem mostrado diversas atividades biológicas, o que a tem tornado uma fonte potencial de compostos biologicamente ativos. Estudos têm relatado diversas propriedades biológicas do seu óleo essencial, como a atividade inseticida frente ao besouro-da-farinha *Tenebrio molitor* (Lima et al., 2011). Melo et al. (2011) afirmam que seu óleo essencial é rico em timol e carvacrol, o que confere a essa planta as propriedades bactericidas e fungicidas conhecidas. Já o seu hidrolato, ou seja, o resíduo da extração do óleo, possui atividades moluscicida e larvicida (Lorenzi e Matos, 2002; Carvalho Júnior et al., 2011).

O alecrim-pimenta faz parte do RENISUS, Relação Nacional de Plantas Medicinais de Interesse ao SUS (BRASIL, 2019). Desta forma, considera-se que há fundamentação científica para afirmar que a planta atende aos requisitos concernentes à legislação sanitária corrente, sendo as principais exigências incidentes a garantia da qualidade, eficácia e ausência de toxicidade. Após sua introdução nos programas governamentais de fitoterapia com atenção primária à saúde, a espécie passou a ser cultivada em vários estados do Sul e Sudeste do Brasil (Nunes, 1999; Lorenzi e Matos, 2002; Leal et al., 2003).

2.2.2 Utilização

O gênero *Lippia* é conhecido por apresentar propriedades antibacterianas, antivirais, antioxidantes, acaricidas e anti-inflamatórias (Stashenko et al., 2004; Rocha-Gusmán et al., 2007; Coutinho et al., 2011; Pilau et al., 2011; Veras et al., 2012; Veras et al., 2013). Sendo assim, o alecrim-pimenta é amplamente empregado na medicina popular como antisséptico de uso local, tanto em pele como em mucosa. O uso popular dessa planta vem sendo respaldado cientificamente por meio de vários estudos que têm demonstrado sua potencialidade como agente antimicrobiano natural, como alternativa aos fármacos

sintéticos (Matos e Oliveira, 1998; Matos, 2002; Girão et al., 2003; Monteiro et al., 2007).

De acordo com Lorenzi e Matos (2002), as folhas do alecrim-pimenta apresentam até 4% de óleo essencial. Dentre os componentes majoritários, o timol ou este mais o carvacrol, dois terpenos fenólicos, representam 60% da composição fitoquímica. Dentre seus componentes químicos fixos estão flavonoides e quinonas. Seu efeito terapêutico é atribuído principalmente à presença do timol, substância com alto poder antimicrobiano, sendo o componente majoritário do óleo essencial e responsável pelo odor característico desta planta. Porém, além do timol, são encontradas outras substâncias que possuem influência benéfica sobre a atividade da planta, constituindo o chamado fitocomplexo (Matos e Oliveira, 1998; Costa et al., 2002). O teor desse fitocomplexo tem variado entre 34,2% a 95,1% em várias determinações. Lobo et al. (2011) avaliaram os teores de timol nas tinturas das folhas de alecrim-pimenta preparadas em diferentes momentos de seu desenvolvimento. Observou-se que o melhor momento para a coleta da planta ocorreu após sua floração, quando obtiveram o maior teor de timol.

Como ressaltado anteriormente, o timol e o carvacrol são os principais constituintes do óleo essencial do alecrim-pimenta. Esses componentes são monoterpênicos e isômeros, apresentando grande perspectiva de substituir alguns antibióticos. O carvacrol, líquido amarelo-claro de odor forte, tem grande potencial farmacológico atuando em leveduras, fungos, bactérias Gram+ e Gram-. O timol é um líquido cristalino, também de odor forte, possui estrutura química similar ao Carvacrol (Figura 1), com o diferencial da localização do grupo hidroxila no anel fenólico (Barroso, 2010).

Esses dois constituintes atuam contra os microrganismos por meio de ação na membrana celular, dispersando as cadeias de polipeptídeos que farão parte da sua constituição. A atividade antimicrobiana do timol e do carvacrol é relatada desde a década de 90. Estudos com esses constituintes demonstraram que esse óleo essencial diminui o crescimento bacteriano, sobrando pouca energia para a produção de toxinas (Nostro et al., 2004; Barroso, 2010).

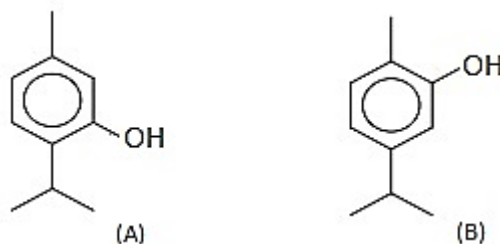


Figura 1. Estrutura química dos compostos isolados do óleo essencial de alecrim-pimenta. (A) Timol e (B) Carvacrol. Fonte: Botelho et al., 2007.

2.3 Gengibre (*Zingiber officinale* Roscoe)

2.3.1 Classificação botânica e origem

O gengibre foi primeiramente descrito, em 1807, pelo botânico inglês William Roscoe (1753-1813). Esta planta pertence à família Zingiberaceae e engloba mais de 1.200 espécies de plantas incluídas em 53 gêneros. O gênero *Zingiber* inclui aproximadamente 85 espécies e o nome deste gênero deriva de uma palavra em sânscrito que significa “em forma de chifre”, em referência às protuberâncias na superfície do rizoma (Elpo, 2004; Dalgê, 2014). O gengibre é uma planta originária do sudoeste da Ásia e do Arquipélago Malaio, onde a sua cultura tem grande importância, não somente para o consumo da população local, como também para a exportação destinada a países ocidentais que o consomem em grandes quantidades (Govindarajan, 1982; Corrêa Junior et al., 1994).

O gengibre é uma planta herbácea, perene, de rizoma articulado, septante, carnoso, revestido de epiderme rugosa. A parte aérea é formada por caules articulados eretos, de 30 a 150 cm de altura, com folhas grandes, lanceoladas e com ramificações, distintamente dispostas no mesmo plano, com larga bainha na base que envolve o caule (Figura 2A). As inflorescências são sustentadas por caules eretos, com cerca de 20 cm de altura, são verde amareladas, hermafroditas, dispostas em espigas ovoides, no ápice dos pedúnculos, com brácteas florais esverdeadas, as margens amarelas, ponteadas de roxo (Figura 2B). O fruto é uma cápsula triocular que se fende em três válvulas; as sementes são azuladas e

contêm um albúmen carnosos (Dahlgren et al., 1985; Corrêa Júnior et al., 1994). A morfologia do rizoma do gengibre constitui-se de corpo alongado, um pouco achatado, com ramos fragmentados irregularmente, de 3 a 16 cm de comprimento, 3 a 4 cm de largura e 2 cm de espessura. Externamente, sua coloração varia do amarelo ouro ao marrom brilhante, com estrias longitudinais. Possui terminações que surgem obliquamente dos rizomas, conhecidas como “dedos”, que são achatadas e obovadas, de 1 a 3 cm de comprimento, apresentando também estrias na longitudinal, Figura 2C. Internamente, apresenta cor marrom-amarelada com numerosos feixes fibrovasculares e abundantes células oleaginosas contendo óleo-resina e 1% a 4% de óleo essencial (Zancan et al., 2002; Elpo, 2004).

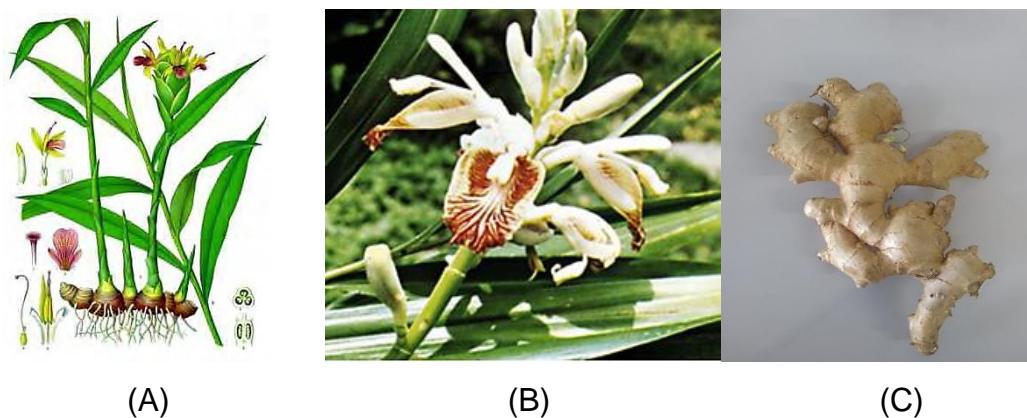


Figura 2. Planta de gengibre (A), inflorescência (B) e rizoma (C) do gengibre. Fontes: Prato (2010) e Rehman (2011).

2.3.2 Utilização

O gengibre é uma planta aromática e condimentar conhecida em todo o mundo devido ao seu aroma levemente cítrico e sabor picante. É utilizada como condimento e como erva medicinal desde a antiguidade pelos povos asiáticos e foi distribuída pelos continentes na era das grandes navegações e comércio de especiarias. Por ter sido um dos primeiros condimentos orientais conhecidos na Europa, sua demanda ainda é relativamente grande devido a suas várias utilidades na culinária, apreciado pelo seu aroma característico, sabor e pungência (Boletim, 2004). Além disso, o gengibre tem uma longa história de uso culinário e medicinal,

com muitos benefícios terapêuticos. É utilizado tanto na medicina tradicional quanto na contemporânea. Na indústria alimentícia, o gengibre é utilizado como condimento, tanto na forma *in natura*, quanto em conserva, cristalizado, desidratado e em pó. Também é utilizado para fazer e aromatizar chás, sendo considerado alimento de baixa caloria. O rizoma contém, principalmente, vitaminas B9 e B6, ácido fólico e piridoxina, respectivamente, minerais como potássio, magnésio e cloro, além de diversos compostos bioativos. Na sua composição química também se destacam o óleo essencial, resina, amido, substâncias terpenoides e uma substância denominada metoxicinamato de etila, com forte poder fungicida (Lorenzi e Matos, 2002).

O gengibre brasileiro é comercializado no estado fresco e se destina principalmente à exportação. Além dos rizomas de gengibre, seus derivados, óleo essencial e óleo-resina, também se encontram na pauta de nossas exportações. No entanto, o maior volume do comércio internacional de gengibre constitui-se do produto processado e seco (Magalhães et al., 1997a). O óleo essencial contém os compostos voláteis responsáveis pelo aroma, enquanto o óleo-resina contém, além dos constituintes aromáticos voláteis, os componentes não voláteis responsáveis pela pungência característica do gengibre (Govindarajan, 1982). O principal emprego dos produtos do rizoma do gengibre, (em pó, óleo essencial e óleo-resina) é sua utilização na indústria de alimentos, como ingrediente de diversas formulações para molhos, sopas, embutidos e em produtos de padaria e confeitaria (pães, bolos, biscoitos e geleias). Cerca de 5% do gengibre seco é utilizado na indústria de perfumaria e farmacêutica, sendo, entretanto, o óleo essencial e o óleo-resina preferidos neste segmento.

Dentre os principais constituintes químicos majoritários encontrados no óleo essencial dos rizomas do gengibre estão o geranial e neral (Figuras A e B respectivamente). O geranial e neral podem ser convertidos em geraniol e nerol, possuem odor de rosa e laranja, usados na fabricação de perfumes finos, tendo estes, alto preço no mercado (Craveiro, 1981 citado por Martins, 2000).

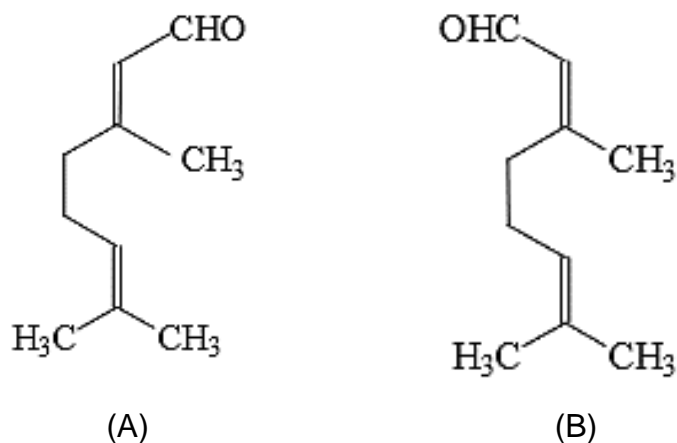


Figura 3. Estrutura química do geranial (A) e neral (B). Fonte: Adaptado de (Martins, 2000).

A indústria de bebidas alcoólicas e não alcoólicas também consome preferencialmente o óleo essencial e o óleo-resina. A indústria de alimentos cada vez mais busca produtos que aumentem a vida de prateleira dos produtos processados, como os antioxidantes, ou que tragam algum benefício para a saúde. Os compostos fenólicos e cetonas estão presentes na estrutura química do gengibre e estes são os principais motivos do gengibre apresentar características benéficas à saúde. Isso ocorre devido às suas características farmacologicamente ativas (Zick et al., 2009). São estes os gingeróis, de vários comprimentos de cadeia (n6 a n10), presentes em maior quantidade no gengibre fresco (Bode e Dong, 2011) e os shagois, a forma desidratada dos gingeróis, que são ainda mais pungentes e estão presentes no gengibre processado termicamente (Zhang et al., 1994; He et al., 1998).

O gengibre é tradicionalmente utilizado na medicina oriental e popular para aliviar sintomas de inflamação, doenças reumáticas e desconfortos gastrintestinais, assim também como por possuir propriedades carminativas, digestivas, sudoríficas, antigripais e estimulantes. O gingerol, por sua vez tem mostrado variada atividade biológica, incluindo efeito como agentes antineoplásicos (Wang et al., 2003; Surh, 2003) antiespasmódicos e antieméticos (Afzal et al., 2001) inibidores de enzimas (Tjendraputra et al., 2001), anti-hemorrágicos (Thomson et al., 2002), antifúngicos (Ficker et al., 2003; Sacchetti et al., 2005), inibidores da síntese de óxido nítrico

(Ippoushi et al., 2003), protetores de células neurais (Kim e Kim, 2004), antirreumáticos (Al-Nahain et al., 2014) e microbicidas (Islam et al., 2014).

Diversos estudos indicam que os compostos encontrados no gengibre também são eficazes no alívio dos sintomas de doenças inflamatórias crônicas, como a colite ulcerosa e a artrite reumatoide, etc. Sua ação antitumoral foi verificada no tratamento de células cancerígenas *in vitro* de mama e pulmão (Zancan et al., 2002; Nagendra chari et al., 2013). O gengibre é utilizado para tratar dispepsia e cólicas intestinais, excelente quando adicionados a infusões a quente, muito útil contra gastrite alcoólica; é usado, ainda, para diarreia quando não existe infecção (Wei et al., 2005; Padma et al.; 2007).

2.3.3 Viabilidade econômica

O gengibre é geralmente cultivado em regiões tropicais e subtropicais do mundo, tais como Índia, China, Taiwan, Filipinas, Serra Leoa, Indonésia, Jamaica, México, Brasil, Nigéria, dentre outros (Valenzuela, 2010 *apud* Blanco, 2015). A Índia e a China lideram a produção de gengibre fresco, com 50% da produção global (FAO, 2014 *apud* Blanco, 2015). A cultura do gengibre tornou-se comercial no Brasil após a introdução da variedade de rizomas gigantes por agricultores japoneses (Magalhães et al., 1997b). Com isso, o país tornou-se um dos principais fornecedores mundiais do gengibre, envolvendo relativamente um conjunto de pequenos agricultores, porém a sua produção é consideravelmente pequena comparada às outras nações produtoras (Negrelle et al., 2005). De acordo com o Instituto Capixaba de Pesquisa, Assistência Técnica e Extensão Rural (INCAPER, 2017), o Espírito Santo se destaca entre os maiores produtores de rizoma de gengibre no país, tendo uma produção de 18.680 t em uma área cultivada de 359 ha.

2.4 Secagem

A secagem de produtos agrícolas é uma operação unitária de transferência de calor e massa entre o produto e o ar, de modo que estes entrem em equilíbrio térmico e higroscópico ao final do processo. A secagem é tradicionalmente utilizada

para conservação de alimentos, sendo largamente utilizada no mundo (Brooker et al., 1992). O processo de secagem consiste na redução do conteúdo de água de um sistema sólido ou semissólido, promove a conservação do material biológico e mantém sua qualidade por longos períodos, além de reduzir o volume e a massa a ser transportada. A redução da umidade faz diminuir a água disponível, alterando o metabolismo, retardando todas as reações bioquímicas que depreciam a qualidade dos produtos (Peres e Peske, 2016).

As indústrias que manipulam produtos que apresentam propriedades medicinais têm especial interesse pelos extratos vegetais secos, uma vez que as formas farmacêuticas sólidas apresentam precisão de dosagem, facilidade de manuseio, transporte e armazenagem. Além disso, favorecerem a manutenção da estabilidade química, microbiológica e farmacológica (Dias et al., 2012), já que a conservação pela secagem baseia-se no fato de que tanto os microrganismos como as enzimas e todo o mecanismo metabólico necessitam de água para suas atividades (Oliveira et al., 2015). Diante disso, o princípio da secagem é reduzir a quantidade de água do material, diminuindo assim a atividade de água, a atividade biológica, as mudanças químicas e físicas durante os procedimentos de pós-colheita. Assegura-se, desta forma, a qualidade de produtos *in natura* e a estabilidade durante a vida de prateleira dos mesmos, podendo armazená-lo por maior período (Oliveira et al., 2015)

A secagem artificial é caracterizada pela utilização de processos manuais ou mecânicos, tanto no manejo quanto na passagem do ar através do produto. No caso do terreiro e do paiol, a secagem ocorre pela ventilação natural (ação dos ventos), mas na maioria dos casos o ar é forçado por meio de ventiladores. Em alguns secadores, o ar de secagem é movimentado por meio de correntes convectivas (Silva et al., 2000).

Na secagem artificial com ventilação forçada utilizam-se diversos tipos de secadores por convecção, que podem operar tanto em altas quanto em baixas temperaturas, sendo uma operação essencial para obter um produto de alta qualidade (Silva et al., 2000). Na secagem por convecção, a condição de contorno está associada à taxa de transferência de vapor d'água através da superfície do produto. Desta forma, se uma massa de ar seco passa pela superfície de um sólido que contém água, a perda de água ocorre devido à evaporação na superfície (Crank, 1975).

A secagem por convecção de material vegetal que contém óleo essencial é um procedimento que envolve risco, pois os constituintes voláteis aromáticos presentes nas plantas medicinais, por exemplo, são os componentes mais sensíveis às fontes de calor associadas ao processo de secagem, pois a fonte de calor utilizada, e o conseqüente aumento na temperatura do ar de secagem, podem interferir nos perfis da taxa de evaporação. O efeito da secagem sobre a composição de substâncias voláteis tem sido pesquisado, no sentido de demonstrar que as variações nos percentuais de seus constituintes, durante a secagem, dependem de vários fatores como o método empregado, temperatura do ar, características fisiológicas, além de conteúdo e tipo de componentes químicos presentes nas plantas submetidas à secagem. Assim, a secagem realizada de forma inadequada pode resultar na perda de componentes voláteis e reduzir tanto o valor terapêutico de determinada planta como a quantidade e qualidade de seu óleo essencial (Venskutonis, 1997; Oliveira, 2011; Oliveira et al., 2011).

As plantas medicinais produzem óleo essencial através do seu metabolismo secundário, que contém substâncias químicas responsáveis pelo seu efeito fitoterápico, sendo importante como fonte alternativa no tratamento e cura de algumas enfermidades. Além disso, os óleos essenciais constituem um importante grupo de matéria-prima nas indústrias de fármacos, alimentícias, cosméticas, aromatizantes e de produtos de higiene, dentre outras aplicações comerciais (Morais, 2009). Portanto, as condições operacionais no processo de secagem e armazenamento destas plantas e posterior extração do óleo demandam procedimentos que mantenham a qualidade do produto, ou seja, preservando seu princípio ativo. Apesar da importância econômica, vários aspectos relacionados a produção, processamento e armazenamento de espécies aromáticas carecem de tecnologia adequada (Miguel, 2012; Rocha et al., 2012).

2.5 Armazenamento de Plantas Mediciniais

Diante da importância da conservação de plantas medicinais após a colheita e a secagem, os estudos visam também determinar qual o procedimento de armazenamento (tipo de embalagem, temperatura e tempo de estocagem) de forma a estabelecer condições que permitam a conservação de seus princípios ativos e manutenção do teor de óleo essencial por longos períodos de tempo. As empresas

brasileiras precisam se empenhar para atender ao padrão de qualidade exigido por Normativas do Ministério da Saúde. Sendo assim, são vários os problemas que essas empresas na área de produtos naturais enfrentam para colocar no mercado produtos de qualidade, podendo-se citar as dificuldades de suprimento das matérias-primas, incluindo sua padronização, e o armazenamento adequado (Argyropoulos et al., 2014, Santos et al., 2015).

O monitoramento da estabilidade das substâncias responsáveis pelo efeito terapêutico é um dos métodos mais eficazes para avaliação e prevenção de problemas relacionados à qualidade do produto durante a sua validade. As condições que conduzem à decomposição das plantas colhidas são governadas pela composição do material e por vários fatores ambientais como temperatura, umidade e luz. A estabilidade depende, também, das propriedades físicas e químicas das substâncias ativas, da sua composição, do processo de fabricação e das propriedades dos materiais de embalagem (Fennell et al., 2004; ANVISA, 2005).

O período de armazenamento indicado para plantas aromáticas e medicinais é de um ano, porém pode-se prolongar por até dois anos, desde que o fabricante atenda aos padrões de embalagem, secagem e qualidade do produto, que esteja livre de contaminantes microbiológicos e registrado na Farmacopeia, de acordo com a Resolução da Agência Nacional de Vigilância Sanitária, RDC nº 10 de 09/03/2010 (ANVISA, 2010).

De acordo com Corrêa Junior et al. (2006), as plantas aromáticas e medicinais devem ser armazenadas o menor tempo possível, pois em geral ocorrem a diminuição e a alteração dos princípios ativos. É imprescindível, para manter a qualidade e estabilidade dos princípios ativos das plantas medicinais, que o ambiente de armazenamento seja planejado de forma a evitar a proliferação de microrganismos que possam causar fermentações indesejáveis e contaminação por toxinas que depreciem a qualidade do produto e comprometam sua comercialização.

Vários estudos indicam que o armazenamento ocasiona diminuição no teor e alteração da composição dos óleos essenciais em diversas espécies. Sakamura (1987) observou redução de 60% nos conteúdos de geranial e neral em *Zingiber officinale* depois de três meses de armazenamento dos rizomas. Costa et al. (2009) constataram que após um ano de armazenamento em embalagens de

polipropileno, houve decréscimo em 87,5% no teor de óleo essencial em *Ocimum selloi* Benth. Esta espécie é conhecida popularmente como elixir-paregórico nos estados da Bahia, Espírito Santo e Rio de Janeiro, como alfavaquinha ou anis em Minas Gerais e como atroveran, em São Paulo (Costa et al., 2007).

2.6 Metabolismo secundário

Ao longo da sua história evolutiva, os vegetais foram selecionados por algumas estratégias de defesa, já que as plantas, devido à sua forma sésil, diferem da maioria dos animais, pela ausência de movimento, não podendo desta forma se deslocar quando estão submetidas a situações de estresse. Alguns autores relatam que, uma das formas dessas plantas lidarem com situações de estresse é produzindo substâncias que possibilitem, de alguma maneira, suplantar os desafios. No entanto, essas substâncias nem sempre são, necessariamente, essenciais a esses organismos. Todavia, possuem função biológica relevante para sua sobrevivência e adaptação ao meio em que vivem e perpetuação da espécie no ecossistema. Dentre essas substâncias estão os metabólitos secundários. Diferentemente dos metabólitos primários, que estão intrinsecamente ligados ao seu crescimento e desenvolvimento e são essenciais para que estes completem seu ciclo de vida, como os açúcares, aminoácidos, ácidos graxos, proteínas e lipídios (Fonseca, 2001; Raggi, 2013).

Há quase duzentos anos a química e a biologia moderna vêm descrevendo o papel do metabolismo primário em funções básicas vitais, como por exemplo, na divisão, crescimento celular, respiração, estocagem e reprodução. Por outro lado, o conceito de metabolismo secundário em biologia foi descrito por Albrecht Kossel em 1891, que foi o primeiro autor a definir os metabólitos secundários como opostos aos metabólitos primários (Fumagali et al., 2008). Nos vegetais, os metabólitos primários são encontrados em todas as espécies, enquanto os metabólitos secundários são encontrados somente em determinado grupo de plantas, apresentando concentrações pequenas, baixa massa molecular, estruturas complexas conhecidas como micromoléculas e atividade biológica marcante (Souza et al., 2010 *apud* Miranda, 2012).

Os metabólitos secundários têm sido resumidamente definidos como compostos pouco abundantes, com uma frequência inferior a 1% do carbono total,

ou pelo fato de sua estocagem ocorrer em órgãos ou células específicas. O desenvolvimento nas técnicas analíticas no século 20 como, por exemplo, os diversos tipos de cromatografia, permitiram isolar mais destas moléculas, constituindo-se como a base para o estabelecimento da disciplina de fitoquímica (Harborne, 1993).

No metabolismo secundário são conhecidos, principalmente, três grupos distintos: terpenos, compostos fenólicos e compostos nitrogenados. Os terpenos são sintetizados a partir do acetil-CoA, via rota do ácido mevalônico (no citoplasma) ou via rota do metileritritol fosfato (MEP), no cloroplasto. Os compostos fenólicos são sintetizados a partir de duas rotas principais do ácido chiquímico e do ácido malônico e os compostos nitrogenados são sintetizados a partir dos aminoácidos (Taiz e Zeiger, 2004).

O metabolismo secundário pode ser influenciado por fatores extrínsecos e intrínsecos. Os fatores extrínsecos estão relacionados às condições ambientais e de colheita, como localização geográfica e tipo de solo, meses e horário de colheita, precipitação e quantidade de água disponibilizada à planta, interações bióticas, irradiação luminosa, temperatura, tratamento pós-colheita e técnica de extração utilizada (Figueiredo et al., 2008; Morais, 2009); enquanto os fatores intrínsecos dependem da genética e fisiologia da planta, como a variabilidade genética (quimiotipos), fase ontogênica (origem e desenvolvimento), órgão da planta e idade da planta (Simões e Spitzer, 2004; Salgueiro et al., 2010; Verma et al., 2014). Observa-se que, grande parte das espécies popularmente utilizadas, encontra-se próxima ao estado silvestre, mantendo forte interação com o ambiente. Desta forma, sendo os óleos essenciais produtos do metabolismo secundário, exercem funções relacionadas à sua volatilidade e sofrem influência de tais fatores mencionados anteriormente, podendo influenciar na viabilidade desses óleos (Fonseca, 2001; Gobbo e Lopes, 2007).

2.7 Óleo Essencial

De acordo com a Resolução nº 104, de 14/05/1999, da Agência Nacional de Vigilância Sanitária, *“óleos essenciais são produtos voláteis de origem vegetal obtidos por processo físico (destilação por arraste com vapor de água, destilação a pressão reduzida ou outro método adequado). Os óleos essenciais podem se*

apresentar isoladamente ou misturados entre si, retificados, desterpenados ou concentrados. Entende-se por retificados, os produtos que tenham sido submetidos a um processo de destilação fracionada para concentrar determinados componentes; por concentrados, os que tenham sido parcialmente desterpenados; por desterpenados, aqueles dos quais tenha sido retirada a quase totalidade dos terpenos” (ANVISA, 2009).

A estrutura química dos óleos essenciais é composta por elementos básicos como o carbono, oxigênio e hidrogênio, sendo sua classificação química difícil, tendo em vista serem formados por uma mistura complexa de diversas moléculas orgânicas, como hidrocarbonetos (monoterpenos, sesquiterpenos e fenilpropanoides) e compostos oxigenados como álcoois, ésteres, aldeídos, cetonas e fenóis, dentre outras substâncias de baixa massa molecular (Simões e Spitzer, 2004; Araújo, 2004).

Em síntese, óleos essenciais, chamados também de óleos voláteis, devido ao baixo ponto de ebulição de seus constituintes, ou de óleos etéreos, pela sua dissolução em solventes orgânicos apolares, são misturas de substâncias voláteis, lipofílicas, líquidas, incolores ou ligeiramente amareladas, normalmente odoríferas e com densidade menor que a da água (Simões e Spitzer, 2004; Malinowski, 2010).

Outra característica marcante dos óleos essenciais é sua fragrância e suas atividades antimicrobianas e antioxidantes. Sendo assim, são largamente utilizados em indústrias de perfume, de aditivos naturais para aromatizar alimentos, indústrias de cosméticos e indústrias farmacêuticas, por conter estruturas fenólicas que os tornam ativos contra microrganismos. Atualmente são conhecidos cerca de 3.000 óleos essenciais, dos quais 300 são importantes do ponto de vista comercial (Bakkali et al., 2008; Navarrete et al., 2011; Djilani e Dicko, 2012). São produzidos de 40.000 a 60.000 t por ano, com valor de mercado estimado em 700 milhões de dólares. Os dados mostram também que a produção e o consumo de óleos essenciais estão aumentando em todo o mundo (Raut e Karuppayil, 2014).

Em geral, os óleos essenciais são muito instáveis, principalmente na presença de luz, ar, calor, umidade e metais. A maioria dos óleos voláteis possui índice de refração e são opticamente ativos, propriedades essas usadas na sua identificação e controle de qualidade (Simões e Spitzer, 2004). O aroma é intenso e geralmente agradável, tornando-se verdadeiras essências ou óleos essenciais, e

como são solúveis em solventes orgânicos apolares, podem ser nomeados óleos etéreos (Robbers et al., 1996).

Os óleos essenciais, dependendo da família da planta na qual estão presentes, podem ocorrer em estruturas secretoras especializadas, tais como pelos glandulares (Lamiaceae), células parenquimáticas diferenciadas (Lauraceae, Piperaceae e Poaceae), canais oleíferos (Apiaceae) ou em bolsas lisígenas ou esquizolisígenas (Pinaceae e Rutaceae). Podem ser estocados em certos órgãos, tais como nas folhas, flores, cascas, troncos, raízes, rizomas, frutos ou sementes (Simões e Spitzer, 2004; Souza et al., 2010). No entanto, podem variar em sua composição de acordo com a localização em uma mesma espécie (Janssen et al., 1987; Queiroga et al., 1990; Coutinho et al., 2006). Podem estar localizados em um só órgão vegetal ou em toda planta, onde atuam atraindo insetos polinizadores, regulando a transpiração e intervindo com hormônios na polinização (Martins et al., 2000).

2.7.1 Função biológica dos óleos essenciais

Muitas substâncias presentes nos óleos essenciais têm atividade antimicrobiana, o que é reconhecido desde a antiguidade, existindo uma série de estudos referentes ao potencial antimicrobiano dos princípios ativos presentes nos óleos essenciais de órgãos vegetais (Badawy e Abdelgaleil, 2014). Esses óleos têm mostrado ação efetiva em estudos farmacológicos, principalmente como agentes antibacterianos, antifúngicos, antiparasitários e antioxidantes (Sarto e Zanusso Junior, 2014) e anti-inflamatórios (Ramos et al., 2006). Desse modo, conforme descrito na literatura, pode-se registrar que os óleos essenciais possuem grandes perspectivas na produção de fármacos eficazes para o tratamento de doenças infecciosas (Mariath, 2006).

Santurio et al. (2011) estudaram a atividade antimicrobiana de óleos essenciais de alguns condimentos e observaram que os óleos essenciais de orégano, orégano mexicano, tomilho e canela apresentaram atividade bactericida frente a *E. coli* isolados de aves e bovinos. Batista et al. (2013) verificaram a atividade antimicrobiana de alecrim-pimenta sobre *Candida* spp e observaram elevado potencial antifúngico dessa planta, confirmados pela CIM (Concentração Inibitória Mínima), que mostrou-se eficaz até a diluição de 8%, para *Candida*

guilhermondii, e de 4% para *Candida albicans*, levando em consideração o padrão de 10 mm de diâmetro para o halo. Lima (2003) verificou o potencial anti-inflamatório do gengibre, através de modelos de pleurisia induzida por BCG em camundongos, demonstrando redução significativa da migração de células inflamatórias. Além disso, no tratamento de câncer gástrico verificou-se, em modelo *in vitro*, que o gengibre inibiu o crescimento do *Helicobacter pylori*, reduzindo conseqüentemente a patogênese da doença (Mahady et al., 2003).

2.8 Processos biossintéticos e composição dos óleos essenciais

Como visto, a constituição química dos óleos essenciais é bastante complexa e muito variada, incluindo hidrocarbonetos terpênicos, álcoois, aldeídos, cetonas, fenóis, ésteres, éteres, óxidos, peróxidos, furanos, ácidos orgânicos, lactonas, cumarinas, compostos com enxofre e até compostos com nitrogênio. No entanto, quimicamente os óleos essenciais são constituídos por duas classes químicas de origem biossintética distinta: os fenilpropanoides e os terpenoides, sendo os últimos derivados da condensação de um número variável de cinco carbonos denominados unidades isoprênicas. Nos óleos essenciais encontram-se principalmente as unidades resultantes da condensação de duas e três unidades isoprênicas (Figura 4), denominadas monoterpenos, formados de dez átomos de carbono, os sesquiterpenos e os terpenoides que apresentam 15 átomos de carbono em sua estrutura, respectivamente (Taiz e Zeiger, 2004; Simões et al., 2007; Bakkali et al., 2008; Kutchan et al., 2015).

A duas rotas principais na biossíntese de terpenos ocorrem em células diferentes no vegetal. Na rota do ácido mevalônico (Figura 5), que ocorre no citoplasma, três moléculas de acetil-CoA reagem para formar o ácido mevalônico e este, após sofrer reação de pirofosforilação, descarboxilação e desidratação, resulta no isopentenil-difosfato (IPP) (Taiz e Zeiger, 2004; Kutchan et al., 2015). Este composto ativado de fósforo se converte em seu isômero dimetilalil-difosfato (DMAPP), que é biossintetizado pela rota do metil-eritritol-4-fosfato (MEP) e ocorre no cloroplasto. Após a protonação do seu oxigênio e, conseqüentemente, a formação do carbocátion alílico, ocorre a dimerização com a formação de geranyl difosfato (GPP). Na rota da MPE ocorre a reação de condensação entre uma

molécula de gliceraldeído-3-fosfato e piruvato (Figura 4) que origina o DMAPP que se converte em seu isômero IPP (Dewick, 2009; Kutchan et al., 2015).

O IPP e seu isômero DMAPP são os precursores na biossíntese dos terpenos. Eles combinam-se, também, por meio de condensação para formar moléculas maiores. Na formação dos monoterpenos o IPP e o DMAPP se juntam para formar o geranyl difosfato (GPP), formados por dez átomos de carbono. O GPP, por sua vez, pode reagir com outra molécula de IPP e formar o farnesil difosfato (FPP), composto formado por 15 átomos de carbono e precursor dos sesquiterpenos, e assim sucessivamente até formar os politerpenos, como observado na Figura 5 (Taiz e Zeiger, 2004; García e Carril, 2009; Dewick, 2009; Carey e Giuliano, 2014; Kutchan et al., 2015). Os monoterpenos são os principais constituintes dos óleos essenciais e são importantes na indústria de perfumes e fragrâncias, e são reconhecidos por suas propriedades medicinais e flavorizantes.

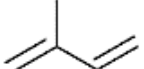
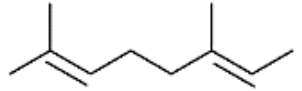
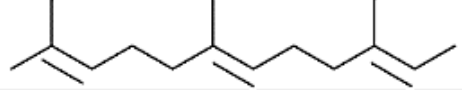
Nº unid.	Nº átomos de carbono	Classe
1		Isopreno
2		Monoterpenóide
3		Sesquiterpenóides

Figura 4. Condensação de unidades de isopreno na formação de terpenóides. Fonte: Freire (2008).

Os fenilpropanoides, compostos aromáticos que possuem uma cadeia de três átomos de carbono ligada ao anel aromático, formam-se a partir do ácido chiquímico, precursor de vários aminoácidos aromáticos, entre eles a L-fenilalanina. Esse ácido, pela ação da enzima fenilalanina amonialiase (PAL), perde uma molécula de amônia, originando os ácidos cinâmicos ativados. Esses compostos sofrem substituições em uma série de etapas de hidroxilação e

metilação, resultando em vários ácidos p-cumáricos, os quais, por meio de redução enzimática, originam propenilbenzenos e alibenzenos que, por meio de reações de oxidação com degradação das cadeias laterais, geram diversos compostos presentes na constituição de muitos óleos essenciais (Figura 7) (Barreto et al., 2005; Simões et al., 2007).

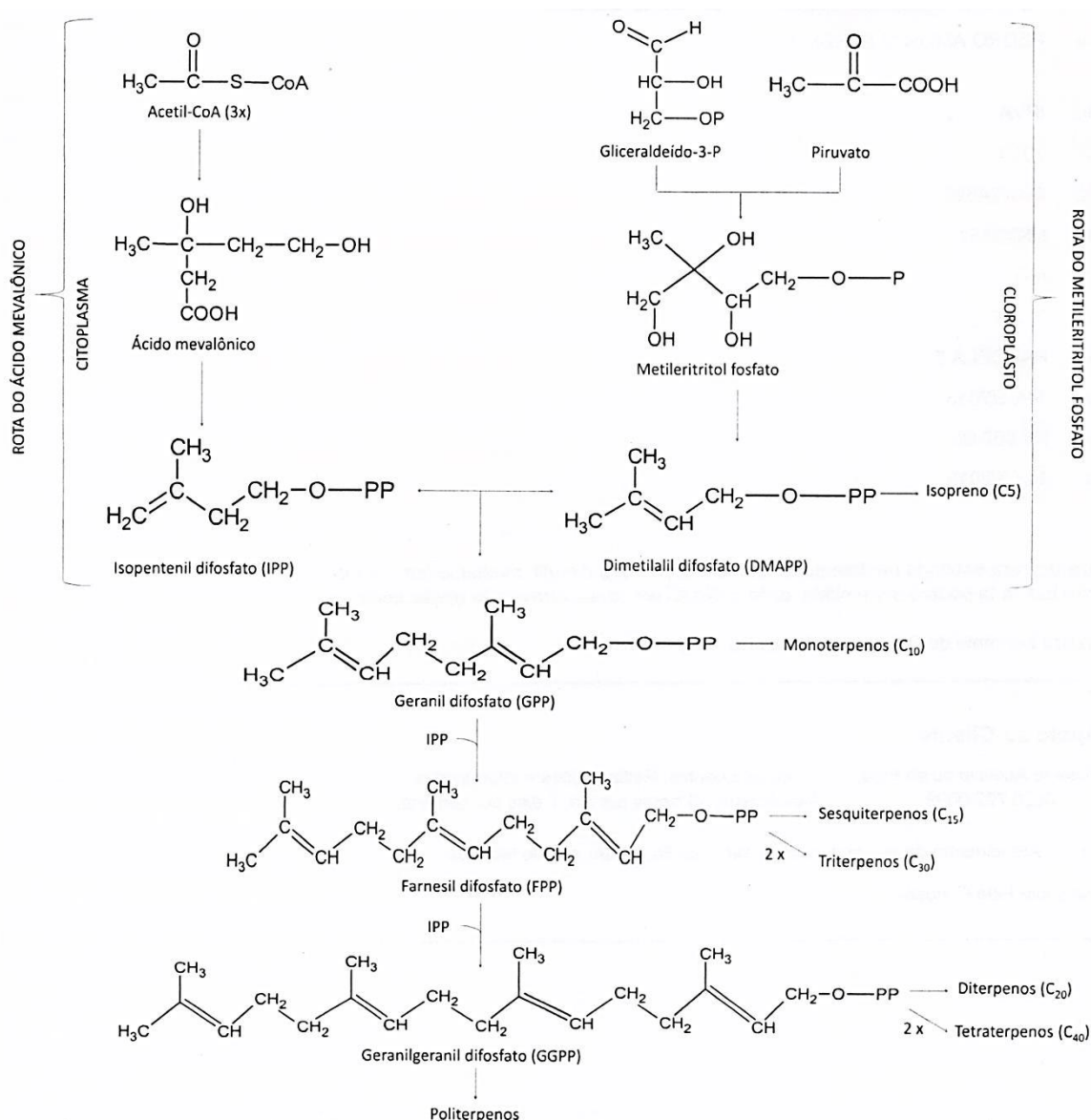


Figura 5. Esquema da rota biossintética de terpenos e sua classificação de acordo com as unidades de isopreno. Fonte: Martins (2012) adaptado de García e Carril (2009).

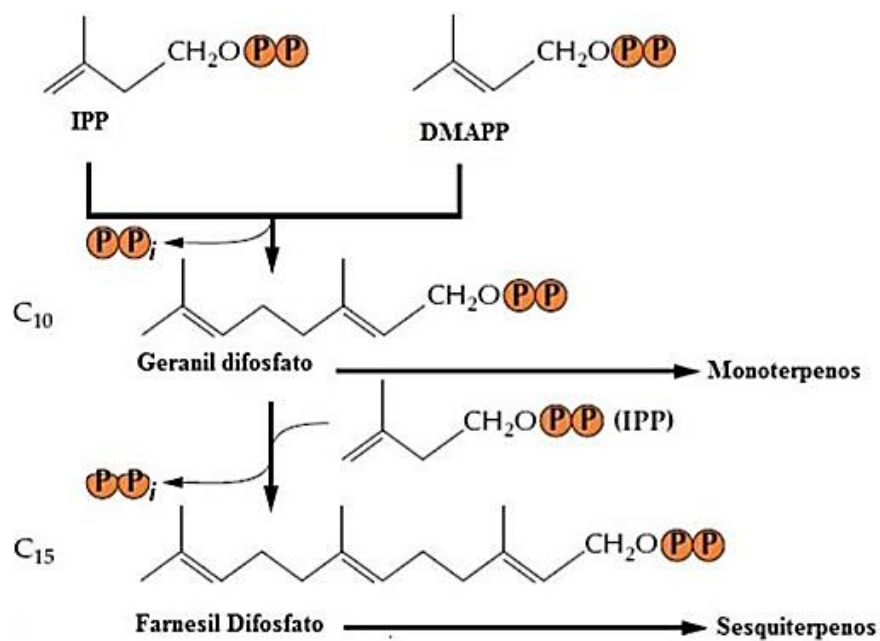


Figura 6. Esquema simplificado da biossíntese dos monoterpenos e sesquiterpenos. Fonte: adaptado de Croteau et al. (2000) por Santos, (2016).

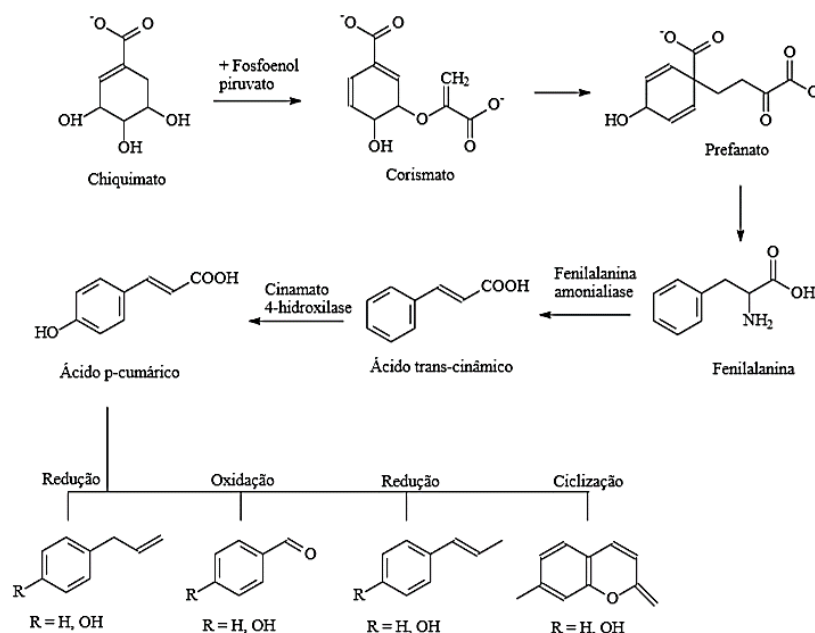


Figura 7. Mecanismo de formação da estrutura básica dos fenilpropanoides a partir do ácido chiquímico. Fonte: Guimarães (2010).

2.9 Métodos de extração de óleos essenciais

Denomina-se processo de extração a retirada do óleo essencial da espécie vegetal. Todavia, existem vários métodos industriais e artesanais de extração desses óleos. Em alguns deles o óleo é arrastado pelo vapor d'água, como, por exemplo, nas extrações de arraste a vapor e extração por hidrodestilação. Outros métodos utilizam solvente para extrair o óleo essencial, como a extração *enfleurage*, as extrações supercrítica e subcrítica e a extração com solvente orgânico. No entanto, existem outros métodos que não utilizam nenhum tipo de solvente, como a extração por extrusão ou prensagem, a extração a vácuo e por micro-ondas (Simões e Spitzer, 2004; Semen e Hiziroglu, 2005; Wolffenbüttel, 2011; Guenther, 2013).

O método da prensagem (ou extrusão) é ainda bastante utilizado em indústrias devido ao seu alto rendimento, embora esta técnica seja pouco seletiva, podendo produzir óleos com altos teores de substâncias não voláteis, impurezas e lipídios. É aplicado exclusivamente para a extração dos óleos essenciais de pericarpos de frutos cítricos, em que, após a prensagem, o óleo é separado da

emulsão formada com água por meio de decantação ou centrifugação (Simões e Spitzer, 2004; Pavarini et al., 2012).

A enfloração ou *enfleurage* é um processo milenar empregado para extrair óleos essenciais de pétalas de flores que são termicamente instáveis e altamente voláteis, utilizando gordura animal ou vegetal. As pétalas são depositadas, à temperatura ambiente, sobre uma camada de gordura, durante um determinado período de tempo. Após seu esgotamento, estas pétalas são substituídas por novas até a saturação total, quando a gordura é tratada com álcool. Posteriormente, o álcool é destilado a baixa temperatura e é obtido o óleo essencial, considerado de alta qualidade e de aroma peculiar (Pavarini et al., 2012). A extração por fluido supercrítico emprega um gás como solvente, geralmente o gás carbônico (CO₂), que é mantido acima de sua temperatura e pressão críticas, tornando-o um fluido supercrítico com características peculiares, como baixa viscosidade, alta densidade e difusão intermediária entre gases e líquidos. Além disso, esta técnica é muito atrativa porque é realizada em temperaturas reduzidas quando comparadas com as das outras técnicas, diminuindo assim a possibilidade de degradação térmica dos compostos a extrair e encurtando o tempo de extração. Contudo, esta técnica exige equipamentos sofisticados, grandes otimizações e manutenções devido às elevadas pressões que se atingem durante o processo, sendo bastante dispendiosa e resultando, conseqüentemente, em produtos mais caros (Herrero et al., 2010, Pavarini et al., 2012).

2.9.1 Extração por arraste de vapor

A destilação a vapor é o método mais usado para extração dos óleos essenciais em nível mundial. Através dele, é possível obter óleos dos mais diversos órgãos vegetais, seja de folhas, raízes, ramos, sementes e até de algumas flores. O processo é simples, consistindo em submeter o material vegetal à ação do vapor d'água, que extrai o óleo por "arraste a vapor". Inicialmente o vapor d'água atravessa os tecidos da matéria-prima vegetal, levando consigo o óleo contido no interior das suas glândulas. O óleo liberado, então, vaporiza-se com o choque térmico, sendo "arrastado pelo vapor" até atingir o condensador onde esta mistura, de óleo mais hidrolato (subproduto), resfria-se e volta à fase líquida. Por fim, a mistura atinge o último estágio do processo, o separador, que vai separar o óleo do

hidrolato por meio das diferenças de polaridade e densidade destas substâncias. Na destilação a vapor, o destilador, também chamado de extrator, é composto por três partes: a dorna, recipiente em cujo interior o material vegetal é compactado; o condensador, onde a mistura de vapores é resfriada e condensada; e o vaso separador.

Em projetos industriais, tem-se ainda um outro elemento, a caldeira, que é responsável pela produção de vapor, equipamento que contém água que é aquecida até o ponto de ebulição e logo acima dela fica um reservatório contendo partes da planta de onde o óleo será extraído. Os óleos essenciais possuem tensão de vapor mais elevada que a do vapor d'água e, por essa razão, são arrastados por ele (Simões e Spitzer, 2004). Embora sejam técnicas simples e menos dispendiosas quando comparadas com as outras técnicas de extração, o fato de haver aquecimento direto pode levar à ocorrência de degradações e oxidações do material vegetal e conseqüente perda de alguns constituintes do óleo essencial (Simões e Spitzer, 2004; Pavarini et al., 2012).

Os persas são considerados inventores de um dos primeiros aparelhos de destilação; de acordo com Cunha (2007), ibn Sina, ou Avicena (nas culturas ocidentais), célebre filósofo da Idade Média, teria sido o primeiro a obter óleo essencial puro a partir da *Rosa centifolia*. Este investigador foi denominado, mais tarde, como o "Príncipe dos médicos", pois escreveu mais de 100 obras médicas onde são feitas referências a inúmeras plantas aromáticas.

Para a extração de óleo essencial em pequena escala, emprega-se o aparelho do tipo Clevenger, como pode-se observar na Figura 8, que é o mais utilizado em escala laboratorial. Nesse método de hidrodestilação, que também é por "arraste a vapor" a matéria-prima vegetal é completamente mergulhada em água, sem que a temperatura ultrapasse 100 °C, visando evitar a perda de compostos mais voláteis. A diferença básica entre os dois métodos de extração de óleo essencial é que na extração por hidrodestilação o material vegetal fica em contato direto com água e na extração por arraste a vapor apenas o vapor d'água passa pelo o material vegetal (Simões e Spitzer, 2004).



Figura 8. Aparelho Clevenger para extração de óleo essencial em pequena escala por hidrodestilação.

2.10 Caracterização de Óleos Essenciais

De acordo com Collins (1997), a separação e a identificação das substâncias presentes nos óleos essenciais requerem técnicas e instrumentos apropriados. Devido à existência de diversos compostos isotérmicos e da instabilidade apresentada por certos terpenos, alguns componentes dos óleos essenciais oferecem certa dificuldade tanto na separação quanto na identificação das substâncias neles presentes (Castro e Ferreira, 2000).

Após a extração dos óleos essenciais, estes precisam ser analisados. De acordo com Simões e Spitzer (2004), existem vários métodos que são usados para caracterização de componentes químicos de óleos essenciais. Para as análises quantitativas dos componentes desses óleos pode-se citar uma grande variedade de métodos: ponto de solidificação; determinação alcalimétrica de álcoois terpênicos após acetilação; determinação acidimétrica de ésteres de terpenoides após saponificação; determinação de terpenoides cetônicos e aldeídos através de

titulação oximétrica; determinação volumétrica de fenóis; determinação espectrofotométrica; determinação por método cromatográfico.

2.10.1 Métodos Cromatográficos

Alguns desses métodos utilizados para caracterização dos óleos voláteis são: cromatografia em camada delgada; cromatografia em fase gasosa e a cromatografia líquida de alta eficiência (CLAE).

2.10.1.1 Cromatografia em fase gasosa com espectrômetro de massa

A cromatografia em fase gasosa (CG) é o método mais utilizado na separação e qualificação dos componentes dos óleos essenciais, devido ao fato de ser bastante preciso e eficiente (BRASIL, 2010). É um método relativamente simples de usar, apesar de seu alto poder de diferenciação. Porém, as substâncias a serem separadas devem apresentar uma razoável pressão de vapor à temperatura de separação.

A CG é uma técnica com um poder de resolução excelente, tornando possível, muitas vezes, a análise de dezenas de substâncias de uma mesma amostra. A sensibilidade da CG é um dos principais motivos dessa técnica ser bastante utilizada. Dependendo do tipo de substância analisada e do detector empregado, consegue-se detectar cerca de 10^{-12} g. Essa sensibilidade faz com que haja necessidade de apenas pequenas quantidades de amostra, o que, em certos casos, é um fator crítico e limita a utilização de outras técnicas. É importante salientar que a CG é excelente como técnica quantitativa, sendo possível a obtenção de resultados em concentrações que variam de picogramas a miligramas (Collins et al., 1997).

A separação efetiva dos componentes da amostra é efetuada na coluna cromatográfica, onde a natureza do tubo, do suporte sólido, o tipo e a quantidade da fase líquida, o método de recheio, o comprimento e a temperatura são fatores

importantes para se ter a resolução desejada. A coluna capilar é um tubo muito fino, geralmente com comprimento de 10 a 30 m e com diâmetro de 0,1 a 0,5 mm, que se encontra em uma câmara (o “forno”), cuja temperatura pode ser variada de acordo com a volatilidade das amostras a serem analisadas. O interior da coluna capilar é normalmente empacotado com uma “fase estacionária”, que é essencialmente um líquido de alto ponto de ebulição e muito viscoso, que normalmente é um polímero apolar à base de silicone (Azambuja, 2017). As moléculas da mistura são arrastadas pelo gás, que geralmente é inerte, através da coluna. O gás utilizado pode ser o hélio, o nitrogênio, o hidrogênio ou o argônio; a escolha do gás depende de fatores tais como: disponibilidade, pureza exigida, consumo e o tipo de detector empregado. De acordo com o ponto de ebulição de cada molécula da mistura e a afinidade pela fase estacionária, essas substâncias vão sendo arrastadas pelo gás em velocidades diferentes, pois quanto maior o ponto de ebulição e a afinidade pela fase estacionária, mais demorado será esse tempo para atravessar a coluna.

Portanto, esse tempo que cada molécula leva para passar (eluir) pela coluna é denominado de tempo de retenção, podendo durar de 1 a 30 min, dependendo da amostra e da coluna específica usada no processo. A identificação de cada composto individual da substância pode ser feita através da comparação do tempo de retenção da amostra com aquele observado em substâncias padrão (Oliveira et al., 2011).

A cromatografia em fase gasosa acoplada à espectrometria de massa constitui uma técnica chamada abreviadamente de análise por CG-EM, em que as substâncias a serem analisadas devem ser voláteis ou semivoláteis (Solomons e Fryhle, 2001). O procedimento analítico por CG-EM se dá através da injeção de uma quantidade mínima da mistura, normalmente 0,001 mL (1,0 µL) ou menos, de uma solução diluída que contém a amostra. O mecanismo de separação se dá pela seguinte maneira: injeta-se um volume conhecido do analito na entrada da coluna, geralmente por uma seringa e essa amostra é arrastada pela fase móvel (gás de arraste) através da coluna que contém a fase estacionária (coluna CG aquecida), onde ocorre a separação da mistura. Deve-se conhecer a resolução e a eficiência da coluna para a amostra a ser analisada (Souza, 2018).

Após as moléculas contidas na amostra saírem da coluna CG, são logo direcionadas ao EM, onde são bombardeadas por elétrons; íons e fragmentos da

molécula são formados, resultando em um espectro de massas. Esses espectros são obtidos para cada componente da mistura original que for separado. Essa capacidade da CG-EM para separar misturas e dar informação sobre a estrutura de cada componente a torna uma ferramenta indispensável em laboratórios analíticos, forenses e de química orgânica (Oliveira et al., 2011).

Simplificadamente, o espectro de massas funciona da seguinte maneira: um feixe de elétrons de alta energia bombardeia a amostra, em fase gasosa, e o aparelho detecta e registra os fragmentos gerados pelo impacto dos elétrons. A partir do valor da massa molecular de cada um dos fragmentos, monta-se a molécula, como um “quebra-cabeça”. Os fragmentos gerados podem ser íons, radicais ou moléculas neutras. No aparelho são detectados apenas os fragmentos catiônicos (íons positivos), os íons moleculares, de carga unitária. Estes íons possuem alta energia e são capazes de romper ligações covalentes, fragmentando-se em pedaços menores. Logo, a partir de um fragmento, podem surgir vários outros fragmentos menores (Ardrey, 2003).

Em um gráfico de espectro de massa aparecem picos de intensidades variáveis, cada pico correspondendo a íons com uma razão massa/carga. A intensidade do pico sugere a abundância relativa de cada íon molecular. Frequentemente aparecem no gráfico vários picos, de intensidade muito baixa. A grande maioria deles não deve ser considerada na análise do espectro, pois correspondem a fragmentos de difícil identificação. Consideram-se apenas os picos de intensidade relativamente alta. O pico de maior massa molecular frequentemente corresponde à própria molécula, porém, sem um elétron - esse pico é chamado pico base. A intensidade do pico depende da estabilidade do íon molecular. São mais estáveis aqueles íons que apresentarem um sistema de ressonância em sua estrutura (Atkins e Jones, 2001).

Para quantificar a composição de um óleo essencial, usa-se o método de normalização ou método dos 100%. Nesse método, o valor total das áreas de cada pico é considerado como 100%. O detector geralmente usado é o de ionização de chama (DIC) e a resposta desse detector é diferente para cada composto. Isso faz com que esse método não seja muito acurado. Se for necessário quantificar componentes com maior acurácia, usa-se o método do padrão interno ou de adição. Em poucos segundos o espectro é comparado com os da biblioteca e são feitas sugestões de probabilidade para a identificação da substância analisada. Esse

sistema é considerado um grande avanço, mesmo assim, o analisador tem que decidir qual a resposta correta. Por isso, é importante considerar também os dados de retenção para uma identificação mais segura. Quase sempre sobram picos que não podem ser identificados, para que se consiga elucidar esses compostos é necessário lançar mão de outros métodos analíticos (Oliveira et al., 2011).

3. MATERIAL E MÉTODOS

Os experimentos foram realizados no Laboratório de Engenharia Agrícola (LEAG), Centro de Ciências e Tecnologias Agropecuárias (CCTA), Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro (UENF), no município de Campos dos Goytacazes – RJ.

3.1. Matéria-prima, colheita ou aquisição, seleção e preparo

Os materiais utilizados foram folhas de alecrim-pimenta (*Lippia sidoides* Cham.) e rizomas de gengibre (*Zingiber officinale* Roscoe). A colheita do alecrim-pimenta foi realizada manualmente com o auxílio de uma tesoura de lâminas de aço inoxidável, sempre em horários compreendidos entre 08:00 e 09:00 h, em plantação no Sítio Xodó, município de Varre-Sai, RJ. Posteriormente, as plantas recém-colhidas foram levadas para o Laboratório de Engenharia Agrícola (LEAG) onde foram submetidas a um processo de limpeza, excluindo as partes atacadas por doenças ou pragas, qualquer outro vegetal ou material estranho, como também as partes velhas e secas (Figura 9). Logo em seguida procedeu-se a remoção das folhas a serem utilizadas para os processos de secagem, armazenamento e extração do óleo essencial.

O gengibre foi adquirido no mercado local e trazido imediatamente para o laboratório para realização do procedimento experimental, que consistiu na lavagem dos rizomas para remoção das impurezas. Em seguida o rizoma foi fatiado a uma espessura de, aproximadamente, 3 mm e disposto em bandejas para a secagem. Após esses procedimentos uma parte da amostra foi utilizada para determinação do teor de água e a outra parte para realização dos experimentos de secagem e armazenamento.



Figura 9. Folhas de alecrim-pimenta *in natura* (A), gengibre seco (B).

3.2 Procedimento de Secagem

Para avaliar a influência da temperatura do ar de secagem sobre o teor e a composição do óleo essencial das folhas de alecrim-pimenta e dos rizomas de gengibre, empregou-se um secador de leito fixo, com fluxo de ar tangencial, capaz de fornecer o ar de secagem em condições controladas de vazão e temperatura. O secador possui um ventilador centrífugo de 1,0 cv, um conjunto de resistências elétricas para aquecimento do ar, um inversor de frequência para alterar e controlar a rotação do motor do ventilador, um controlador de temperatura com microprocessador N 480, uma câmara *plenum* e um conjunto de esferas de vidro para diminuir a turbulência e uniformizar a velocidade do ar antes de sua entrada

na câmara de secagem. O secador foi fabricado com paredes duplas de chapa de aço galvanizado, preenchidas com lã-de-vidro em toda sua extensão a partir da seção de aquecimento do ar. A câmara de secagem é composta por três bandejas retangulares de fundo telado. Os testes de secagem foram realizados empregando-se um único nível de velocidade do ar de secagem, $0,5 \text{ m s}^{-1}$ e três níveis de temperatura 40, 50 e $60 \text{ }^\circ\text{C}$. A redução do teor de água das amostras foi monitorada por gravimetria, pesando-se o conjunto bandeja-amostra em intervalos de 5 min nos primeiros 30 min, de 10 min até os 120 min, de 15 min até 210 min, de 30 min até 510 min e de 60 min a partir de 510, utilizou-se balança digital com precisão de 0,01g, até que o teor de água final se aproximasse de 10% b.u.

A velocidade do ar de secagem foi medida utilizando-se anemômetro de pás rotativas AIRFLOW, posicionado na saída de cada uma das bandejas do secador. As leituras de velocidade e temperatura foram registradas ao final de cada pesagem. A temperatura do ar de secagem foi medida utilizando-se um termômetro de mercúrio, com divisão da escala igual a $1 \text{ }^\circ\text{C}$, que foi colocado logo abaixo da câmara de secagem.

3.3 Determinação do teor de água das amostras

O acompanhamento da redução da razão de umidade, RU, ou adimensional de umidade, do produto ao longo da secagem requer a determinação do teor de água inicial. O valor de RU é dado por $[(U_t - U_e)/(U_0 - U_e)]$ em que U_t é o teor de água em qualquer instante t , U_0 é o teor de água inicial e U_e é o teor de água de equilíbrio. O numerador representa a quantidade de água que ainda pode ser removida ou a quantidade de água livre em qualquer tempo t , enquanto o denominador representa a quantidade total de água disponível para ser retirada pela secagem.

3.3.1 Teor de água de folhas de alecrim-pimenta

A determinação acurada dos teores de água inicial e final durante a secagem deve ser feita por método padrão. Porém, na ausência de método padrão para determinação do teor de água de plantas medicinais, optou-se por usar as especificações contidas da Norma S358.2 proposta pela ASABE (2008) para determinação do teor de água de forragens. Dessa forma, utilizou-se estufa com circulação forçada de ar, marca MARCONI, modelo MA033/5, a 103 ± 2 °C por 24 h, e balança analítica SHIMADZU 0,1 mg Unibloc AUY220. Nos experimentos de secagem com alecrim-pimenta, esse método foi utilizado apenas para calcular o teor de água inicial das amostras, o que impediu a elaboração de curvas de calibração, como foi feito no caso do gengibre (ver item 3.3.2).

Para o acompanhamento da cinética da redução do teor de água por gravimetria e para determinar o momento correto de interromper a secagem, ou seja, quando o produto atingisse teor de água de 10%, empregou-se o método de estufa a alta temperatura para determinação rápida do teor de água de sementes indicado por ISTA (2010). Utilizou-se estufa BINDER, modelo FED 240, com circulação forçada de ar, a 130 °C por 1 h e a mesma balança analítica descrita anteriormente. De qualquer forma, não houve diferença acentuada entre os valores de teor de água inicial médio obtidos pelos dois métodos, como pode-se observar na Tabela 1.

Tabela 1. Comparação do teor de água utilizando dois métodos da estufa (método padrão a 103 °C / 24h e método de determinação rápida em alta temperatura a 130 °C / 1h) nas condições de secagem de 40, 50 e 60 °C

Temperatura de secagem (°C)	Método da estufa	
	103 °C/24h	130 °C/1h
40	58,9% b.u.	60,6% b.u.
50	68,5% b.u.	68,7% b.u.
60	66,0% b.u.	65,0% b.u.

3.3.2 Teor de água de rizomas de gengibre

O método padrão utilizado para determinar os teores de água inicial e final das amostras de gengibre foi aquele encontrado na Norma 012/IV, Perda por Dessecação (Umidade) – Secagem direta em estufa a 105 °C até “peso constante”, presente nos Métodos Físico-Químicos para Análise de Alimentos do Instituto Adolfo Lutz (Zenebon et al., 2008). A expressão “até peso constante” significa que os valores obtidos em duas pesagens sucessivas diferem, no máximo, em 0,0005 g por grama de substância. Utilizaram-se estufa com circulação forçada de ar, marca MARCONI, modelo MA033/5 e a mesma balança analítica descrita no item 3.3.1. Essa Norma é a mais usual na determinação de amostras de alimentos em geral. Amostras de alimentos que se decompõem ou iniciam transformações a 105 °C, devem ser aquecidas em estufas a vácuo, em que se reduz a pressão e se mantém a temperatura de 70 °C.

Os valores de teor de água assim determinados não podem ser utilizados para o acompanhamento da cinética de secagem durante o experimento, tendo em vista a comparação entre o período de 24 h em que a amostra permanece na estufa e os tempos requeridos para secagem, ou seja, 14,7 h a 40 °C, 10,5 h a 50 °C e 8 h a 60 °C. Desta forma, optou-se por um método rápido de determinação do teor de água para o acompanhamento, por gravimetria, da secagem do produto. Esse método também permite estabelecer o momento de interromper a secagem quando o produto atinge o valor especificado de teor de água final, que no presente trabalho foi de 10% b.u. Isso garante que o rendimento e a composição química do óleo essencial serão determinados para amostras padronizadas em termos de teor de água.

Para a determinação rápida do teor de água das amostras de gengibre foi escolhido o método de estufa a alta temperatura para sementes, indicado por ISTA (2010). Utilizou-se estufa BINDER, modelo FED 240, com circulação forçada de ar, a 130 °C por 2 h. Cumpre ressaltar que esse método permite que o tempo em que o material permanece na estufa pode ser de 1, 2, 3, ou 4 h, dependendo do produto. Esse método é utilizado para efeito de comparação dos resultados com aqueles obtidos no método padrão descrito anteriormente, ou seja, presta-se a elaboração de curva ou reta de calibração. Obteve-se a seguinte equação de calibração:

$U_{103^{\circ}\text{C}/24\text{h}} = 0,9955 U_{130^{\circ}\text{C}/2\text{h}} - 0,3467$, com coeficiente de determinação $R^2 = 0,9942$, para teores de água entre 11 e 82% b.u.

Lorenzetti (2008), citado por Prato (2010), afirma que uma das recomendações ou exigências de algumas normas internacionais de exportação do gengibre é que o teor de água máximo do produto desidratado seja de 12% b.u. No entanto, de acordo com Farias (2003), a maioria das farmacopeias recomenda o intervalo de 8% a 14% b.u. Sendo assim, em conformidade com essa última informação, o gengibre foi secado até teor de água final de $\cong 10\%$ b.u.

3.4 Armazenamento

Logo após a secagem, uma parte das amostras, tanto de alecrim-pimenta quanto de gengibre, foi usada para extração e caracterização dos respectivos óleos essenciais e o restante foi acondicionado em frascos de vidro de 3.275 mL (Figura 10), com tampa plástica de rosca, que foram vedados com Parafilm[®]. Os vidros contendo as amostras foram então armazenados em geladeira convencional a 5 °C, por períodos de 1, 3 e 6 meses. Ao final de cada período, foi feita nova extração dos óleos essenciais para determinação do rendimento e do perfil fitoquímico.



Figura 10. Recipiente em vidro com tampa rosável utilizado para o armazenamento de alecrim(A) e gengibre(B).

3.5 Extração do óleo essencial

Utilizou-se destilador para óleos essenciais do tipo Clevenger (MARCONI, modelo MA-553/2000) adaptado a um balão de fundo chato com capacidade de 5.000 mL (Figura 8). Primeiramente, foram adicionados 2 L de água destilada ao balão e, posteriormente, 100 g de amostra. Os tempos de extração para o alecrim-pimenta e o gengibre foram de 2 e 3 h, respectivamente, contados a partir da condensação da primeira gota do óleo essencial. O óleo foi coletado com pipeta de vidro e depois vertido em minifrasco (2 mL) de vidro âmbar (Figura 11), sendo a massa determinada em balança analítica com precisão de 0,1 mg. Em seguida, as amostras de óleo essencial foram armazenadas em freezer a -20 °C até o momento das análises químicas.

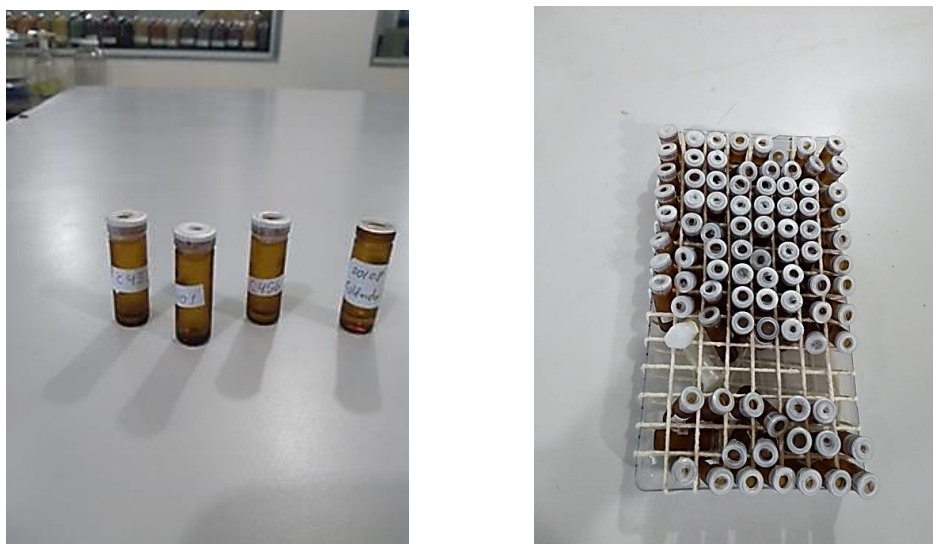


Figura 11. Minifrasco (2 mL) de vidro âmbar.

3.6 Rendimento em óleo essencial

O rendimento em óleo essencial (R_o) de cada amostra de 100 g de material vegetal, tanto *in natura* quanto seco, foi calculado a partir da definição de rendimento, em porcentagem, com base na massa de matéria seca, ou seja, $R_o = [(M_o / M_{ms})]100$, em que, M_o representa a massa de óleo essencial e M_{ms} é a massa de matéria seca do material *in natura* ou seco. A massa de matéria seca pode ser calculada por $M_{ms} = M_{amostra} - M_{H_2O}$. Calcula-se então a massa de água (M_{H_2O}) a partir da definição do teor de água, em porcentagem de base úmida, ou seja, $U\% \text{ b.u.} = (M_{H_2O} / M_{amostra})100 \Rightarrow M_{H_2O} = M_{amostra} (U\% \text{ b.u.}/100)$, obtendo-se, finalmente, a Equação (1).

$$R_o = \left(\frac{M_o}{M_{ms}} \right) 100 = \left(\frac{M_o}{M_{amostra} - M_{H_2O}} \right) = \left[\frac{M_o}{M_{amostra} - \left(M_{amostra} \frac{U\% \text{ b.u.}}{100} \right)} \right] 100 \quad (1)$$

3.7 Análise da composição química do óleo essencial

A análise da composição química do óleo essencial foi feita por cromatografia em fase gasosa acoplada a um detector de ionização em chama, CG-DIC, (Figura 12 A), e de cromatografia em fase gasosa acoplada ao espectrômetro de massas, CG-EM, (Figura 12 B). As análises foram realizadas no Departamento de Química da Universidade Federal Rural do Rio de Janeiro, Seropédica – RJ.

A composição química dos óleos essenciais foi realizada em cromatógrafo a gás SHIMADZU, modelo GC-17A, acoplado ao espectrômetro de massa SHIMADZU, modelo QP2010 *Plus*. As análises foram realizadas em coluna capilar de sílica fundida *Factor Four VF* – 5 ms (5% difenil / 95% dimetilpolisiloxano, VARIAN) de 30 m x 0,25 mm x 0,25 μm (comprimento, diâmetro interno e espessura de filme, respectivamente); temperatura do injetor de 220 $^{\circ}\text{C}$, gás de arraste hélio na vazão de 1 mL min^{-1} . O volume de injeção da amostra foi de 1,0 μL (óleo essencial solubilizado em diclorometano), com razão de *split* 1:30. Utilizou-se incremento de temperatura 3 $^{\circ}\text{C min}^{-1}$ de 60 a 180 $^{\circ}\text{C}$, de 20 $^{\circ}\text{C min}^{-1}$ até 280 $^{\circ}\text{C}$ e finalizando com 280 $^{\circ}\text{C /15 min}$.



(A)



(B)

Figura 12. Cromatógrafo a gás com detector de ionização em chama (A) e o espectrômetro de massa (B).

O espectrômetro de massas operou nas seguintes condições: detector operando por impacto de elétrons com energia de 70 eV, temperatura da interface de 310 °C, temperatura da fonte de ionização de 230 °C e fragmentos detectados na faixa de varredura de 40 a 500 Da no modo *scan*.

As análises qualitativas, em área relativa percentual, dos componentes dos óleos essenciais foram realizadas em CG-DIC fabricado por AGILENT TECHNOLOGIES, INC, modelo HP-5890/*Series II*, com mesma coluna e condições experimentais descritas acima, porém a temperatura do detector foi fixada em 250 °C, e os gases utilizados foram hidrogênio, 40 mL min⁻¹, e ar sintético, 400 mL min⁻¹. A quantificação relativa (%) de cada componente no óleo foi estimada com base na normalização das áreas dos picos pelo DIC (porcentagem da área do pico em relação à área total dos picos no extrato). O software utilizado para avaliação dos dados foi o CG-EM *Solution*, versão 2.53 SU3, SHIMADZU. A identificação das substâncias do óleo essencial foi realizada por meio de seus índices de retenção (IR), calculados para cada constituinte a partir da injeção de uma série homóloga de n-alcenos lineares (C8-C20) nas mesmas condições da amostra. Cada pico do cromatograma foi também identificado pela comparação dos seus espectros de massas obtidos experimentalmente com aqueles armazenados no banco de dados de espectros de massas do sistema CG-EM (NIST08) e pela consulta na literatura especializada (Adams, 2007).

O valor do Índice de Retenção Linear (IRL) foi comparado com o valor do Índice de Kovats (IK), que relaciona o tempo de retenção das substâncias ao tempo de retenção de uma série de hidrocarbonetos homólogos. O IRL permite melhor comparação dos dados entre laboratórios diferentes (Oliveira, 2011). O cálculo do IRL foi obtido por meio da Eq. (2), em que T_c = tempo de retenção do composto de interesse, T_n = tempo de retenção do HC anterior, T_p = tempo de retenção do HC posterior e n = número de carbonos do HC anterior.

$$IRL = \left(\left(\frac{T_c - T_n}{T_p - T_n} \right) + n \right) * 100 \quad (2)$$

3.8 Delineamento experimental e análise estatística

O delineamento experimental foi inteiramente casualizado, em arranjo fatorial 3 x 4 (temperatura de secagem *versus* período de armazenamento), com três repetições para cada tratamento. Para a análise estatística dos dados procedeu-se a análise de variância com teste F e os testes de Tukey e Scott-Knott para comparação das médias em 5% de probabilidade.

4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1 Rendimento em óleo essencial

4.1.1 Alecrim-Pimenta (*Lippia sidoides* Cham.)

Apresenta-se, na Tabela 1A (Apêndice A), o resumo da análise de variância (ANOVA) referente aos efeitos simples dos fatores e de suas interações sobre o rendimento em óleo essencial de folhas do alecrim-pimenta. As folhas foram submetidas à secagem até que o teor de água fosse reduzido para $\cong 10\%$ b.u., valor que está de acordo com o intervalo recomendado em diferentes farmacopeias, ou seja, entre 8 e 14% b.u. (Farias, 2003).

Conforme apresentado na Tabela 1A (Apêndice A), os fatores temperatura de secagem e período de armazenamento foram significativos pelo teste F ($p < 0,05$), não havendo diferença estatística significativa da interação entre eles. Diante disso, foram feitos os desdobramentos dos resultados por meio do teste Scott-Knott de comparação das médias ($p < 0,05$). O valor do coeficiente de variação dos fatores, em percentual, CV (%), foi baixo, de 6,1%, mostrando que houve eficiência no processo de coleta de dados. De acordo com Gomes (1978), o coeficiente de variação é considerado baixo quando inferior a 10%.

Na Tabela 2 estão apresentados os valores médios do rendimento em óleo essencial de folhas de alecrim-pimenta, em g/100g de matéria seca, durante o

armazenamento, para temperaturas de 40, 50 e 60 °C, assim como para o material *in natura*. Além dessas informações, também são apresentados os respectivos resultados das análises estatísticas de comparação das médias.

Tabela 2. Valores médios do teor do óleo essencial das folhas de alecrim-pimenta (g/100 g de matéria seca) para três níveis de temperatura de secagem, 40 e 50 °C, quatro períodos de armazenamento (zero, 1, 3 e 6 meses), empregando-se um único nível de velocidade do ar de secagem, 0,5 m s⁻¹, e teor do óleo essencial do produto *in natura*

Produto <i>in natura</i>	Teor do óleo essencial (g/100 g)				
	Temperatura de secagem (°C)	Período de armazenamento (meses)			
		0	1	3	6
1,2 D	40	1,8 C a	2,5 A a	2,1 B a	2,1 B a
1,2 D	50	1,8 B a	2,2 A b	2,0 B a	1,9 B a
1,2 D	60	1,6 B a	2,1 A b	1,8 B b	1,7 B b

Médias seguidas pela mesma letra maiúscula na linha e minúscula na coluna não diferem estatisticamente entre si pelo teste de Scott-Knott em 5% de probabilidade ($p < 0,05$)

A secagem provocou aumento significativo no teor de óleo essencial extraído das folhas de alecrim-pimenta, ou seja, quando se comparam os valores obtidos *in natura* com aqueles observados imediatamente após a secagem (período zero de armazenamento). Atribui-se este resultado à sensibilidade das estruturas secretoras ou armazenadoras de óleo essencial, pois o emprego de altas temperaturas de secagem pode ter provocado danos à integridade da membrana celular que retém o óleo na célula vegetal, aumentando assim sua disponibilidade e facilitando sua extração (Gasparin et al., 2014). Guenther (1972) considera que o fato de as plantas *in natura* apresentarem alto teor de água é condição para que haja forte tendência à aglutinação do óleo, impedindo que o vapor penetre de forma mais uniforme nos tecidos vegetais. De acordo com Martins (2000), a redução do teor de água nas folhas, após a secagem, permite que a corrente de vapor gerada no extrator possa arrastar mais eficientemente as substâncias voláteis armazenadas nas estruturas que retêm o óleo essencial, quando comparado com o material *in natura*. Costa et al. (2008) afirmam que o aumento de biomassa seca é um dos fatores relevantes na produção de óleo essencial nos tecidos vegetais.

Há autores que argumentam que o aumento no teor de óleo em função da secagem está relacionado com a temperatura de volatilização dos constituintes químicos do óleo essencial, pois para a maioria das espécies o óleo se localiza em estruturas sensíveis, tais como pelos glandulares e glândulas epidérmicas. Blanco et al. (2002) citados por Melo et al. (2004) consideraram que a secagem provocou a transformação e/ou degradação dos constituintes químicos do óleo essencial ao verificarem que o teor do óleo essencial de menta (*Mentha piperita* L.) reduziu de 1,00% para 0,12% em temperaturas de 40 a 80 °C, já para o óleo extraído do alecrim (*Rosmarinus officinalis* L.) a redução correspondente foi de 2,13% para 1,09%. Soares et al. (2007) estudaram o efeito de quatro temperaturas de secagem (40, 50, 60 e 70 °C) sobre o rendimento do óleo essencial extraído do manjeriço e observaram que os maiores valores foram obtidos quando o produto foi secado a 40 °C. Oliveira et al. (2011) avaliaram o efeito da temperatura de secagem no teor de óleo essencial de folhas e capítulos florais de *Pectis brevipedunculata*, e observaram que dentre os tratamentos de secagem (temperatura ambiente, 40, 50 e 60 °C), somente aquele realizado a 40 °C apresentou rendimento de óleo essencial estatisticamente igual àquele da planta *in natura*. Os demais tratamentos apresentaram rendimentos consideravelmente menores e estatisticamente iguais, com reduções de 63 a 82%. Gasparin et al. (2014) constataram menor rendimento de óleo essencial de hortelã-pimenta em folhas secadas em temperaturas superiores a 50 °C.

No entanto, há também autores que relatam comportamento oposto àqueles mencionados acima, ou seja, para determinadas espécies vegetais houve aumento no rendimento extrativo do óleo essencial com o aumento da temperatura de secagem. Martins (2000) verificou que o rendimento do óleo essencial de capim-limão aumentou em 21% em relação àquele extraído da planta *in natura*. Qualquer que seja o caso, aumento ou diminuição no rendimento em óleo essencial, é também importante considerar a velocidade com que a água é retirada do produto, ou seja, a taxa de secagem, pois um processo muito rápido pode degradar os princípios ativos. Em contrapartida, não deve ser muito lenta, pois pode propiciar o aparecimento de microrganismos indesejáveis (Silva e Casali, 2000).

O armazenamento também aumentou o teor de óleo essencial. Isso pode ser verificado ao se comparar os valores obtidos imediatamente após a secagem com aqueles observados para todos os períodos de armazenamento, para cada

uma das temperaturas de secagem. O armazenamento por um mês foi o tratamento que resultou no maior rendimento em óleo essencial extraído das folhas de alecrim-pimenta. Possivelmente, o período de um mês de armazenamento tenha permitido a movimentação do óleo no interior das folhas secas de modo a facilitar sua extração. Na secagem, praticamente toda a água livre presente no material é evaporada, restando aproximadamente 10% adsorvida, ou seja, o teor de água desejável ao final da secagem. Portanto, é provável que, com o tempo de armazenamento, essa água residual se redistribua no tecido vegetal deixando o óleo essencial mais vulnerável, possibilitando sua perda por volatilização. A extensão do período de armazenamento para 3 e 6 meses atuaria no sentido de degradar o óleo essencial, diminuindo assim o seu teor.

Embora exista pouca informação na literatura a respeito dos mecanismos que atuam na diminuição do teor de óleo essencial durante o armazenamento, há autores que também elaboram possíveis razões para esse comportamento. Simões (2010) acredita que ele possa ser justificado pelo fato de que, após a morte celular das plantas medicinais, ocorra a ruptura de determinadas estruturas responsáveis pelo armazenamento destes óleos. Além disso, os óleos essenciais apresentam em sua constituição química compostos como os terpenos, que apresentam alta volatilidade. Comportamento semelhante ao observado no presente trabalho foi relatado por Costa (2009), que ao estudar o rendimento e composição química do óleo essencial de *Ocimum selloi* Benth. constatou redução de cerca de 50% no rendimento de óleo essencial aos quatro meses de armazenamento. Segundo et al. (2014), ao avaliarem a conservação de capim-limão (*Cymbopogon citratus*), verificaram diminuição no rendimento em óleo essencial depois de 12 meses de armazenamento.

4.1.2 Gengibre (*Zingiber officinale* Roscoe)

Apresenta-se, na Tabela 2A (Apêndice A), o resumo da ANOVA referente aos efeitos simples dos fatores e de suas interações sobre o rendimento em óleo essencial de rizomas de gengibre. Os rizomas foram submetidos à secagem até que o teor de água fosse reduzido para $\cong 10\%$ b.u., valor que, como visto

previamente, está de acordo com o intervalo recomendado em diferentes farmacopeias, ou seja, entre 8 e 14% b.u. (Farias, 2003).

Conforme se pode observar na Tabela 2A (Apêndice A), os fatores temperatura de secagem e período de armazenamento, bem como sua interação, foram significativos pelo teste F ($p < 0,05$). Diante disso, foram feitos os desdobramentos dos resultados por meio do teste Scott-Knott de comparação das médias ($p < 0,05$). O valor do coeficiente de variação (CV) dos fatores, em percentual, foi baixo, de 8,0%, mostrando que houve eficiência no processo de coleta de dados.

Na Tabela 3 estão apresentados os valores médios do rendimento em óleo essencial de rizomas de gengibre, em g/100g de matéria seca, durante o armazenamento, para temperaturas de 40, 50 e 60 °C, assim como para o material *in natura*. Além dessas informações, também são apresentados os respectivos resultados das análises estatísticas de comparação das médias. Os valores encontrados estão de acordo com as afirmações de O'Hara et al. (1998) e Nicácio et al. (2018), segundo os quais os teores de óleo essencial em rizomas de gengibre são de até 3,0 g/100g.

Tabela 3. Valores médios do teor do óleo essencial em rizomas de gengibre (g/100 g de matéria seca) para três níveis de temperatura de secagem, 40 50 e 60 °C, quatro períodos de armazenamento (zero, 1, 3 e 6 meses), empregando-se um único nível de velocidade do ar de secagem, 0,5 m s⁻¹, e teor do óleo essencial do produto *in natura*

Produto <i>in natura</i>	Teor do óleo essencial (g/100 g)				
	Temperatura de secagem (°C)	Período de armazenamento (meses)			
		0	1	3	6
0,9 D	40	1,6 A b	1,2 B b	1,0 B b	1,1 B b
0,9 D	50	1,9 A a	1,5 B a	1,4 B a	1,4 B a
0,9 D	60	1,4 A b	1,4 A a	1,1 B b	1,1 B b

Médias seguidas pela mesma letra maiúscula na linha e minúscula na coluna não diferem estatisticamente entre si pelo teste de Scott-Knott em 5% de probabilidade ($p < 0,05$)

A secagem provocou aumento significativo imediato no teor de óleo essencial extraído dos rizomas de gengibre, ou seja, quando se comparam os valores obtidos *in natura* com aqueles observados imediatamente após a secagem (período zero de armazenamento). Para todos os períodos de armazenamento, à exceção do período de um mês, os teores de óleo são os mesmos, tanto na secagem a 40 quanto a 60 °C. Os maiores teores de óleo foram obtidos na secagem a 50 °C. Ou seja, a indicação seria extrair o óleo essencial imediatamente após a secagem a 50 °C. Caso haja necessidade de armazenar o produto, isso pode se estender por até seis meses, pois a diminuição no teor de óleo independe do período de armazenamento.

Os resultados aqui obtidos estão de acordo com estudos realizados com diferentes espécies medicinais, que também mostraram que o aumento na temperatura do ar de secagem causa redução significativa no teor de óleo essencial (David et al., 2006; Gasparin et al., 2014). Radünz (2004) secou guaco (*Mikania glomerata* Sprengel) e hortelã comum (*Mentha x villosa* Huds) em temperaturas entre 50 e 70 °C e concluiu que a secagem a 50 °C, para as duas espécies, foi a que proporcionou maior teor de óleo essencial, além de maior proporção relativa (%) em área dos principais constituintes ativos.

Como visto anteriormente para o alecrim-pimenta, pode-se empregar o mesmo argumento sugerido por Guenther (1972) para explicar o efeito positivo imediato da secagem sobre o teor de óleo essencial de gengibre. É possível que o elevado teor de água presente nas plantas *in natura* atue no sentido de dificultar a aglutinação do óleo e, conseqüentemente, impedindo o vapor de penetrar de forma mais uniforme nos tecidos vegetais. Por outro lado, Martins (2000) argumenta que, após a secagem, há um decréscimo no teor de água do vegetal, fazendo com que o fluxo de vapor gerado no extrator possa arrastar mais eficientemente as substâncias voláteis armazenadas nas estruturas que retêm o óleo essencial, quando comparado com o material *in natura*.

Quanto ao efeito do período de armazenamento, pode-se observar a tendência de redução no teor de óleo essencial, para todas as temperaturas de secagem empregadas, quando se comparam os valores obtidos nas amostras imediatamente após a secagem (tempo zero) com aqueles correspondentes ao produto armazenado. No entanto, mesmo havendo diminuição ao longo do armazenamento, os valores ainda são maiores que aqueles obtidos com a planta

in natura. Resultados semelhantes foram observados por Costa et al. (2009) ao observarem redução acentuada no rendimento de óleo essencial de folhas de atroveran (*Ocimum selloi* Benth) durante o armazenamento.

Os sistemas de processamento pós-colheita das plantas medicinais, como o armazenamento, diferem, em diversos aspectos, daquele empregado para outros produtos agrícolas como grãos de cereais e oleaginosas, em que não há variação acentuada na qualidade ao longo da estocagem, desde que tomadas precauções básicas. Em plantas medicinais, aromáticas e condimentares, há que se tentar obter o maior rendimento em óleo essencial, mantendo os princípios ativos de interesse. Mas, ainda são relativamente poucos os estudos para definir protocolos de secagem e armazenamento para essas espécies.

4.2 Análise da composição química dos óleos essenciais

4.2.1 Identificação e quantificação dos fitoconstituintes do óleo essencial contido em folhas de alecrim-pimenta *in natura* e em amostras secadas sob diferentes temperaturas

Na Figura 1B (Apêndice B), estão representados os cromatogramas do óleo essencial de folhas de alecrim-pimenta, extraído pelo método de hidrodestilação, para amostras *in natura* e submetidas à secagem a 40, 50 e 60 °C. Os picos destacados ao longo dos quatro cromatogramas referem-se aos compostos mirceno (A), p-cimeno (B), γ -terpineno (C), carvacrol (D) e E-cariofileno (E), que se encontram presentes nas amostras provenientes de todos os tratamentos. A constituição química mais abrangente do óleo essencial, para os mesmos tratamentos mencionados anteriormente, e os respectivos Índices de Kovats (IK) encontram-se na Tabela 5. Os valores mostrados referem-se à proporção entre a área obtida em cada pico do cromatograma e a área total dos picos no extrato.

Tabela 4. Perfil fitoquímico do óleo essencial de folhas de alecrim-pimenta *in natura* e submetidas à secagem a 40, 50 e 60 °C, obtido por cromatografia a gás e espectrômetro de massas (CG-EM) e cromatografia a gás com detector de ionização em chama (CG-DIC). Os valores representam as médias e desvios padrão, em triplicata, das proporções relativas (%) das substâncias, obtidas por meio da comparação das áreas dos picos obtidos no cromatograma com aqueles obtidos com o padrão externo

N°	IK ^(a)	Substâncias ^(b)	Identificação	% em área ± dp			
				<i>In natura</i>	Temperatura de secagem (°C)		
					40	50	60
1	855	Hexanal (2E)	IK ^a CG-EM	*	0,40 ± 0,03	0,16 ± 0,04	0,08 ± 0,03
2	930	α-tujeno	IK ^a CG-EM	0,57 ± 0,07	1,01 ± 0,24	0,80 ± 0,36	0,52 ± 0,02
3	939	α-pineno	IK ^a CG-EM	0,24 ± 0,04	0,40 ± 0,05	0,29 ± 0,14	0,25 ± 0,06
4	979	1-octen 3 ol	IK ^a CG-EM	0,32 ± 0,06	*	*	*
5	979	β-pineno	IK ^a CG-EM	*	0,60 ± 0,11	*	0,34 ± 0,02
6	990	Mirceno	IK ^a CG-EM	2,03 ± 0,63	4,18 ± 0,61	3,70 ± 1,74	1,87 ± 0,16
7	1002	α-felandreno	IK ^a CG-EM	*	0,06 ± 0,02	0,05 ± 0,02	0,03 ± 0,01
8	1011	α-3-carene	IK ^a CG-EM	*	0,16 ± 0,05	0,14 ± 0,06	0,08 ± 0,01
9	1017	α-terpineno	IK ^a CG-EM	0,44 ± 0,12	0,99 ± 0,19	0,91 ± 0,44	0,41 ± 0,04
10	1024	p-cimeno	IK ^a CG-EM	5,13 ± 0,40	11,53 ± 0,54	9,51 ± 4,46	4,59 ± 0,60
11	1029	Limoneno	IK ^a CG-EM	0,33 ± 0,07	0,40 ± 0,15	0,35 ± 0,10	0,30 ± 0,12
12	1037	β-ocimeno (Z)	IK ^a CG-EM	*	0,12 ± 0,03	0,13 ± 0,07	0,06 ± 0,02
13	1050	β-ocimeno (E)	IK ^a CG-EM	*	0,16 ± 0,04	0,17 ± 0,09	0,07 ± 0,01
14	1059	γ-terpineno	IK ^a CG-EM	1,49 ± 0,43	3,00 ± 0,42	3,15 ± 1,56	1,46 ± 0,09
15	1070	Cis-sabineno hidrato	IK ^a CG-EM	*	0,28 ± 0,13	0,28 ± 0,08	0,24 ± 0,10
16	1088	Terpinoleno	IK ^a CG-EM	*	0,16 ± 0,04	0,15 ± 0,06	0,07 ± 0,02
17	1092	6,7-epoximirceno	IK ^a CG-EM	*	0,21 ± 0,10	0,18 ± 0,07	0,14 ± 0,08
18	1096	Linalol	IK ^a CG-EM	0,47 ± 0,04	0,62 ± 0,09	0,63 ± 0,21	0,53 ± 0,19

(a) Índice de Kovats determinado em coluna capilar DB-5 (Adams, 2007); (b) Substâncias listadas por ordem de eluição em coluna capilar Factor Four/VF-5ms.

Tabela 4. Continuação

N°	IK ^(a)	Substâncias ^(b)	Identificação	% em área ± dp			
				Temperatura de secagem (°C)	Temperatura de secagem (°C)		
					40	50	60
19	1177	Terpineno-4-ol	IK ^a CG-EM	*	0,45 ± 0,21	0,83 ± 0,55	0,24 ± 0,11
20	1235	Timol, metil eter	IK ^a CG-EM	0,76 ± 0,22	0,68 ± 0,21	0,54 ± 0,23	0,37 ± 0,04
21	1299	Carvacrol	IK ^a CG-EM	70,81 ± 1,47	68,59 ± 1,00	69,90 ± 0,13	81,65 ± 0,92
22	1375	α-ylangeno	IK ^a CG-EM	*	0,13 ± 0,03	0,16 ± 0,06	0,12 ± 0,03
23	1419	e-cariofileno	IK ^a CG-EM	2,51 ± 0,65	3,43 ± 0,56	4,03 ± 1,64	3,26 ± 0,95
24	1441	Aromadendreno	IK ^a CG-EM	0,15 ± 0,01	0,14 ± 0,05	0,22 ± 0,10	0,20 ± 0,08
25	1454	α-humuleno	IK ^a CG-EM	0,13 ± 0,02	0,20 ± 0,03	0,23 ± 0,09	0,14 ± 0,07
26	1496	Viridifloreno	IK ^a CG-EM	*	0,24 ± 0,04	0,30 ± 0,12	0,27 ± 0,11
27	1538	α-cadineno	IK ^a CG-EM	*	0,09 ± 0,01	0,19 ± 0,08	0,17 ± 0,08
28	1583	Óxido de cariofileno	IK ^a CG-EM	0,56 ± 0,15	1,12 ± 0,12	1,07 ± 0,26	1,13 ± 0,29
Total (%)			IK ^a CG-EM	96,73	99,32	99,3	98,6

(a) Índice de Kovats determinado em coluna capilar DB-5 (ADAMS, 2007); (b) Substâncias listadas por ordem de eluição em coluna capilar Factor Four/VF-5ms.

Os cromatogramas apresentados na Figura 1B (Apêndice B) e as informações sumarizadas na Tabela 4 revelaram a presença de 22, 34, 31 e 33 picos e a identificação de 15, 27, 26 e 27 substâncias no óleo essencial das amostras *in natura* e naquelas secadas a 40, 50 e 60 °C, respectivamente. Esses valores demonstram que foi possível identificar, em cada cromatograma, 96,7%, 99,3%, 99,3%, e 98,6%, respectivamente, das substâncias presentes no óleo essencial. Os componentes majoritários foram os monoterpenos (93,2%, 93,6%, 63,6% e 93,2%), seguidos pelos sesquiterpenos (3,6%, 5,4%, 6,2% e 5,2%), respectivamente.

A composição química do óleo essencial de folhas de alecrim-pimenta *in natura*, bem como o percentual de cada substância presente (Tabela 4), diferem daqueles observados em outros trabalhos (Batista et al., 2010; Veras et al., 2012; Brito et al., 2015). Cumpre ressaltar que essa variação encontra-se documentada em vários estudos para diferentes espécies, uma vez que a biossíntese dos óleos essenciais sofre influência de diversos fatores bióticos e abióticos, como luminosidade, tipo de solo, temperatura, umidade, época de colheita, idade da planta e fatores pós-colheita como, por exemplo, os tratamentos de secagem (Gobbo-Neto e Lopes, 2007; Morais e Castanha, 2009; Morais, 2012; Paulus et al., 2013). Santos (2016), em seus estudos analisando o perfil fitoquímico de óleos essenciais de espécies da família mirtaceae verificou variação na composição química ao comparar folhas jovens com folhas maduras. Barros et al. (2009) relataram que as condições climáticas podem influenciar as atividades enzimáticas em *Lippia alba* e, conseqüentemente, interferir na biossíntese de determinados metabólitos secundários, incluindo compostos terpênicos.

Dentre os monoterpenos encontrados no óleo estudado, observaram-se os seguintes componentes principais nas folhas *in natura* e para todas as condições de secagem: mirceno (2,03%, 4,18%, 3,70%, 1,87%), p-cimeno (5,13%, 11,53%, 9,51%, 4,55%), γ -terpineno (1,49%, 3,00%, 3,15%, 1,46%) e carvacrol (70,81%, 68,59%, 69,90%, 81,65%). Dentre os sesquiterpenos, o composto majoritário encontrado foi o e-cariofileno (2,51%, 3,43%, 4,03%, 3,26%). Nostro e Papalia (2012) afirmaram que o carvacrol 2-metil-5-(1-metiletil)-fenol, e seu isômero timol 5-metil-2-(1-metiletil) fenol, além de ser encontrados em muitas plantas aromáticas, são monoterpenos biossintetizados a partir do γ -terpineno e do p-cimeno.

Quanto aos valores encontrados para o carvacrol, é provável que no mesmo pico encontre-se também o timol. Suspeita-se que as condições experimentais utilizadas não permitiram a separação desses dois isômeros (timol e carvacrol). De acordo com a literatura, o timol é, na maioria das vezes, o componente majoritário do óleo essencial de alecrim-pimenta. Costa et al. (2005) avaliaram o perfil cromatográfico da *Lippia sidoides* e o timol foi o constituinte de maior concentração (43,5%) enquanto o carvacrol apresentou-se em uma concentração significativamente inferior (4,3%). Fontenelle et al. (2007) avaliaram a composição química do óleo essencial de *L. sidoides* e encontraram como principais constituintes o timol (59,65%), o e-cariofileno (10,60%), p-cimeno (9,08%) e o mirceno (5,43%). Batista et al. (2010) avaliaram a composição química do óleo essencial de *L. sidoides* em função do espaçamento de cultivo, na Amazônia, e encontraram o timol como composto majoritário (56,7%). Veras et al. (2012), ao estudarem a atividade antibiótica dos compostos químicos da *L. sidoides*, encontraram como principais componentes o timol (84,9%), etil-metil-carvacrol (5,33%) e p-cimeno (3,01%). Brito et al. (2015) avaliaram a atividade antifúngica e a composição fitoquímica do óleo essencial de folhas de *L. sidoides* e observaram que o timol foi o constituinte majoritário (84,95%), sendo o carvacrol o composto minoritário (0,41%). Observaram, também, a presença de p-cimeno (5,33%), 1,8 cineol (1,68%), γ -terpineno (1,31%) e β -cariofileno (1,17%). Marco et al. (2012), ao avaliarem a composição química e a atividade alelopática em *L. sidoides*, identificaram o timol como componente majoritário, 84,9%, do total de 97,8% de substâncias identificadas no óleo essencial dessa espécie.

No entanto, Lima et al. (2011) encontraram o carvacrol como constituinte majoritário, 31,68%, de um total de 92,53% de constituintes identificados no óleo essencial em folhas de plantas de alecrim-pimenta cultivadas no Sul de Minas Gerais. Os demais componentes encontrados foram o p-cimeno (19,58%), 1,8-cineol (9,26%), γ -terpineno (9,21%) e sabinene (5,26%). Em menores teores foram encontrados timol-metil-éter (2,92%), timol (2,30%) e mirceno (1,97%) dentre outros. Guimarães et al. (2014) também estudaram a composição química de *L. sidoides* e encontraram como constituintes majoritários o carvacrol (26,44%) e o 1,8-cineol (22,63%).

Apresentam-se, na Figura 13, as estruturas químicas das principais substâncias encontradas no óleo essencial de alecrim-pimenta *in natura* e secadas

a 40, 50 e 60 °C. Os respectivos Índices de Kovats (IK), tempos de retenção e Índices de Retenção Linear IRL_{cal} encontram-se na Tabela 5. Os espectros de massa encontram-se na Figura 2B (Apêndice B). A identificação dos picos foi feita utilizando-se o IRL_{cal} com padrões de hidrocarbonetos de C8 a C20, o IK foi calculado para cada constituinte (Tabela 5) e comparado com o valor tabelado. A fragmentação dos espectros de massa Figura 2B (Apêndice B) foi comparada com o banco de dados da biblioteca do equipamento (Adams, 2007).

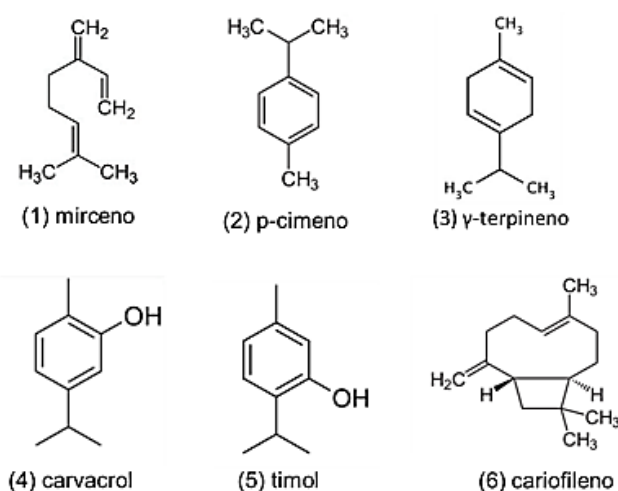


Figura 13. Estrutura química dos componentes de maior proporção relativa (%) encontrados no óleo essencial extraído de folhas de alecrim-pimenta.

Tabela 5. Constituintes químicos majoritários encontrados no óleo essencial de folhas de alecrim-pimenta *in natura* e secadas a 40, 50 e 60 °C, com seus respectivos Índices de Kovats tabelados (IK_{tab}), Tempo de Retenção (TR) e Índice de Retenção Linear calculado (IRL_{cal})

Constituintes Majoritários	$IK_{(tab)}$	Temperatura de secagem (°C)							
		<i>In natura</i>		40 °C		50 °C		60 °C	
		TR	IRL_{cal}	TR	IRL_{cal}	TR	IRL_{cal}	TR	IRL_{cal}
Mirceno	990	9,657	995	10,205	997	10,02	992	10,18	997
p-cimeno	1024	10,703	1031	11,669	1031	11,461	1027	11,67	1031
γ-terpineno	1059	11,224	1064	13,108	1064	12,907	1060	13,09	1064
Carvacrol	1299	12,535	1325	24,441	1308	24,189	1303	25,01	1323
E-cariofileno	1419	13,089	1435	29,929	1431	29,705	1426	30,00	1433

Apresenta-se, na Tabela 3A (Apêndice A), o resumo da ANOVA referente aos efeitos simples dos fatores repetição, composto químico, temperatura de secagem, e para a interação entre composto químico e temperatura de secagem, sobre a proporção relativa (%) de cada um dos cinco principais constituintes do óleo essencial contido em folhas do alecrim-pimenta. Observa-se que todos os fatores analisados, bem como a interação entre o composto químico e a temperatura de secagem, apresentaram efeito significativo pelo teste F, em 5% de probabilidade, a proporção relativa (%) dos constituintes. O valor do coeficiente de variação dos fatores, CV (%), foi de 3,4%, evidenciando que houve eficiência no processo de coleta de dados (Gomes, 1978).

Em seguida, foram feitos os desdobramentos dos valores de percentual relativo, dados pela relação entre a área do pico de cada substância e a área total, sendo as médias comparadas pelo teste de Tukey ($p < 0,05$). Na Tabela 6 estão representados os valores médios do percentual dos principais constituintes químicos presentes no óleo essencial de folhas de alecrim-pimenta secadas a 40, 50 e 60 °C, assim como para o material *in natura*. Além dessas informações, também são apresentados os respectivos resultados das análises estatísticas de comparação das médias.

Tabela 6. Valores médios da proporção relativa (%) dos principais constituintes do óleo essencial das folhas de alecrim-pimenta para três níveis de temperatura de secagem, 40, 50 e 60 °C, empregando-se um único nível de velocidade do ar de secagem, 0,5 m s⁻¹, e os correspondentes valores para o produto *in natura*

Temperatura de secagem (°C)	Proporção relativa (%)				
	Mirceno	p-cimeno	γ-terpineno	Carvacrol	E-cariofileno
<i>in natura</i>	2,03 b	5,14 c	1,49 b	70,81 b	2,51 c
40	4,18 a	11,50 a	3,00 a	68,59 b	3,43 b
50	4,70 a	9,80 b	3,82 a	69,89 b	4,03 a
60	1,87 b	4,59 c	1,46 b	81,65 a	4,36 a

Médias seguidas pela mesma letra minúscula na coluna não diferem estatisticamente entre si pelo teste de Tukey em 5% de probabilidade

Observa-se, na Tabela 6, que à exceção do carvacrol, houve aumento significativo, em relação ao valor obtido para o produto *in natura*, na proporção relativa (%) dos principais constituintes do óleo essencial de *L. sidoides* quando as folhas foram secadas a 40 e 50 °C. A secagem a 60 °C, em geral, atuou no sentido de diminuir o teor dos componentes químicos minoritários do óleo essencial quando comparada à secagem a 40 e 50 °C. Para a composição majoritária, carvacrol, a secagem a 60 °C foi o tratamento que resultou em maior proporção relativa (%). No entanto, Rocha et al. (2012), ao avaliarem a influência de diferentes temperaturas de secagem (30 a 70 °C) na constituição química do óleo essencial de tomilho, constataram que apenas a concentração dos componentes minoritários β -mirceno e γ -terpineno, secados a 50 °C, foi significativamente maior do que o observado na planta *in natura*. A concentração do componente majoritário presente no óleo essencial de tomilho, timol, não foi influenciada pela temperatura de secagem.

O aumento, em relação ao produto *in natura*, tanto na proporção relativa (%) do carvacrol, como na de e-cariofileno, no produto secado a 60 °C (Tabela 6) deve-se, provavelmente à volatilidade e à estrutura química dos constituintes da planta. Barbosa et al. (2006) e Rocha (2011) afirmam que as variações nas concentrações dos constituintes químicos presentes no óleo essencial de plantas medicinais, durante o processo de secagem, podem estar relacionadas aos processos de oxidação e redução ou ao rearranjo desses componentes. Encontram-se, na literatura, diversos relatos sobre o efeito da temperatura de secagem na concentração dos componentes dos óleos essenciais de diferentes plantas medicinais, aromáticas e condimentares, como, por exemplo, em *Lippia alba* (Barbosa et al., 2006), em *Eryngium foetidum* (Banout et al., 2010), em *Ruta chalepensis* (Mejri et al., 2010), em *Laurus nobilis* (Sellami et al., 2011), dentre outras.

Observa-se que se houve interesse na produção ou na utilização de algum dos componentes minoritários mirceno, p-cimeno, γ -terpineno ou e-cariofileno, as temperaturas de secagem mais indicadas são 40 e 50 °C. Todavia, se o interesse recair o carvacrol, deve-se secar as folhas de *L. sidoides* a 60 °C.

4.2.2 Identificação e quantificação dos fitoconstituintes do óleo essencial contido em folhas de alecrim-pimenta in natura e em amostras armazenadas por diferentes períodos de tempo

Apresentam-se, na Figura 2B (Apêndice B), os espectros de massa dos principais constituintes químicos encontrados no óleo essencial de folhas alecrim-pimenta secadas a 40, 50 e 60 °C e armazenadas por diferentes períodos de tempo: zero (imediatamente após a secagem), 1, 3 e 6 meses. Os picos destacados ao longo dos três cromatogramas Figura 3B (Apêndice B), referem-se aos mesmos compostos mostrados na Figura 2B (Apêndice B), ou seja, mirceno, p-cimeno, γ -terpineno, carvacrol e e-cariofileno. O intervalo de tempo de eluição foi de 5,0 a 40,0 min (40 °C), de 5,0 a 35,0 min (50 °C) e de 5,0 a 37,5 min (60 °C).

A constituição química do óleo essencial, para os tratamentos mencionados acima, bem como os respectivos Índices de Kovats (IK) encontram-se nas Tabelas 7 a 9, para secagem a 40, 50 e 60 °C, respectivamente. Os valores mostrados referem-se à proporção entre a área obtida em cada pico do cromatograma e a área total dos picos no extrato.

Tabela 7. Perfil fitoquímico do óleo essencial de folhas de alecrim-pimenta, secadas a 40 °C, para amostras imediatamente após a secagem (tempo zero) e armazenadas por 1, 3 e 6 meses, obtido por cromatografia a gás e espectrômetro de massas (CG-EM) e cromatografia a gás com detector de ionização em chama (CG-DIC). Os valores representam as médias e desvios padrão, em triplicata, das proporções relativas (%) das substâncias, obtidas por meio da comparação das áreas dos picos obtidos no cromatograma com aqueles obtidos com o padrão externo

N°	IK ^(a)	Substâncias ^(b)	Identificação		% em área ± dp			
					Período de armazenamento (meses)			
					0	1	3	6
1	855	Hexanal (2E)	IK	CG-EM	0,40 ± 0,03	0,24 ± 0,28	0,24 ± 0,08	*
2	930	α-tujeno	IK	CG-EM	1,01 ± 0,24	0,73 ± 0,85	0,30 ± 0,08	0,44 ± 0,25
3	939	α-pineno	IK	CG-EM	0,40 ± 0,05	0,28 ± 0,33	0,01 ± 0,01	0,18 ± 0,09
4	960	Thuja-2,4 (10) diene	IK	CG-EM	*	*	0,01 ± 0,00	*
5	979	β-pineno	IK	CG-EM	0,60 ± 0,11	0,36 ± 0,40	0,39 ± 0,14	0,24 ± 0,07
6	990	Mirceno	IK	CG-EM	4,18 ± 0,61	1,01 ± 0,65	3,25 ± 0,64	2,14 ± 0,71
7	1002	α-felandreno	IK	CG-EM	0,06 ± 0,02	0,05 ± 0,05	*	0,03 ± 0,02
8	1011	α-3-carene	IK	CG-EM	0,16 ± 0,05	0,12 ± 0,14	0,05 ± 0,01	*
9	1017	α-terpineno	IK	CG-EM	0,99 ± 0,19	0,65 ± 0,73	0,13 ± 0,03	0,53 ± 0,19
10	1024	p-cimeno	IK	CG-EM	11,53 ± 0,54	2,52 ± 1,53	7,49 ± 0,55	5,18 ± 0,81
11	1029	Limoneno	IK	CG-EM	0,40 ± 0,15	0,31 ± 0,28	7,49 ± 0,55	0,25 ± 0,15
12	1037	β-ocimeno (Z)	IK	CG-EM	0,12 ± 0,03	0,07 ± 0,09	0,29 ± 0,08	0,06 ± 0,03
13	1050	β-ocimeno (E)	IK	CG-EM	0,16 ± 0,04	0,10 ± 0,12	0,09 ± 0,02	0,09 ± 0,02
14	1059	γ-terpineno	IK	CG-EM	3,00 ± 0,42	1,87 ± 2,03	2,29 ± 0,44	1,64 ± 0,36
15	1070	Cis-sabineno hidrato	IK	CG-EM	0,28 ± 0,13	0,19 ± 0,26	*	0,16 ± 0,04
16	1088	Terpinoleno	IK	CG-EM	0,16 ± 0,04	0,11 ± 0,13	0,12 ± 0,04	0,08 ± 0,04
17	1092	6,7-epoximirceno	IK	CG-EM	0,21 ± 0,10	0,16 ± 0,24	0,34 ± 0,13	0,07 ± 0,05

(a) Índice de Kovats (IK) determinado em coluna capilar DB-5 (Adams, 2007); (b) Substâncias listadas por ordem de eluição em coluna capilar Factor Four/VF-5 ms

Tabela 7. Continuação

N°	IK ^(a)	Substâncias ^(b)	Identificação		% em área ± dp			
					Período de armazenamento (meses)			
					0	1	3	6
18	1096	Linalol	IK	CG-EM	0,62 ± 0,09	0,42 ± 0,50	0,12 ± 0,01	0,25 ± 0,03
19	1177	Terpineno-4-ol	IK	CG-EM	0,45 ± 0,21	0,27 ± 0,41	0,24 ± 0,12	0,17 ± 0,08
20	1235	Timol, metil eter	IK	CG-EM	0,68 ± 0,21	0,32 ± 0,33	0,33 ± 0,12	0,28 ± 0,05
21	1299	Carvacrol	IK	CG-EM	68,59 ± 1,00	79,75 ± 1,38	79,28 ± 0,81	79,36 ± 0,94
22	1375	α-ylangeno	IK	CG-EM	0,13 ± 0,03	0,11 ± 0,10	*	0,08 ± 0,00
23	1419	Cariofileno (E)	IK	CG-EM	3,43 ± 0,56	1,27 ± 0,47	3,03 ± 0,99	2,30 ± 0,23
24	1441	Aromadendreno	IK	CG-EM	0,14 ± 0,05	0,09 ± 0,11	0,13 ± 0,04	0,13 ± 0,04
25	1454	α-humuleno	IK	CG-EM	0,20 ± 0,03	0,18 ± 0,17	0,16 ± 0,05	0,13 ± 0,01
26	1496	Viridifloreno	IK	CG-EM	0,24 ± 0,04	0,15 ± 0,15	0,22 ± 0,06	0,15 ± 0,01
27	1538	α-Cadineno	IK	CG-EM	0,09 ± 0,01	*	*	0,10 ± 0,01
28	1583	Óxido de cariofileno	IK	CG-EM	1,12 ± 0,12	0,40 ± 0,14	0,80 ± 0,09	0,84 ± 0,10
		Total (%)	IK	CG-EM	99,32	91,2	98,71	95,37

(a) Índice de Kovats (IK) determinado em coluna capilar DB-5 (Adams, 2007); (b) Substâncias listadas por ordem de eluição em coluna capilar Factor Four/VF-5 ms

Tabela 8. Perfil fitoquímico do óleo essencial de folhas de alecrim-pimenta, secadas a 50 °C, para amostras imediatamente após a secagem (tempo zero) e armazenadas por 1, 3 e 6 meses, obtido por cromatografia a gás e espectrômetro de massas (CG-EM) e cromatografia a gás com detector de ionização em chama (CG-DIC). Os valores representam as médias e desvios padrão, em triplicata, das proporções relativas (%) das substâncias, obtidas por meio da comparação das áreas dos picos obtidos no cromatograma com aqueles obtidos com o padrão externo

N°	IK ^(a)	Substâncias ^(b)	Identificação		% em área ± dp			
					Período de armazenamento (meses)			
					0	1	3	6
1	855	Hexanal (2E)	IK	CG-EM	0,16 ± 0,04	0,12 ± 0,01	0,13 ± 0,02	0,13 ± 0,03
2	930	α-tujeno	IK	CG-EM	0,80 ± 0,36	0,56 ± 0,16	0,70 ± 0,18	0,57 ± 0,09
3	939	α-pineno	IK	CG-EM	0,29 ± 0,14	0,23 ± 0,05	0,26 ± 0,08	0,24 ± 0,04
4	979	β-pineno	IK	CG-EM	*	0,34 ± 0,07	0,33 ± 0,06	0,33 ± 0,07
5	990	Mirceno	IK	CG-EM	3,70 ± 1,74	2,23 ± 0,58	2,90 ± 0,55	2,61 ± 0,29
6	1002	α-felandreno	IK	CG-EM	0,05 ± 0,02	0,04 ± 0,01	0,05 ± 0,01	0,04 ± 0,00
7	1011	α-3-carene	IK	CG-EM	0,14 ± 0,06	0,10 ± 0,02	0,12 ± 0,03	0,11 ± 0,02
8	1017	α-terpineno	IK	CG-EM	0,91 ± 0,44	0,54 ± 0,14	0,72 ± 0,15	0,66 ± 0,08
9	1024	p-cimeno	IK	CG-EM	9,04 ± 4,46	5,24 ± 0,73	7,05 ± 1,27	6,70 ± 0,73
10	1029	limoneno	IK	CG-EM	0,35 ± 0,10	0,24 ± 0,10	0,33 ± 0,14	0,34 ± 0,05
11	1037	β-ocimeno (Z)	IK	CG-EM	0,13 ± 0,07	0,07 ± 0,02	0,08 ± 0,03	0,08 ± 0,01
12	1050	β-ocimeno (E)	IK	CG-EM	0,17 ± 0,09	0,10 ± 0,02	0,12 ± 0,01	*
13	1059	γ-terpineno	IK	CG-EM	3,15 ± 1,56	1,76 ± 0,31	2,22 ± 0,34	0,11 ± 0,02
14	1070	Cis-Sabineno hidrato	IK	CG-EM	0,28 ± 0,08	0,24 ± 0,01	0,24 ± 0,02	2,06 ± 0,22
15	1088	terpinoleno	IK	CG-EM	0,15 ± 0,06	0,08 ± 0,03	0,11 ± 0,03	0,23 ± 0,04
16	1092	6,7-Epoximirceno	IK	CG-EM	0,18 ± 0,07	0,11 ± 0,04	0,13 ± 0,04	0,11 ± 0,02
17	1096	Linalol	IK	CG-EM	0,63 ± 0,21	0,32 ± 0,08	0,32 ± 0,07	0,12 ± 0,04

(a) Índice de Kovats (IK) determinado em coluna capilar DB-5 (Adams, 2007); (b) Substâncias listadas por ordem de eluição em coluna capilar Factor Four/VF-5 ms

Tabela 8. (continuação)

N°	IK ^(a)	Substâncias ^(b)	Identificação		% em área ± dp			
					Período de armazenamento (meses)			
					0	1	3	6
18	1177	Terpineno-4-ol	IK	CG-EM	0,83 ± 0,55	0,15 ± 0,07	0,47 ± 0,01	0,14 ± 0,02
19	1235	Timol, metil eter	IK	CG-EM	0,54 ± 0,23	0,29 ± 0,07	0,29 ± 0,03	0,28 ± 0,02
20	1299	Carvacrol	IK	CG-EM	69,90 ± 0,13	80,97 ± 1,51	78,81 ± 1,35	80,09 ± 1,51
21	1375	α-ylangeno	IK	CG-EM	0,16 ± 0,06	0,11 ± 0,04	0,10 ± 0,01	0,09 ± 0,01
22	1419	Cariofileno (E)	IK	CG-EM	4,03 ± 1,64	3,14 ± 0,54	2,48 ± 0,28	2,47 ± 0,10
23	1441	Aromadendreno	IK	CG-EM	0,22 ± 0,10	0,18 ± 0,02	0,13 ± 0,05	0,13 ± 0,01
24	1454	α-humuleno	IK	CG-EM	0,23 ± 0,09	0,18 ± 0,05	0,15 ± 0,02	0,10 ± 0,06
25	1496	Viridifloreno	IK	CG-EM	0,30 ± 0,12	0,23 ± 0,10	0,17 ± 0,03	0,14 ± 0,05
26	1538	α-cadineno	IK	CG-EM	0,19 ± 0,08	0,14 ± 0,07	0,11 ± 0,02	0,09 ± 0,04
27	1583	Óxido de cariofileno	IK	CG-EM	1,07 ± 0,26	1,08 ± 0,40	0,72 ± 0,14	0,83 ± 0,13
Total (%)			IK	CG-EM	99,23	99,06	66,38	98,81

(a) Índice de Kovats (IK) determinado em coluna capilar DB-5 (Adams, 2007); (b) Substâncias listadas por ordem de eluição em coluna capilar Factor Four/VF-5 ms

Tabela 9. Perfil fitoquímico do óleo essencial de folhas de alecrim-pimenta, secadas a 60 °C, para amostras imediatamente após a secagem (tempo zero) e armazenadas por 1, 3 e 6 meses, obtido por cromatografia a gás e espectrômetro de massas (CG-EM) e cromatografia a gás com detector de ionização em chama (CG-DIC). Os valores representam as médias e desvios padrão, em triplicata, das proporções relativas (%) das substâncias, obtidas por meio da comparação das áreas dos picos obtidos no cromatograma com aqueles obtidos com o padrão externo

N°	IK ^(a)	Substâncias ^(b)	Identificação	% em área ± dp			
				Período de armazenamento (meses)			
				0	1	3	6
1	855	Hexanal (2E)	IK CG-EM	0,08 ± 0,03	0,06 ± 0,02	0,07 ± 0,01	0,08 ± 0,01
2	930	α-tujeno	IK CG-EM	0,52 ± 0,02	0,48 ± 0,12	0,58 ± 0,15	0,57 ± 0,05
3	939	α-pineno	IK CG-EM	0,25 ± 0,06	0,16 ± 0,05	0,23 ± 0,05	0,24 ± 0,01
4	979	β-pineno	IK CG-EM	0,34 ± 0,02	0,28 ± 0,02	0,31 ± 0,01	0,29 ± 0,02
5	990	Mirceno	IK CG-EM	1,87 ± 0,16	2,10 ± 0,28	2,55 ± 0,34	2,47 ± 0,14
6	1002	α-felandreno	IK CG-EM	0,03 ± 0,01	0,03 ± 0,01	0,04 ± 0,01	0,04 ± 0,01
7	1011	α-3-carene	IK CG-EM	0,08 ± 0,01	0,08 ± 0,01	0,10 ± 0,03	0,09 ± 0,01
8	1017	α-terpineno	IK CG-EM	0,41 ± 0,04	0,50 ± 0,07	0,60 ± 0,11	0,62 ± 0,03
9	1024	p-cimeno	IK CG-EM	4,59 ± 0,60	5,19 ± 0,64	6,28 ± 0,79	5,93 ± 0,72
10	1029	limoneno	IK CG-EM	0,30 ± 0,12	0,31 ± 0,06	0,43 ± 0,12	0,36 ± 0,06
11	1037	β-ocimeno (Z)	IK CG-EM	0,06 ± 0,02	0,07 ± 0,01	0,07 ± 0,03	0,08 ± 0,01
12	1050	β-ocimeno (E)	IK CG-EM	0,07 ± 0,01	0,10 ± 0,01	0,10 ± 0,02	0,11 ± 0,00
13	1059	γ-terpineno	IK CG-EM	1,46 ± 0,09	1,77 ± 0,22	1,91 ± 0,26	2,04 ± 0,09
14	1070	Cis-Sabineno hidrato	IK CG-EM	0,24 ± 0,10	0,26 ± 0,02	0,26 ± 0,00	0,24 ± 0,01
15	1088	terpinoleno	IK CG-EM	0,07 ± 0,02	0,08 ± 0,01	0,10 ± 0,02	0,09 ± 0,02
16	1092	6,7-Epoximirceno	IK CG-EM	0,14 ± 0,08	0,14 ± 0,00	0,13 ± 0,04	0,10 ± 0,05
17	1096	Linalol	IK CG-EM	0,53 ± 0,19	0,33 ± 0,04	0,38 ± 0,06	0,35 ± 0,04
18	1177	Terpineno-4-ol	IK CG-EM	0,24 ± 0,11	0,16 ± 0,03	0,47 ± 0,04	0,44 ± 0,02

(a) Índice de Kovats (IK) determinado em coluna capilar DB-5 (Adams, 2007); (b) Substâncias listadas por ordem de eluição em coluna capilar Factor Four/VF-5 ms

Tabela 9. Continuação

N°	IK ^(a)	Substâncias ^(b)	Identificação		% em área ± dp			
					Período de armazenamento (meses)			
					0	1	3	6
19	1235	Timol, metil eter	IK	CG-EM	0,37 ± 0,04	0,27 ± 0,01	0,29 ± 0,03	0,29 ± 0,02
20	1299	Carvacrol	IK	CG-EM	81,65 ± 0,92	82,51 ± 1,44	80,30 ± 1,28	80,58 ± 1,11
21	1375	α-ylangeno	IK	CG-EM	0,12 ± 0,03	0,11 ± 0,01	0,13 ± 0,03	0,04 ± 0,01
22	1419	Cariofileno (E)	IK	CG-EM	3,26 ± 0,95	2,76 ± 0,11	2,59 ± 0,09	2,63 ± 0,31
23	1441	Aromadendreno	IK	CG-EM	0,20 ± 0,08	0,18 ± 0,02	0,17 ± 0,04	0,20 ± 0,03
24	1454	α-humuleno	IK	CG-EM	0,14 ± 0,07	0,19 ± 0,02	0,17 ± 0,00	0,16 ± 0,01
25	1496	Viridifloreno	IK	CG-EM	0,27 ± 0,11	0,43 ± 0,09	0,19 ± 0,07	0,19 ± 0,02
26	1538	α-cadineno	IK	CG-EM	0,17 ± 0,08	0,12 ± 0,03	0,14 ± 0,02	0,11 ± 0,01
27	1583	Óxido de cariofileno	IK	CG-EM	1,13 ± 0,29	0,77 ± 0,12	0,84 ± 0,17	0,78 ± 0,15
Total (%)			IK	CG-EM	98,6	98,68	99,41	99,1

(a) Índice de Kovats (IK) determinado em coluna capilar DB-5 (Adams, 2007); (b) Substâncias listadas por ordem de eluição em coluna capilar Factor Four/VF-5 ms

O perfil fitoquímico apresentado nas Tabelas 7 a 9 evidenciam que houve variação na composição química em função dos diferentes períodos de armazenamento. Este comportamento mostra que a espécie vegetal estudada responde de forma diferente aos períodos de armazenamento em que ocorrem processos de oxidação, redução ou o rearranjo dos componentes. Vários autores relataram variações na composição química de amostras secas de plantas medicinais ao longo do armazenamento (Stafford et al., 2005; Liu e Murphy, 2007; Rocha, 2011). Soares e Dias (2013) relataram que a composição química de óleos essenciais de *Lippia spp.* é determinada por fatores genéticos além de outros fatores que podem acarretar alterações significativas na produção dos metabólitos secundários, como por exemplo a colheita e os procedimentos de pós-colheita.

Apresenta-se, na Tabela 4A (Apêndice A), a análise de variância da proporção relativa (%) dos cinco principais componentes químicos do óleo essencial de alecrim-pimenta, em função da temperatura de secagem (40, 50 e 60 °C), do período de armazenamento (0, 1, 3 e 6 meses), e suas interações, empregando-se um único nível de velocidade do ar de secagem, 0,5 m s⁻¹. A análise foi realizada com os valores percentuais proporcionais da área obtidos em três repetições. Nota-se que, todos os fatores estudados foram significativos pelo teste F em 5% de probabilidade. Portanto, procedeu-se ao desdobramento da análise, por meio dos testes de comparação de médias pelo teste de Tukey (p < 0,05), para os fatores período de armazenamento e percentual dos componentes químicos.

Nas Tabelas 10 a 12 estão representados os valores médios do percentual proporcional (%) da área dos principais constituintes químicos presentes no óleo essencial de folhas de alecrim-pimenta em função do período de armazenamento (0, 1, 3 e 6 meses), para amostras secadas a 40, 50 e 60 °C, respectivamente.

Os valores mostrados nas Tabelas 10 a 12 indicam que houve diminuição, em relação aos valores obtidos no tempo zero, no percentual dos componentes minoritários para todos os períodos de armazenamento apenas na secagem a 40 e 50 °C. No entanto, não houve comportamento uniformemente crescente ou decrescente quanto à aproporção relativa (%) destes compostos em função do período de armazenamento, para uma mesma temperatura de secagem. A 60 °C, apenas o percentual de e-cariofileno diminuiu indistintamente em função do período de armazenamento. Para o composto majoritário, carvacrol, o armazenamento, praticamente independente da duração, resultou em aumento na proporção relativa

(%), para amostras secadas a 40 e 50 °C. Visto que o interesse comercial e terapêutico geralmente recai sobre os componentes majoritários da planta medicinal, é possível afirmar apenas que os maiores percentuais ocorreram quando o produto foi armazenado entre 1 e 6 meses, notadamente para amostras secadas a 40 e 50 °C.

Tabela 10 Valores médios do percentual relativo (%) dos principais constituintes do óleo essencial das folhas de alecrim-pimenta em função do período de armazenamento (0, 1, 3 e 6 meses), para amostras secadas a 40 °C, empregando-se velocidade do ar de secagem, 0,5 m s⁻¹

Período de armazenamento (meses)	Proporção relativa (%)				
	Mirceno	p-cimeno	γ-terpineno	Carvacrol	e-cariofileno
0	4,18 a	11,53 a	3,00 a	68,59 b	3,43 a
1	1,02 d	2,56 d	1,87 c	79,74 a	1,29 b
3	3,25 b	7,49 b	2,29 b	79,25 a	3,03 a
6	2,14 c	5,18 c	1,64 c	79,36 a	2,30 ab

Médias seguidas pela mesma letra minúscula na coluna não diferem estatisticamente entre si pelo teste de Tukey em 5% de probabilidade ($p < 0,05$)

Tabela 11 Valores médios do percentual dos principais constituintes do óleo essencial das folhas de alecrim-pimenta em função do período de armazenamento (0, 1, 3 e 6 meses), para amostras secadas a 50 °C, empregando-se velocidade do ar de secagem, 0,5 m s⁻¹

Período de armazenamento (meses)	Proporção relativa (%)				
	Mirceno	p-cimeno	γ-terpineno	Carvacrol	e-cariofileno
0	4,70 a	9,81 a	3,82 a	69,89 c	4,03 a
1	2,23 b	5,24 c	1,76 b	80,97 a	3,14 ab
3	2,90 b	7,05 b	2,22 b	78,81 b	2,48 b
6	2,61 b	6,70 b	0,11 c	80,09 ab	2,47 b

Médias seguidas pela mesma letra minúscula na coluna não diferem estatisticamente entre si pelo teste de Tukey em 5% de probabilidade ($p < 0,05$)

Tabela 12. Valores médios do percentual dos principais constituintes do óleo essencial das folhas de alecrim-pimenta em função do período de armazenamento (0, 1, 3 e 6 meses), para amostras secadas a 60 °C, empregando-se velocidade do ar de secagem, 0,5 m s⁻¹

Período de armazenamento (meses)	Proporção relativa (%)				
	Mirceno	p-cimeno	γ-terpineno	Carvacrol	e-cariofileno
0	1,87 a	4,59 b	1,46 a	81,65 ab	4,36 a
1	2,10 a	5,19 ab	1,77 a	82,51 a	2,76 b
3	2,55 a	6,28 a	1,91 a	80,30 b	2,59 b
6	2,47 a	5,93 ab	1,46 a	80,58 b	2,63 b

Médias seguidas pela mesma letra minúscula na coluna não diferem estatisticamente entre si pelo teste de Tukey em 5% de probabilidade ($p < 0,05$)

4.2.3 Identificação e quantificação dos fitoconstituintes do óleo essencial contido em rizomas de gengibre *in natura* e em amostras secadas em diferentes temperaturas

Na Figura 4B (Apêndice B), estão representados os cromatogramas do óleo essencial de rizomas de gengibre, extraído pelo método de hidrodestilação, para amostras *in natura* e submetidas à secagem a 40, 50 e 60 °C. Os maiores picos ao longo dos quatro cromatogramas referem-se aos compostos canfeno (A), β-felandreno (B), 1,8-cineol (C), neral (D), geraniol (E), geranial (F), acetato de geranila (G) e α-zingibereno (H), que se encontram presentes nas amostras provenientes dos tratamentos. A constituição química mais abrangente do óleo essencial, para os mesmos tratamentos mencionados anteriormente, e os respectivos Índices de Kovats (IK) encontram-se na Tabela 13. Os valores mostrados referem-se à proporção entre a área obtida em cada pico do cromatograma e a área total dos picos no extrato.

Tabela 13. Perfil fitoquímico do óleo essencial de rizomas de gengibre *in natura* e submetidos à secagem a 40, 50 e 60 °C, obtido por cromatografia a gás e espectrômetro de massas (CG-EM) e cromatografia a gás com detector de ionização em chama (CG-DIC). Os valores representam as médias e desvios padrão, em triplicata, das proporções relativas (%) das substâncias, obtidas por meio da comparação das áreas dos picos obtidos no cromatograma com aqueles obtidos com o padrão externo

N°	IK ^(a)	Substâncias ^(b)	Identificação	% em área ± dp			
				<i>in natura</i>	Temperatura de secagem (°C)		
					40	50	60
1	892	2-heptanono	IK CG-EM	*	0,84 ± 0,07	0,55 ± 0,44	0,70 ± 0,20
2	926	Triciclono	IK CG-EM	*	0,16 ± 0,04	0,10 ± 0,08	0,13 ± 0,02
3	939	α-pineno	IK CG-EM	1,03 ± 1,08	3,11 ± 0,30	2,49 ± 0,06	2,34 ± 0,31
4	954	Canfeno	IK CG-EM	1,44 ± 0,53	10,90 ± 0,87	7,81 ± 0,06	7,72 ± 0,62
5	975	Sabineno	IK CG-EM	*	0,09 ± 0,01	0,06 ± 0,05	0,09 ± 0,02
6	979	β-pineno	IK CG-EM	*	0,48 ± 0,04	0,30 ± 0,23	0,40 ± 0,03
7	985	Hepteno-2 one<6 metil-5>	IK CG-EM	*	0,27 ± 0,11	0,12 ± 0,10	0,28 ± 0,13
8	990	Mirceno	IK CG-EM	1,20 ± 0,74	2,19 ± 0,25	1,47 ± 0,97	1,93 ± 0,28
9	1002	α-felandreno	IK CG-EM	*	0,43 ± 0,04	0,32 ± 0,24	0,45 ± 0,04
10	1029	β-felandreno	IK CG-EM	5,36 ± 0,62	3,41 ± 1,01	*	*
11	1031	1,8-cincole	IK CG-EM	0,62 ± 0,47	2,64 ± 0,54	11,34 ± 0,01	11,29 ± 1,21
12	1043	2-heptyl acetato	IK CG-EM	*	*	0,73 ± 0,56	0,52 ± 0,39
13	1088	Terpinoleno	IK CG-EM	0,15 ± 0,10	0,24 ± 0,03	0,21 ± 0,16	0,24 ± 0,07
14	1090	2-nonanone	IK CG-EM	0,13 ± 0,08	0,24 ± 0,05	0,18 ± 0,13	0,28 ± 0,08
15	1096	Linalol	IK CG-EM	1,11 ± 0,38	1,53 ± 0,12	1,34 ± 0,75	1,82 ± 0,04

(a) Índice de Kovats determinado em coluna capilar DB-5 (Adams, 2007); (b) Substâncias listadas por ordem de eluição em coluna capilar Factor Four/VF-5ms.

Tabela 13. Continuação

N°	IK ^(a)	Substâncias ^(b)	Identificação	% em área ± dp			
				<i>in natura</i>	Temperatura de secagem (°C)		
					40	50	60
16	1153	Citronelal	IK CG-EM	0,81 ± 0,25	1,34 ± 0,09	0,29 ± 0,17	0,65 ± 0,37
17	1164	Isocitrol (Z)	IK CG-EM	1,18 ± 0,50	1,97 ± 0,12	0,86 ± 0,34	1,25 ± 0,11
18	1177	Terpineno-4-ol	IK CG-EM	0,13 ± 0,08	0,20 ± 0,06	0,11 ± 0,06	0,20 ± 0,05
19	1180	Isocitrol (E)	IK CG-EM	0,25 ± 0,15	0,45 ± 0,11	0,18 ± 0,10	0,36 ± 0,05
20	1188	α-terpineol	IK CG-EM	1,01 ± 0,13	1,52 ± 0,04	1,02 ± 0,26	1,18 ± 0,16
21	1238	Neral	IK CG-EM	17,07 ± 1,41	18,64 ± 0,38	12,84 ± 0,19	*
22	1252	Geraniol	IK CG-EM	*	*	*	16,41 ± 3,43
23	1267	Geranial	IK CG-EM	29,10 ± 1,43	30,38 ± 0,30	29,30 ± 0,83	29,85 ± 1,24
24	1294	2-undcanona	IK CG-EM	1,43 ± 0,36	1,21 ± 0,24	0,68 ± 0,05	0,76 ± 0,02
25	1352	Acetato de citronela	IK CG-EM	*	*	1,31 ± 0,35	*
26	1381	Acetato de geranila	IK CG-EM	*	*	13,72 ± 0,70	10,76 ± 1,33
27	1480	ar-curcumeno	IK CG-EM	3,84 ± 1,72	1,61 ± 0,09	1,24 ± 0,35	0,85 ± 0,11
28	1493	α-zingibereno	IK CG-EM	9,98 ± 0,98	5,03 ± 0,36	3,47 ± 1,14	0,74 ± 0,78
29	1505	α-farneseno (E-E)	IK CG-EM	3,74 ± 1,20	2,13 ± 0,10	2,06 ± 0,84	1,29 ± 0,34
30	1522	β-sesquifelandreno	IK CG-EM	3,98 ± 1,73	1,95 ± 0,32	1,64 ± 0,74	1,08 ± 0,14
31	1549	Elemol	IK CG-EM	*	*	1,53 ± 1,38	0,78 ± 0,21

(a) Índice de Kovats determinado em coluna capilar DB-5 (Adams, 2007); (b) Substâncias listadas por ordem de eluição em coluna capilar Factor Four/VF-5ms.

Tabela 13. Continuação

N°	IK ^(a)	Substâncias ^(b)	Identificação	% em área ± dp			
				<i>in natura</i>	Temperatura de secagem (°C)		
					40	50	60
32	1561	Germacreno B	IK CG-EM	1,88 ± 1,04	0,79 ± 0,17	1,53 ± 1,38	0,78 ± 0,21
33	1563	E-nerolidol	IK CG-EM	1,58 ± 0,67	0,75 ± 0,07	0,94 ± 0,56	0,49 ± 0,05
34	1649	β-Eudesmol	IK CG-EM	3,46 ± 1,30	1,45 ± 0,08	0,79 ± 0,73	*
35	1684	2Z, 6Z-farnesal	IK CG-EM	1,64 ± 0,88	1,22 ± 0,27	*	*
Total			IK CG-EM	95,0%	96,5%	96,3%	94,8%

(a) Índice de Kovats determinado em coluna capilar DB-5 (Adams, 2007); (b) Substâncias listadas por ordem de eluição em coluna capilar Factor Four/VF-5ms.

Os cromatogramas apresentados na Figura 4B (Apêndice B) e as informações sumarizadas na Tabela 13 revelaram a presença de 36, 36, 49 e 48 picos e a identificação de 29, 30, 31, e 29 substâncias no óleo essencial das amostras *in natura* e naquelas secadas a 40, 50 e 60 °C, respectivamente. Esses valores demonstram que foi possível identificar, em cada cromatograma, 95,0%, 96,5%, 96,3%, e 94,8%, respectivamente, das substâncias presentes no óleo essencial de rizomas de gengibre. Os componentes majoritários foram os monoterpenos (64,9%, 82,2%, 69,6% e 78,8%), seguidos pelos sesquiterpenos (30,0%, 15,5%, 26,7% e 15,9%), respectivamente. Esses resultados diferem daqueles encontrados por López et al. (2017), que embora tenham identificado quantidades semelhantes de compostos químicos (28 compostos), observaram a predominância de sesquiterpenos (53,6%) no óleo essencial de gengibre e, em menor proporção, monoterpenos (21,9%).

Verifica-se, na Tabela 13, que houve variação na composição fitoquímica do óleo tanto na planta *in natura* quanto nos diferentes tratamentos de secagem. Ou seja, alguns compostos identificados no óleo proveniente de rizomas secos não foram encontrados no óleo dos rizomas *in natura*. Não houve nenhum componente identificado no produto *in natura* que não tenha sido detectado em pelo menos um dos tratamentos de secagem.

Os principais compostos químicos encontrados no óleo essencial presente nos rizomas e o respectivo valor ou intervalo de variação do percentual foram: canfeno (1,4% – 10,9%), β -felandreno (3,4% – 5,3%), 1,8-cineol (0,6% – 11,3%), neral (12,8% – 18,6%), geraniol (16,4%), geranial (26,6% – 32,1%), acetato de geranila (13,7%) e α -zingibereno (0,7% – 9,9%). Apresentam-se, na Figura 14, as estruturas químicas dos principais compostos encontrados no óleo essencial de rizomas de gengibre *in natura* e secados a 40, 50 e 60 °C. Dabague et al. (2011) também observaram a presença desses compostos no óleo essencial de gengibre, sendo também o geranial o composto majoritário (23,6% a 30,3%), seguido do neral (10,0% a 14,8%). No entanto, o componente majoritário obtido por Oliveira et al. (2019) ao estudarem a atividade antifúngica do óleo essencial de gengibre sobre fungos causadores de antracnose em cebolinha, foi o α -zingibereno (47,8%). O geranial e o neral não se encontravam entre os principais compostos identificados. A variação na composição e na proporção relativa (%) dos componentes presentes nos óleos essenciais obtidos de rizomas de gengibre pode ocorrer devido à

influência de diversos fatores bióticos e/ou abióticos, como as diferentes regiões de cultivo, aspectos genéticos, idade da planta, variações sazonais, condições físicas do material vegetal e os tratamentos pós-colheita de secagem e armazenamento (Soares e Dias, 2013; Paulus et al., 2013; López et al., 2017).

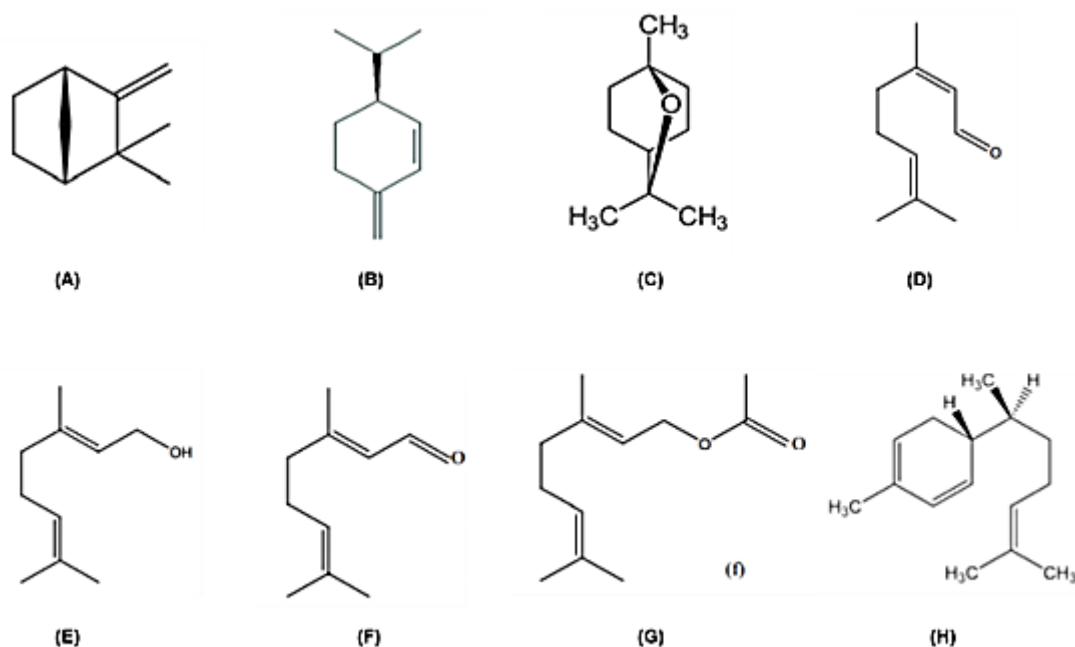


Figura 14. Estrutura química dos compostos químicos de maior proporção relativa (%) encontrados no óleo essencial extraído de rizomas de gengibre: (A) canfeno, (B) β-felandreno, (C) 1,8-cineol, (D) neral, (E) geraniol, (F) geranial, (G) acetato de geranila, (H) α-zingibereno.

Os Índices de Kovats (IK), tempos de retenção e Índices de Retenção Linear IRL_{cal} para os principais compostos encontrados, encontram-se na Tabela 14. Os espectros de massa encontram-se na Figura 5B (Apêndice B). A identificação dos picos foi feita utilizando-se o IRL_{cal} com padrões de hidrocarbonetos de C8 a C20, o IK foi calculado para cada constituinte (Tabela 13) e comparado com o valor tabelado. A fragmentação dos espectros de massa (Figura 5B, Apêndice B) foi comparada com o banco de dados da biblioteca do equipamento (Adams,2007).

Tabela 14 Constituintes químicos majoritários encontrados no óleo essencial de rizomas de gengibre *in natura* e secados a 40, 50 e 60 °C, com seus respectivos Índices de Kovats tabelados ($IK_{(tab)}$), Tempo de Retenção (TR) e Índice de Retenção Linear calculado (IRL_{cal})

Constituintes Majoritários	$IK_{(tab)}$	Temperatura de secagem (°C)							
		<i>In natura</i>		40 °C		50 °C		60 °C	
		TR	IRL_{cal}	TR	IRL_{cal}	TR	IRL_{cal}	TR	IRL_{cal}
Canfeno	939	8,459	948	8,633	953	8,480	949	8,752	956
β -felandreno	1029	11,606	1030	11,800	1034	*	*	*	*
1,8-cineol	1031	11,681	1032	11,881	1033	11,705	1032	11,980	1038
Neral	1238	21,525	1246	21,736	12,51	21,496	1246	*	*
Geraniol	1252	*	*	*	*	*	*	22,068	1258
Geranial	1267	23,052	1279	23,232	1283	23,787	1277	23,727	1293
Acetato de geranila	1381	*	*	*	*	28,070	1389	28,566	1400
α -zingibereno	1493	32,864	1498	33,048	1503	32,855	1498	33,325	1510

Apresenta-se, na Tabela 5A (Apêndice A), o resumo da ANOVA referente aos efeitos simples dos fatores repetição, composto químico, temperatura de secagem, e para a interação entre composto químico e temperatura de secagem, sobre a proporção relativa (%) de cada um dos oito principais constituintes do óleo essencial contido em rizomas de gengibre. Observa-se que todos os fatores analisados, bem como a interação entre o composto químico e a temperatura de secagem, apresentaram efeito significativo pelo teste F, em 5% de probabilidade, no percentual dos constituintes. O valor do coeficiente de variação dos fatores, CV(%), foi de 7%, evidenciando que houve eficiência no processo de coleta de dados (Gomes, 1978).

Como os efeitos das fontes de variação foram significativos, fizeram-se os desdobramentos dos valores de percentuais, dados pela relação entre a área do pico de cada substância e a área total, sendo as médias comparadas pelo teste de Tukey ($p < 0,05$). Na Tabela 15 estão representados os valores médios da proporção relativa (%) da área dos oito principais (aqueles com percentual acima de 5% em pelo menos um dos tratamentos) constituintes químicos presentes no óleo essencial de rizomas de gengibre secados a 40, 50 e 60 °C, assim como para o material *in natura*. Além dessas informações, também são apresentados os respectivos resultados das análises estatísticas de comparação das médias.

Na Tabela 15 é possível observar que não houve comportamento regular em relação ao aumento ou diminuição das proporções relativas (%) dos componentes majoritários e minoritários encontrados nas amostras submetidas à secagem, quando esses valores são comparados com o produto *in natura*. Em relação aos compostos minoritários, a conclusão é basicamente a mesma: a secagem provocou aumento nos percentuais de canfeno, de 1,8-cineol e de acetato de geranila. Houve diminuição nos percentuais de β -felandreno e de α -zingibereno. Quanto ao estabelecimento de uma relação funcional entre os valores de temperatura de secagem e percentual da substância, pode-se afirmar que houve efeito negativo para os compostos canfeno, neral (apenas de 40 para 50 °C), acetato de geranial (apenas de 50 para 60 °C) e α -zingibereno. O efeito foi positivo apenas para o 1,8-cineol, e mesmo assim, quando a temperatura aumentou de 40 °C para 50 ou 60 °C. A temperatura de secagem não teve qualquer efeito sobre o percentual do componente majoritário geranial.

Tabela 15. Valores médios da proporção relativa (%) dos principais constituintes do óleo essencial de rizomas de gengibre secados a 40, 50 e 60 °C, empregando-se um único nível de velocidade do ar de secagem, 0,5 m s⁻¹, e os correspondentes valores para o produto *in natura*

Temperatura (°C)	Proporção relativa (%)							
	Canfeno	β-felandreno	1,8-cineol	Neral	Geraniol	Geranial	Acetato de geranila	α-zingibereno
<i>in natura</i>	1,43 c	5,30 a	0,62 c	17,07 a	0,00 b	29,10 a	0,00 c	9,91 a
40	10,9 a	3,41 b	2,64 b	18,64 a	0,00 b	30,38 a	0,00 c	5,03 b
50	7,83 b	0,00 c	11,23 a	12,83 b	0,00 b	29,30 a	13,72 a	3,47 b
60	7,72 b	0,00 c	11,20 a	0,00 c	16,41 a	29,85 a	10,76 b	0,74 c

Médias seguidas pela mesma letra minúscula na coluna não diferem estatisticamente entre si pelo teste de Tukey em 5% de probabilidade

Esses resultados devem também ser analisados em função do tempo de secagem dos rizomas, que foi de 14, 10 e 8 h, para as temperaturas de 40, 50 e 60 °C. Sob esse aspecto, uma vez que a temperatura não teve efeito na Proporção relativa (%) de geranial, recomenda-se avaliar o gasto energético tanto na movimentação do ar de secagem quanto na energia consumida no aquecimento do ar, antes da indicação de determinada temperatura de secagem. Caso a secagem a 50 °C venha a ser a mais adequada, ressalta-se que foi a essa temperatura que se obteve o maior rendimento em óleo essencial (1,9%).

De qualquer forma, ressalta-se que a presença dos dois compostos majoritários no produto seco aumenta o valor comercial do óleo essencial dele obtido, tendo em vista sua potencial utilização pelas indústrias alimentícia e de cosméticos como matéria-prima na síntese de vitamina A e β -caroteno. Além disso, o geranial e o neral podem se converter em geraniol e nerol, respectivamente, compostos de alto valor de mercado devido ao fato de possuírem odor de rosa e de laranja (Dabague, 2008).

Dabague et al. (2011) estudaram o perfil fitoquímico do óleo essencial de rizomas de gengibre de várias procedências e observaram que o geranial e o neral foram os componentes majoritários em todas as amostras analisadas. O mesmo resultado foi observado por Menon et al. (2007) ao analisarem os efeitos do processamento do gengibre no *flavor* do produto final. Por outro lado, o α -zingibereno foi o composto majoritário nos trabalhos de Diemer (2016) e An et al. (2016), com concentrações de 24,2% e 22,7%, respectivamente. A concentração de geranial observada nesses dois últimos trabalhos foi de 15,7% e 14,5%.

Essas diferenças observadas anteriormente, tanto na concentração quanto na composição química do óleo essencial, normalmente se dão em função de diversos fatores tais como o local do plantio e o tipo de solo, estresse a que a planta foi submetida, período da colheita, métodos de extração e secagem e condições de armazenamento, dentre outros (Paulus et al. 2013; López et al., 2017). A síntese de compostos químicos em função da secagem ou o seu desaparecimento ou degradação (Tabelas 16 e 18) são reações também relatadas na secagem de diversas espécies medicinais, aromáticas e condimentares (Melo et al., 2004; Barbosa et al., 2006; Rocha, 2011). Deans e Svoboda (1992) também afirmam que a temperatura de secagem altera a composição química do óleo essencial de ervas

aromáticas como o alecrim e a manjerona, com ausência de monoterpenos quando secadas em temperaturas superiores a 40°C.

4.2.4 Identificação e quantificação dos fitoconstituintes do óleo essencial contido em rizomas de gengibre *in natura* e em amostras armazenadas por diferentes períodos de tempo

Apresentam-se, na Figura 5B (Apêndice B), os espectros de massa dos principais constituintes químicos encontrados no óleo essencial de rizomas de gengibre secados a 40, 50 e 60 °C e armazenados por diferentes períodos de tempo: zero (imediatamente após a secagem), 1, 3 e 6 meses. Os picos destacados ao longo dos três cromatogramas Figura 6B (Apêndice B) referem-se aos mesmos compostos mostrados na Figura 5B (Apêndice B), ou seja, canfeno, β -felandreno, 1,8-cineol, neral, geraniol, geranial, acetato de geranila e α -zingibereno.

A constituição química do óleo essencial, para os tratamentos mencionados acima, bem como os respectivos Índices de Kovats (IK) encontram-se nas Tabelas 16 a 18, para secagem a 40, 50 e 60 °C, respectivamente. Os valores mostrados referem-se à proporção entre a área obtida em cada pico do cromatograma e a área total dos picos no extrato.

Tabela 16. Perfil fitoquímico do óleo essencial de rizomas de gengibre, secados a 40 °C, para amostras imediatamente após a secagem (tempo zero) e armazenadas por 1, 3 e 6 meses, obtido por cromatografia a gás e espectrômetro de massas (CG-EM) e cromatografia a gás com detector de ionização em chama (CG-DIC). Os valores representam as médias e desvios padrão, em triplicata, das proporções relativas (%) das substâncias, obtidas por meio da comparação das áreas dos picos obtidos no cromatograma com aqueles obtidos com o padrão externo

N°	IK ^(a)	Substâncias ^(b)	Identificação	% em área ± dp			
				Período de armazenamento (meses)			
				0	1	3	6
1	892	2-heptanono	IK CG-EM	0,84 ± 0,07	0,04 ± 0,03	0,76 ± 0,36	0,89 ± 0,19
2	926	triciclono	IK CG-EM	0,16 ± 0,04	0,13 ± 0,06	0,14 ± 0,11	0,22 ± 0,04
3	939	α-pineno	IK CG-EM	3,11 ± 0,30	2,61 ± 1,03	3,51 ± 0,26	4,01 ± 0,62
4	954	canfeno	IK CG-EM	10,90 ± 0,87	10,66 ± 0,86	11,69 ± 0,88	13,46 ± 0,46
5	975	sabineno	IK CG-EM	0,09 ± 0,01	0,08 ± 0,05	0,05 ± 0,03	0,09 ± 0,01
6	979	β-pineno	IK CG-EM	0,48 ± 0,04	0,40 ± 0,17	0,37 ± 0,21	0,56 ± 0,08
7	985	hepteno-2 one<6 metil-5>	IK CG-EM	0,27 ± 0,11	0,19 ± 0,15	0,18 ± 0,09	0,25 ± 0,07
8	990	Mirceno	IK CG-EM	2,19 ± 0,25	1,71 ± 0,58	1,76 ± 0,68	2,64 ± 0,43
9	1002	α-felandreno	IK CG-EM	0,43 ± 0,04	0,37 ± 0,09	0,42 ± 0,18	0,51 ± 0,05
10	1029	β-felandreno	IK CG-EM	3,41 ± 1,01	*	0,04 ± 0,01	3,62 ± 1,49
11	1031	1,8-cincole	IK CG-EM	2,64 ± 0,54	16,50 ± 0,96	17,97 ± 1,26	1,74 ± 1,15
12	1043	2-heptyl acetato	IK CG-EM	*	*	*	*
13	1088	terpinoleno	IK CG-EM	0,24 ± 0,03	0,24 ± 0,04	0,22 ± 0,05	0,20 ± 0,01

(a) Índice de Kovats (IK) determinado em coluna capilar DB-5 (Adams, 2007); (b) Substâncias listadas por ordem de eluição em coluna capilar Factor Four/VF-5ms

Tabela 16. Continuação

N°	IK ^(a)	Substâncias ^(b)	Identificação	% em área ± dp			
				Período de armazenamento (meses)			
				0	1	3	6
14	1090	2-nonanone	IK CG-EM	0,24 ± 0,05	0,24 ± 0,04	0,22 ± 0,10	0,14 ± 0,05
15	1096	linalol	IK CG-EM	1,53 ± 0,12	1,53 ± 0,21	*	*
16	1153	citronelal	IK CG-EM	1,34 ± 0,09	1,12 ± 0,04	1,20 ± 0,14	1,21 ± 0,10
17	1164	isocitrol (Z)	IK CG-EM	1,97 ± 0,12	1,85 ± 0,05	*	1,93 ± 0,14
18	1177	terpineno-4-ol	IK CG-EM	0,20 ± 0,06	0,25 ± 0,07	*	0,19 ± 0,02
19	1180	isocitrol (E)	IK CG-EM	0,45 ± 0,11	0,38 ± 0,18	0,17 ± 0,05	0,71 ± 0,10
20	1188	α-terpineol	IK CG-EM	1,52 ± 0,04	1,40 ± 0,11	1,50 ± 0,17	1,61 ± 0,06
21	1238	neral	IK CG-EM	18,64 ± 0,38	16,77 ± 0,29	15,02 ± 0,67	16,99 ± 0,33
22	1252	geraniol	IK CG-EM	*	*	0,23 ± 0,14	0,18 ± 0,07
23	1267	geranial	IK CG-EM	30,38 ± 0,30	27,29 ± 1,53	26,96 ± 1,20	26,33 ± 0,35
24	1294	2-undcanona	IK CG-EM	1,21 ± 0,24	0,91 ± 0,19	0,82 ± 0,16	0,89 ± 0,03
25	1352	acetato de citronela	IK CG-EM	*	0,15 ± 0,05	0,06 ± 0,02	0,17 ± 0,02
26	1381	acetato de geranila	IK CG-EM	*	0,68 ± 0,65	0,28 ± 0,18	0,16 ± 0,06
27	1480	ar-curcumeno	IK CG-EM	1,61 ± 0,09	1,59 ± 0,40	2,02 ± 0,55	2,12 ± 0,09
28	1493	α-zingibereno	IK CG-EM	5,03 ± 0,36	3,62 ± 0,76	3,26 ± 0,51	0,47 ± 0,06
29	1505	α-farneseno (E-E)	IK CG-EM	2,13 ± 0,10	1,45 ± 0,35	1,52 ± 0,25	1,40 ± 0,24
30	1522	β-sesquifelandreno	IK CG-EM	1,95 ± 0,32	1,55 ± 0,49	1,72 ± 0,49	1,72 ± 0,19

(a) Índice de Kovats (IK) determinado em coluna capilar DB-5 (Adams, 2007); (b) Substâncias listadas por ordem de eluição em coluna capilar Factor Four/VF-5ms

Tabela 16. Continuação

N°	IK ^(a)	Substâncias ^(b)	Identificação	% em área ± dp			
				Período de armazenamento (meses)			
				0	1	3	6
31	1549	elemol	IK CG-EM	0,33 ± 0,02	0,36 ± 0,07	0,37 ± 0,1	0,34 ± 0,01
32	1561	germacreno B	IK CG-EM	0,79 ± 0,17	0,93 ± 0,35	0,99 ± 0,22	0,82 ± 0,02
33	1563	E-nerolidol	IK CG-EM	0,75 ± 0,07	0,76 ± 0,15	0,77 ± 0,17	0,73 ± 0,03
34	1649	β-eudesmol	IK CG-EM	1,45 ± 0,08	1,72 ± 0,43	1,70 ± 0,46	0,51 ± 0,27
35	1684	2Z, 6Z-farnesal	IK CG-EM	1,22 ± 0,27	0,17 ± 0,02	*	0,12 ± 0,02
Total (%)			IK CG-EM	96,49	97,9	99,35	88,42

(a) Índice de Kovats (IK) determinado em coluna capilar DB-5 (Adams, 2007); (b) Substâncias listadas por ordem de eluição em coluna capilar Factor Four/VF-5ms

Tabela 17. Perfil fitoquímico do óleo essencial de rizomas de gengibre, secados a 50 °C, para amostras imediatamente após a secagem (tempo zero) e armazenadas por 1, 3 e 6 meses, obtido por cromatografia a gás e espectrômetro de massas (CG-EM) e cromatografia a gás com detector de ionização em chama (CG-DIC). Os valores representam as médias e desvios padrão, em triplicata, das proporções relativas (%) das substâncias, obtidas por meio da comparação das áreas dos picos obtidos no cromatograma com aqueles obtidos com o padrão externo

N°	IK ^(a)	Substâncias ^(b)	Identificação	% em área ± dp			
				Período de armazenamento (meses)			
				0	1	3	6
1	892	2-heptanono	IK CG-EM	0,55 ± 0,44	0,48 ± 0,11	0,43 ± 0,08	0,40 ± 0,13
2	926	triciclono	IK CG-EM	0,10 ± 0,08	0,12 ± 0,02	*	0,16 ± 0,02
3	939	α-pineno	IK CG-EM	2,49 ± 0,06	2,35 ± 0,33	2,66 ± 0,62	3,20 ± 0,61
4	954	canfeno	IK CG-EM	7,81 ± 0,06	7,13 ± 0,93	9,09 ± 0,11	9,41 ± 1,33
5	975	sabineno	IK CG-EM	0,06 ± 0,05	0,09 ± 0,03	0,08 ± 0,02	*
6	979	β-pineno	IK CG-EM	0,30 ± 0,23	0,44 ± 0,06	0,47 ± 0,07	0,58 ± 0,00
7	985	hepteno-2 one<6 metil-5>	IK CG-EM	0,12 ± 0,10	0,18 ± 0,03	0,18 ± 0,04	0,10 ± 0,02
8	990	Mirceno	IK CG-EM	1,47 ± 0,97	2,25 ± 0,07	2,72 ± 0,38	2,41 ± 0,01
9	1002	α-felandreno	IK CG-EM	0,32 ± 0,24	0,12 ± 0,04	0,50 ± 0,11	0,54 ± 0,09
10	1029	β-felandreno	IK CG-EM	*	0,32 ± 0,02	2,41 ± 0,78	11,63 ± 0,03
11	1031	1,8-cincole	IK CG-EM	11,34 ± 0,01	10,48 ± 0,77	1,17 ± 0,85	*
12	1043	2-heptyl acetato	IK CG-EM	0,73 ± 0,56	1,05 ± 0,04	0,78 ± 0,34	0,99 ± 0,09

(a) Índice de Kovats (IK) determinado em coluna capilar DB-5 (Adams, 2007); (b) Substâncias listadas por ordem de eluição em coluna capilar Factor Four/VF-5ms

Tabela 17. Continuação

N°	IK ^(a)	Substâncias ^(b)	Identificação	% em área ± dp			
				Período de armazenamento (meses)			
				0	1	3	6
13	1088	terpinoleno	IK CG-EM	0,21 ± 0,16	0,32 ± 0,03	0,33 ± 0,04	0,27 ± 0,01
14	1090	2-nonanone	IK CG-EM	0,18 ± 0,13	0,24 ± 0,01	0,22 ± 0,12	0,12 ± 0,07
15	1096	linalol	IK CG-EM	1,34 ± 0,75	1,89 ± 0,31	2,13 ± 0,04	1,93 ± 0,14
16	1153	citronelal	IK CG-EM	0,29 ± 0,17	0,30 ± 0,04	0,31 ± 0,19	0,32 ± 0,03
17	1164	isocitrol (Z)	IK CG-EM	0,86 ± 0,34	1,00 ± 0,05	*	*
18	1177	terpineno-4-ol	IK CG-EM	0,11 ± 0,06	0,11 ± 0,01	*	*
19	1180	isocitrol (E)	IK CG-EM	0,18 ± 0,10	0,25 ± 0,04	0,15 ± 0,03	0,78 ± 0,21
20	1188	α-terpineol	IK CG-EM	1,02 ± 0,26	1,22 ± 0,02	1,39 ± 0,13	1,33 ± 0,05
21	1238	neral	IK CG-EM	12,84 ± 0,19	12,10 ± 0,22	11,53 ± 0,14	9,61 ± 0,02
22	1252	geraniol	IK CG-EM	*	*	*	4,10 ± 1,55
23	1267	geranial	IK CG-EM	26,63 ± 0,39	24,99 ± 0,66	14,91 ± 1,17	13,20 ± 0,93
24	1294	2-undcanona	IK CG-EM	0,68 ± 0,05	0,69 ± 0,03	0,84 ± 0,10	0,80 ± 0,06
25	1352	acetato de citronela	IK CG-EM	1,31 ± 0,35	1,28 ± 0,23	1,63 ± 0,17	1,52 ± 0,10
26	1381	acetato de geranila	IK CG-EM	13,72 ± 0,70	16,02 ± 0,96	18,16 ± 1,08	16,86 ± 1,31
27	1480	ar-curcumeno	IK CG-EM	1,24 ± 0,35	1,13 ± 0,06	1,63 ± 0,25	1,28 ± 0,38
28	1493	α-zingibereno	IK CG-EM	3,47 ± 1,14	1,21 ± 1,47	3,79 ± 0,36	3,20 ± 0,57
29	1505	α-farneseno (E-E)	IK CG-EM	2,06 ± 0,84	1,84 ± 0,08	2,40 ± 0,22	1,96 ± 0,36

(a) Índice de Kovats (IK) determinado em coluna capilar DB-5 (Adams, 2007); (b) Substâncias listadas por ordem de eluição em coluna capilar Factor Four/VF-5ms

Tabela 17. Continuação

N°	IK ^(a)	Substâncias ^(b)	Identificação	% em área ± dp			
				Período de armazenamento (meses)			
				0	1	3	6
30	1522	β-sesquifelandreno	IK CG-EM	1,64 ± 0,74	1,28 ± 0,28	1,82 ± 0,08	1,49 ± 0,09
31	1549	elemol	IK CG-EM	1,53 ± 1,38	0,21 ± 0,04	0,27 ± 0,02	0,26 ± 0,03
32	1561	germacreno B	IK CG-EM	1,53 ± 1,38	0,83 ± 0,28	1,24 ± 0,13	0,96 ± 0,10
33	1563	E-nerolidol	IK CG-EM	0,94 ± 0,56	0,63 ± 0,03	0,82 ± 0,06	0,67 ± 0,12
34	1649	β-eudesmol	IK CG-EM	0,79 ± 0,73	*	0,94 ± 0,14	0,84 ± 0,09
35	1684	2Z, 6Z-farnesal	IK CG-EM	*	*	*	*

(a) Índice de Kovats (IK) determinado em coluna capilar DB-5 (Adams, 2007); (b) Substâncias listadas por ordem de eluição em coluna capilar Factor Four/VF-5ms

Tabela 18. Perfil fitoquímico do óleo essencial de rizomas de gengibre, secados a 60 °C, para amostras imediatamente após a secagem (tempo zero) e armazenadas por 1, 3 e 6 meses, obtido por cromatografia a gás e espectrômetro de massas (CG-EM) e cromatografia a gás com detector de ionização em chama (CG-DIC). Os valores representam as médias e desvios padrão, em triplicata, das proporções relativas (%) das substâncias, obtidas por meio da comparação das áreas dos picos obtidos no cromatograma com aqueles obtidos com o padrão externo

N°	IK ^(a)	Substâncias ^(b)	Identificação	% em área ± dp			
				Período de armazenamento (meses)			
				0	1	3	6
1	892	2-heptanono	IK CG-EM	0,70 ± 0,20	0,06 ± 0,05	0,91 ± 0,11	0,75 ± 0,29
2	926	triciclono	IK CG-EM	0,13 ± 0,02	0,11 ± 0,08	*	0,19 ± 0,06
3	939	α-pineno	IK CG-EM	2,34 ± 0,31	1,95 ± 1,31	3,76 ± 0,85	3,68 ± 0,80
4	954	canfeno	IK CG-EM	7,72 ± 0,62	8,49 ± 0,60	12,18 ± 0,58	11,46 ± 0,73
5	975	sabineno	IK CG-EM	0,09 ± 0,02	0,08 ± 0,05	*	0,11 ± 0,02
6	979	β-pineno	IK CG-EM	0,40 ± 0,03	0,34 ± 0,20	0,64 ± 0,19	0,56 ± 0,04
7	985	hepteno-2 one<6 metil-5>	IK CG-EM	0,28 ± 0,13	0,21 ± 0,09	0,24 ± 0,07	0,26 ± 0,01
8	990	Mirceno	IK CG-EM	1,93 ± 0,28	1,77 ± 0,76	2,52 ± 0,70	2,83 ± 0,32
9	1002	α-felandreno	IK CG-EM	0,45 ± 0,04	0,41 ± 0,20	0,64 ± 0,14	0,60 ± 0,07
10	1029	β-felandreno	IK CG-EM	*	*	2,63 ± 0,32	1,84 ± 0,96
11	1031	1,8-cincole	IK CG-EM	11,29 ± 1,21	12,40 ± 1,02	2,59 ± 0,02	1,25 ± 0,44
12	1043	2-heptyl acetato	IK CG-EM	0,52 ± 0,39	0,71 ± 0,15	0,98 ± 0,15	0,96 ± 0,21
13	1088	terpinoleno	IK CG-EM	0,24 ± 0,07	0,29 ± 0,10	0,35 ± 0,04	0,33 ± 0,11
14	1090	2-nonanone	IK CG-EM	0,28 ± 0,08	0,31 ± 0,05	0,34 ± 0,14	0,26 ± 0,13

(a) Índice de Kovats (IK) determinado em coluna capilar DB-5 (Adams, 2007); (b) Substâncias listadas por ordem de eluição em coluna capilar Factor Four/VF-5ms

Tabela 18. Continuação

N°	IK ^(a)	Substâncias ^(b)	Identificação	% em área ± dp			
				Período de armazenamento (meses)			
				0	1	3	6
15	1096	linalol	IK CG-EM	1,82 ± 0,04	1,87 ± 0,22	2,41 ± 0,25	2,06 ± 0,23
16	1153	citronelal	IK CG-EM	0,65 ± 0,37	0,39 ± 0,05	0,47 ± 0,03	0,19 ± 0,06
17	1164	isocitrol (Z)	IK CG-EM	1,25 ± 0,11	1,26 ± 0,07	*	*
18	1177	terpineno-4-ol	IK CG-EM	0,20 ± 0,05	0,14 ± 0,01	*	*
19	1180	isocitrol (E)	IK CG-EM	0,36 ± 0,05	0,23 ± 0,04	0,49 ± 0,06	0,46 ± 0,07
20	1188	α-terpineol	IK CG-EM	1,18 ± 0,16	1,27 ± 0,07	1,56 ± 0,19	1,43 ± 0,05
21	1238	neral	IK CG-EM	*	14,28 ± 1,76	11,46 ± 0,91	10,85 ± 0,28
22	1252	geraniol	IK CG-EM	16,41 ± 3,43	*	3,80 ± 2,02	5,27 ± 0,68
23	1267	geranial	IK CG-EM	29,85 ± 1,24	25,08 ± 1,01	16,76 ± 1,01	15,09 ± 0,75
24	1294	2-undcanona	IK CG-EM	0,76 ± 0,02	0,84 ± 0,11	0,62 ± 0,08	0,88 ± 0,00
25	1352	acetato de citronela	IK CG-EM	*	*	*	*
26	1381	acetato de geranila	IK CG-EM	10,76 ± 1,33	11,7 ± 1,94	11,10 ± 0,48	12,71 ± 0,70
27	1480	ar-curcumeno	IK CG-EM	0,85 ± 0,11	1,17 ± 0,13	1,52 ± 0,14	1,55 ± 0,05
28	1493	α-zingibereno	IK CG-EM	0,74 ± 0,78	0,41 ± 0,07	3,47 ± 0,61	3,44 ± 0,09
29	1505	α-farneseno (E-E)	IK CG-EM	1,29 ± 0,34	1,90 ± 0,31	1,72 ± 0,36	0,46 ± 0,02
30	1522	β-sesquifelandreno	IK CG-EM	1,08 ± 0,14	1,47 ± 0,44	1,57 ± 0,09	2,01 ± 0,11
31	1549	elemol	IK CG-EM	0,78 ± 0,21	1,16 ± 0,46	1,16 ± 0,08	0,33 ± 0,00

(a) Índice de Kovats (IK) determinado em coluna capilar DB-5 (Adams, 2007); (b) Substâncias listadas por ordem de eluição em coluna capilar Factor Four/VF-5ms

Tabela 18. Continuação

N°	IK ^(a)	Substâncias ^(b)	Identificação	% em área ± dp			
				Período de armazenamento (meses)			
				0	1	3	6
32	1561	germacreno B	IK CG-EM	0,78 ± 0,21	*	0,87 ± 0,08	*
33	1563	E-nerolidol	IK CG-EM	0,49 ± 0,05	0,65 ± 0,11	*	0,71 ± 0,02
34	1649	β-eudesmol	IK CG-EM	*	*	*	*
35	1684	2Z, 6Z-farnesal	IK CG-EM	*	*	*	*
Total (%)			IK CG-EM	94,8	91,28	88,57	84,67

(a) Índice de Kovats determinado em coluna capilar DB-5 (Adams, 2007); (b) Substâncias listadas por ordem de eluição em coluna capilar Factor Four/VF-5ms.

Nota-se, nas Tabelas 16 a 18, uma pequena variação no perfil fitoquímico do óleo essencial de gengibre em função do binômio temperatura de secagem e período de armazenamento. É provável que tenham ocorrido processos de oxidação, redução e rearranjo, ou seja, a conversão de um composto em outro, processos que vêm sendo relatados por diversos autores. Costa (2009), ao avaliar o rendimento e a composição química do óleo essencial de folhas de atoveran (*Ocimum selloi* Benth.) em diferentes condições de armazenamento, observou variação no perfil fitoquímico do óleo em função do período de armazenamento. O mesmo comportamento foi relatado por Santana et al. (2010) para o óleo essencial obtido de folhas de patchouli (*Pogostemon cablin* Benth.).

Apresenta-se, na Tabela 6A (Apêndice A) o resumo da ANOVA referente aos efeitos simples dos fatores repetição, composto químico, período de tempo de armazenamento, temperatura de secagem, e suas interações, sobre a quantificação de cada um dos oito constituintes químicos presentes no óleo essencial de gengibre. Observa-se que apenas o fator repetição não teve efeito significativo, pelo teste F em 5% de probabilidade. O valor do coeficiente de variação dos fatores, CV(%), foi de 8,7 %, evidenciando que houve eficiência no processo de coleta de dados (Gomes, 1978).

Como os efeitos da maioria das fontes de variação foram significativos, fizeram os desdobramentos dos valores de percentuais, dados pela relação entre a área do pico de cada substância e a área total, sendo as médias comparadas pelo teste de Tukey ($p < 0,05$). Nas Tabelas 19 a 21 estão representados os valores médios da proporção relativa (%) da área dos oito principais compostos químicos presentes no óleo essencial de rizomas de gengibre em função do período de armazenamento (0, 1, 3 e 6 meses), para amostras secadas a 40, 50 e 60 °C, respectivamente. Além dessas informações, também são apresentados os respectivos resultados das análises estatísticas de comparação das médias.

Os valores mostrados nas Tabelas 19 a 21 indicam que o geranial, o canfeno e o acetato de geranila foram os únicos compostos químicos com comportamento regular, quando se comparam aqueles valores obtidos imediatamente após a secagem (em todas as temperaturas) com os observados no armazenamento. O armazenamento atuou no sentido de diminuir o percentual de geranial. É possível que esse comportamento esteja relacionado com a temperatura de volatilização deste componente e também com a oxidação e

rearranjo desse composto (Rocha, 2011). Quanto ao canfeno e o acetato de geranila, observa-se apenas que o percentual aos seis meses de armazenamento foi maior que aquele obtido imediatamente após a secagem.

Quanto à variação da proporção relativa (%) ao longo dos meses de armazenamento, as únicas observações relevantes são: o percentual de geranial diminuiu entre 3 e 6 meses de armazenamento quando os rizomas foram secados a 50 e 60 °C; o percentual de canfeno aumentou entre 1 e 6 meses para secagem a 50 e 60 °C. Parece haver a tendência de uma redução drástica no percentual de 1,8-cineol, ou mesmo sua completa degradação, para todos os tratamentos de secagem. Menções às alterações no perfil fitoquímico de plantas medicinais não são incomuns na literatura.

Tabela 19. Valores médios da proporção relativa (%) dos principais constituintes do óleo essencial extraído de rizomas de gengibre em função do período de armazenamento (0, 1, 3 e 6 meses), para amostras secadas a 40 °C, empregando-se velocidade do ar de secagem, 0,5 m s⁻¹

Período de armazenamento (meses)	Proporção relativa (%)							
	Compostos químicos							
	Canfeno	β -felandreno	1,8-cineol	Neral	Geraniol	Geranial	Acetato de geranila	α -zingibereno
0	10,90 b	3,41 a	2,64 b	18,64 a	0,00 b	30,38 a	0,00 c	5,03 a
1	10,62 b	0,00 b	16,41 a	16,77 b	0,00 b	27,29 b	0,68 a	3,62 b
3	11,67 b	0,00 b	17,94 a	15,02 c	0,00 b	26,91 b	0,28 b	3,26 b
6	13,42 a	3,64 a	1,78 b	16,95 b	0,18 a	26,31 b	0,16 b	0,47 c

Médias seguidas pela mesma letra minúscula na coluna não diferem estatisticamente entre si pelo teste de Tukey em 5% de probabilidade

Tabela 20. Valores médios da proporção relativa (%) dos principais constituintes do óleo essencial extraído de rizomas de gengibre em função do período de armazenamento (0, 1, 3 e 6 meses), para amostras secadas a 50 °C, empregando-se velocidade do ar de secagem, 0,5 m s⁻¹

Período de armazenamento (meses)	Proporção relativa (%)							
	Compostos químicos							
	Canfeno	β -felandreno	1,8-cineol	Neral	Geraniol	Geranial	Acetato de geranila	α -zingibereno
0	7,83 b	0,00 c	11,23 a	12,83 a	0,00 b	29,30 a	13,72 c	3,47 a
1	7,13 b	0,32 c	10,48 a	12,10 a	0,00 b	24,99 b	16,02 b	1,21 b
3	9,10 a	2,41 b	1,17 b	11,53 a	0,00 b	14,89 c	18,16 a	3,79 a
6	9,37 a	11,62 a	0,00 b	9,68 b	4,10 a	13,31 d	16,86 b	3,27 a

Médias seguidas pela mesma letra minúscula na coluna não diferem estatisticamente entre si pelo teste de Tukey em 5% de probabilidade

Tabela 21. Valores médios da proporção relativa (%) dos principais constituintes do óleo essencial extraído de rizomas de gengibre em função do período de armazenamento (0, 1, 3 e 6 meses), para amostras secadas a 60 °C, empregando-se velocidade do ar de secagem, 0,5 m s⁻¹

Período de armazenamento (meses)	Proporção relativa (%)							
	Compostos químicos							
	Canfeno	β -felandreno	1,8-cineol	Neral	Geraniol	Geranial	Acetato de geranila	α -zingibereno
0	7,72 b	0,00 b	11,29 a	0,00 c	16,41 a	29,85 a	10,76 b	0,74 b
1	8,58 b	0,00 b	12,42 a	14,28 a	0,00 d	25,08 b	11,75 b	0,41 b
3	12,18 a	2,68 a	2,55 b	11,46 b	3,80 c	16,74 c	11,10 b	3,47 a
6	11,47 a	1,82 a	1,25 b	10,85 b	5,27 b	15,08 d	12,71 a	3,44 a

Médias seguidas pela mesma letra minúscula na coluna não diferem estatisticamente entre si pelo teste de Tukey em 5% de probabilidade

Silva (2005) avaliou a composição química do óleo essencial de plantas medicinais submetidas a processos de secagem e armazenamento e detectou grande variação na composição do produto ao longo de um ano de armazenamento. Guimarães et al. (2008) investigaram os efeitos da luz e da temperatura sobre a estabilidade do óleo essencial de *Cymbopogon citratus* durante o período de armazenamento e verificaram que os compostos citral (mistura dos isômeros neral e geranial) e mirceno sofreram degradação tanto em presença quanto em ausência de luz. Santana et al. (2010) observaram alterações nas concentrações de alguns componentes do óleo essencial extraído de folhas secas de *Pogostemon cablin* ao longo do armazenamento.

De modo geral a proporção relativa (%) do constituinte majoritário, geranial, e em menor parte o neral, que são de maior interesse comercial para as indústrias nas áreas farmacológica e alimentícia, foi maior para o tempo zero, ou seja, imediatamente após a secagem e sem armazenamento prolongado. No entanto, o maior teor de óleo essencial de gengibre foi obtido depois de 1 mês de armazenamento.

5. RESUMO E CONCLUSÕES

5.1 Alecrim-pimenta

A secagem provocou aumento imediato significativo no teor de óleo essencial extraído das folhas de alecrim-pimenta, quando se compararam os valores obtidos *in natura* com aqueles observados imediatamente após a secagem.

O armazenamento também aumentou o teor de óleo essencial e isso foi verificado ao se compararem os valores obtidos imediatamente após a secagem com aqueles observados ao longo dos períodos de armazenamento. O armazenamento por um mês foi o tratamento que resultou no maior rendimento em óleo essencial extraído das folhas de alecrim-pimenta.

Os componentes majoritários foram os monoterpenos, seguidos pelos sesquiterpenos. Dentre os monoterpenos encontrados no óleo essencial de alecrim-pimenta, observaram-se os seguintes componentes principais: mirceno, p-cimeno, γ -terpineno e carvacrol. Dentre os sesquiterpenos, o composto majoritário encontrado foi o e-cariofileno.

À exceção do carvacrol, houve aumento significativo, em relação ao valor obtido para o produto *in natura*, na proporção relativa (%) dos principais

constituintes do óleo essencial de *L. sidooides* quando as folhas foram secadas a 40 e 50 °C. A secagem a 60 °C, em geral, atuou no sentido de diminuir o teor dos componentes químicos minoritários do óleo essencial quando comparada à secagem a 40 e 50 °C. Para a composição majoritária, carvacrol, a secagem a 60 °C foi o tratamento que resultou em maior proporção relativa (%).

Concluiu-se que se houver interesse na produção ou na utilização de algum dos componentes minoritários de mirceno, p-cimeno, γ -terpineno ou e-cariofileno, as temperaturas de secagem mais indicadas são 40 e 50 °C. No entanto, se o interesse recair sobre o carvacrol, deve-se secar as folhas de *L. sidooides* a 60 °C.

5.2 Gengibre

A secagem provocou aumento significativo imediato no teor de óleo essencial extraído de rizomas de gengibre. Os maiores teores de óleo foram obtidos na secagem a 50 °C.

Para todos os períodos de armazenamento, à exceção do período de um mês, os teores de óleo são os mesmos, tanto na secagem a 40 °C quanto a 60 °C. No entanto, o aumento da temperatura de secagem de 40 para 50 °C é acompanhado pelo aumento no teor de óleo. Ou seja, a indicação seria extrair o óleo essencial imediatamente após a secagem a 50 °C. Caso haja necessidade de armazenar o produto, isso pode se estender por até seis meses, pois a diminuição no teor de óleo independe do período de armazenamento.

Os componentes majoritários foram os monoterpenos, seguidos pelos sesquiterpenos. Os principais compostos químicos encontrados no óleo essencial presente nos rizomas foram: canfeno, β -felandreno, 1,8-cineol, neral, geraniol, geranial, acetato de geranila e α -zingibereno.

Não foi possível identificar um comportamento regular em relação ao aumento ou diminuição das proporções relativas (%) dos componentes majoritários e minoritários encontrados nas amostras submetidas à secagem, quando esses valores são comparados com o produto *in natura*. Em relação aos compostos minoritários, a conclusão é basicamente a mesma: a secagem provocou aumento

nos percentuais de canfeno, de 1,8-cineol e de acetato de geranila. Houve diminuição nos percentuais de β -felandreno e de α -zingibereno.

Quanto ao estabelecimento de uma relação funcional entre os valores de temperatura de secagem e percentual proporcional da área, pode-se afirmar que houve efeito negativo para os compostos canfeno, neral (apenas de 40 para 50 °C), acetato de geranial (apenas de 50 para 60 °C) e α -zingibereno. O efeito foi positivo apenas para o 1,8-cineol, e mesmo assim, quando a temperatura aumentou de 40 °C para 50 ou 60 °C. A temperatura de secagem não teve qualquer efeito sobre a proporção relativa (%) do componente majoritário geranial.

O armazenamento atuou no sentido de diminuir a proporção relativa (%) de geranial. Quanto ao canfeno e o acetato de geranila, observou-se apenas que a proporção relativa (%) aos seis meses de armazenamento foi maior que aquela obtida imediatamente após a secagem.

Quanto à variação do percentual ao longo dos meses de armazenamento, as únicas conclusões relevantes são: o percentual de geranial diminuiu entre 3 e 6 meses de armazenamento quando os rizomas foram secados a 50 e 60 °C; o percentual de canfeno aumentou entre 1 e 6 meses para secagem a 50 e 60 °C. Parece haver a tendência de uma redução drástica no percentual de 1,8-cineol, ou mesmo sua completa degradação, para todos os tratamentos de secagem.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- Adams, R.P. (2007) Identification of essential oil components by gas chromatography/mass spectrometry. 4. ed. Carol Stream IL: Allured Publishing Corporation, 804 p.
- Afzal, M., Al-Hadidi, D., Menon, M., Pesek, J., Dhami, M.S. (2001) Ginger: an ethnomedical, *chemical and pharmacological* review. *Drug Metab. Drug Interact.*, 18(3-4):159-190. <https://doi.org/10.1515/DMDI.2001.18.3-4.159>
- Almeida, A.C., Morão, R.P., Martins, E.R., Fonseca, F.S.A., Souza, C.N., Prates, J.P.B., Oliveira, F.D., Silva, L.M.V. (2016). Atividade antisséptica do óleo essencial de *Lippia origanoides* Cham. (Alecrim-pimenta) na presença de leite bovino. *Pesq. Vet. Bras.*, 36(9):905-911. <https://dx.doi.org/10.1590/s0100-736x2016000900018>
- Al-Nahain, A., Jahan, R., Rahmatullah, M. (2014) *Zingiber officinale*: a potential plant against rheumatoid arthritis. *Arthritis*, 2014 (Article ID 159089), 8p. <http://dx.doi.org/10.1155/2014/159089>
- Alonso, J.R. (1998) *Tratado de Fitomedicina: bases Clínicas y Farmacológicas*. Buenos Aires: Isis Ediciones, 1039p.
- An, K., Zhao, D., Wang, Z., Wu, J., Xu, Y., Xiao, G. (2016) Comparison of different drying methods on Chinese ginger (*Zingiber officinale* Roscoe): Changes in volatiles, chemical profile, antioxidant properties, and microstructure. *Food Chemistry*, 197: 1292-1300.
- ANVISA (2005) Agência Nacional de Vigilância Sanitária. *Guia para a realização de estudos de estabilidade: RE nº 1, de 29/07/05*. Brasília: Ministério da Saúde. Publicada no DOU nº 146, de 01/08/05.

- ANVISA (2009) Agência Nacional de Vigilância Sanitária. *Regulamento Técnico sobre Aditivos Aromatizantes/Aromas: RE n° 104, de 14/05/99*. Brasília: Ministério da Saúde. Publicada no DOU n° 92-E, Seção 1, pág. 41, de 17/05/99.
- ANVISA (2010) Agência Nacional de Vigilância Sanitária. *Notificação de drogas vegetais junto à ANVISA: RDC n° 10, de 09/03/10*. Brasília: Ministério da Saúde.
- ANVISA (2018) Agência Nacional de Vigilância Sanitária. *Formulário de Fitoterápicos da Farmacopeia Brasileira: RDC n° 225, de 11/04/18*. 1. ed. 1. Suplemento. Brasília: Ministério da Saúde, 156p.
- Araújo, J.M.A. (2004) *Química de alimentos: teoria e prática*. 3. ed., Viçosa: UFV, 416 p.
- Ardrey, R.E. (2003) *Liquid Chromatography – Mass Spectrometry: An Introduction*. 1. ed. Huddersfield: Wiley, 300p.
- Argyropoulos, D., Müller, J. (2014) Changes of essential oil content and composition during convective drying of lemon balm (*Melissa officinalis* L.). *Ind. Crops Prod.*, 52: 118-124. <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2013.10.020>
- ASABE (2008) American Society of Agricultural and Biological Engineers. *ASABE Standards: Moisture Measurement – Forages*. Standard S358.2 DEC1988 (R2008), St. Joseph: ASABE. 1p.
- Badawy, M.E.I., Abdelgaleil, S.A.M. (2014) Composition and antimicrobial activity of essential oils isolated from Egyptian plants against plant pathogenic bacteria and fungi. *Industrial Crops and Products*, 52:776-782. <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2013.12.003>
- Bakkali, F., Averbeck, S., Averbeck, D., Idaomar, M. (2008) Biological effects of essential oils – A review. *Food and Chemical Toxicology*, 46(2):446–475. <https://doi.org/10.1016/j.fct.2007.09.106>
- Banout, J., Havlik, J., Kulik, M., Kloucek, P., Lojka, B., Valterova, I. (2010) Effect of solar drying on the composition of essential oil of sacha culantro (*Eryngium foetidum* L.) grown in the Peruvian amazon. *Journal of Food Process Engineering*, 33: 83-103. doi: 10.1111/j.1745-4530.2008.00261.x
- Barbosa, F.F., Barbosa, L.C.A., Melo, E.C., Botelho, F.M., Santos R.H.S. (2006) Influência da temperatura do ar de secagem sobre o teor e a composição química do óleo essencial de *Lippia alba* (Mill) N.E Brown. *Química Nova*, 29: 1221-1225. <http://dx.doi.org/10.1590/S0100-40422006000600014>.
- Barros, F.M.C., Zambarda, E.O., Heinzmann, B.M. (2009) Variabilidade sazonal e biossíntese de terpenóides presentes no óleo essencial de *Lippia alba* (Mill) N. E. Brown (verbenaceae). *Química Nova*, 32(4): 861-867. <http://dx.doi.org/10.1590/S0100-40422009000400007>.
- Blank, A.F., Fontes, S.M., Carvalho Filho, J.L.S., Alves, P.B., Silva-Mann, R., Mendonça, M.C., Arrigoni-Blank, M.F., Rodrigues, M.O. (2005) Influência do

horário de colheita e secagem de folhas no óleo essencial de melissa (*Melissa officinalis* L.) cultivada em dois ambientes. *Revista Brasileira de Plantas Mediciniais*, 8(1): 73-78.

Barreto, B.B. (2011) *Fitoterapia na atenção primária à saúde – a visão dos profissionais envolvidos*. Dissertação (Mestrado em Saúde Coletiva) – Juiz de Fora – MG, Universidade Federal de Juiz de Fora – UFJF. 93p.

Barroso, J.A. (2010) *Atividade do carvacrol e timol in vivo na inibição de Streptococcus mutans e experiência de cárie em crianças livres de cárie: um estudo longitudinal*. Dissertação (Mestrado em Odontologia) – Fortaleza – CE, Universidade Federal do Ceará – UFC. 206p.

Batista, A.C., Chaves, F.C.M., Bizzo, H.R. (2010) Biomassa, produção e composição química do óleo essencial de alecrim-pimenta (*Lippia sidoides* Cham) em função de espaçamentos, na Amazônia. *Horticultura Brasileira*, 28 (2): s3269-s3273

Batista, R.S.A., Silva, G.S., Machado, S.E.F., Vieira, K.V.M. (2013) Atividade antifúngica de alecrim-pimenta (*Lippia sidoides* Cham.) sobre *Candida spp.* *Agropecuária Técnica*, 34(1):40-49.

Blanco, E.Z. (2015) Diversidade genética e química em germoplasma de gengibre (*Zingiber officinale*). Tese (Doutorado em Genética e Melhoramento de Plantas) – Piracicaba – SP, Universidade de São Paulo – USP, Escola Superior de Agricultura “Luiz de Queiroz”, 169p.

Bellik, Y. (2014) Total antioxidant activity and antimicrobial potency of the essential oil and oleoresin of *Zingiber officinale* Roscoe. *Asian Pacific Journal of Tropical Disease*, 4, 40-44.

Bode, A.M., Dong, Z. (2011) The amazing and mighty ginger. In: Benzie, I.F.F., Wachtel-Galor, S. (eds). *Biomolecular and Clinical Aspects*. 2nd. ed. Boca Raton: CRC Press: Chapter 7.
Disponível em <https://www.ncbi.nlm.nih.gov/books/NBK92775/> em 05/02/18.

Boletim (2004) Boletim Mensal de Comércio Agrícola. Preços de cereais registram subida desde meados de 2003. *Boletim Mensal do Comércio Agrícola*, 67:4.

Botelho, M.A., Nogueira, N.A.P., Bastos, G.M., Fonseca, S.G.C., Lemos, T.L.G., Matos F.J.A., Montenegro, D., Heukelbach, J., Rao, V.S., Brito G.A.C. (2007) Antimicrobial activity of the essential oil from *Lippia sidoides*, carvacrol and thymol against oral pathogens. *Brazilian Journal of Medical and Biological Research*, 40(3):349-356. <http://dx.doi.org/10.1590/S0100-879X2007000300010>

BRASIL (2019) Ministério do Meio Ambiente. *Biodiversidade Brasileira*. Disponível em: <<https://www.mma.gov.br/biodiversidade/biodiversidade-brasileira>>, Acessado em 01/08/2019.

BRASIL (2009) Ministério da Saúde. Secretaria de Ciência, Tecnologia e Insumos Estratégicos. Departamento de Assistência Farmacêutica e Insumos

Estratégicos. *Programa Nacional de Plantas Medicinais e Fitoterápicos*. Brasília: Ministério da Saúde, 136p.

BRASIL (2019) Ministério da Saúde. Plantas Medicinais de Interesse ao SUS – RENISUS

Disponível em <http://portalms.saude.gov.br/acoes-e-programas/programa-nacional-de-plantas-medicinais-e-fitoterapicos-pnpm/politica-e-programa-nacional-de-plantas-medicinais-e-fitoterapicos/plantas-medicinais-de-interesse-ao-sus-reusus> em 08/02/2019

Brito, D.I.V., Morais-Braga, M.F.B., Cunha, F.A.B., Albuquerque, R.S., Carneiro, J.N.P., Lima, M.S.F., Leite, N.F., Souza, C.E.S., Andrade, J.C., Alencar, L.B.B., Lavor, A.K.L.S., Figueredo, F.G., Lima, L.F., Coutinho, H.D.M. (2015) Análise fitoquímica e atividade antifúngica do óleo essencial de folhas de *Lippia sidoides* Cham. e do Timol contra cepas de *Candida* spp. *Revista Brasileira de Plantas Mediciniais*, 17(4) supl. II:836-844.

Brooker, D.B., Bakker-Arkema, F.W., Hall, C.W. (1992) *Drying and storage of grains and oilseeds*. New York: Van Nostrand Reinhold, 450p.

Carey, F.A., Giuliano, R.M (2014) *Organic Chemistry*. 9th ed. New York: McGraw-Hill Education, p. 1005-1013.

Carvalho Júnior, W.G.O., Melo, M.T.P., Martins, E.R. (2011) Fenologia do alecrim-pimenta (*Lippia sidoides* Cham.) em área de Cerrado, no norte de Minas Gerais, Brasil. *Revista Brasileira de Plantas Mediciniais*, 13(2): 223-229.
<http://dx.doi.org/10.1590/S1516-05722011000200015>

Castro, H.G., Ferreira, F.A. (2000) *Contribuição ao estudo das plantas medicinais: carqueja (Baccharis genistelloides)*. Viçosa: UFV, 102p.

Cavalcanti, S.C.H., Niculau, E.S., Blank, A.F., Câmara, C.A.G., Araújo, I.N., Alves, P.B. (2010) Composition and acaricidal activity of *Lippia sidoides* essential oil against two-spotted spider mite (*Tetranychus urticae* Koch). *Bioresour. Technol*, 101(2): 829-832. <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2009.08.053>

Coelho, K.M., Junior, H.L. (2015) Fitoterapia Racional: Riscos da automedicação e terapia alternativa. *Revista Saberes*, 3: 35-44.

Corrêa Júnior, C., Chau Ming, L., Scheffer, M.C. (1994) *Cultivo de plantas medicinais, condimentares e aromáticas*. 2. ed. Jabotical: FUNEP, 151p.

Corrêa Junior, C., Scheffer, M.C; Chau Ming, L. (2006) *Cultivo agroecológico de plantas medicinais, aromáticas e condimentares*. Brasília: Ministério do Desenvolvimento Agrário, 75p.

Costa, J.G.M., Rodrigues, F.F.G., Angélico, E.C., Silva, M.R., Mota, M.L., Santos, N.K.A., Cardoso, A.L.H., Lemos, T.L.G. (2005) Estudo químico-biológico dos óleos essenciais de *Hyptis martiusii*, *Lippia sidoides* e *Syzygium aromaticum* frente às larvas do *Aedes aegypti*. *Revista Brasileira de Farmacognosia Brazilian Journal of Pharmacognosy*, 15(4): 304-309.

- Costa, D.P., Santos, S.C., Seraphin, J.C., Ferri, P.H. (2009) Seasonal variability of essential oils of *Eugenia uniflora* leaves. *Journal of the Brazilian Chemical Society*, 20(7):1287-1293.
<http://dx.doi.org/10.1590/S0103-50532009000700013>
- Costa, J.P.R., Almeida, A.C., Martins, E.R., Rodrigues, M.N., Santos, C.A., Menezes, I.R. (2011) Atividade antimicrobiana do óleo essencial de alecrim-pimenta e do extrato bruto seco do barbatimão diante de bactérias isoladas do leite. *Biotemas*, 24(4):1-6. <https://doi.org/10.5007/2175-7925.2011v24n4p1>
- Costa, L.C.B.; Pinto, J.E.B.P.; Bertolucci, S.K.V.; Cardoso, M.G. (2007) Produção de biomassa e óleo essencial de elixir-paregórico em função do corte das inflorescências e épocas de colheita. *Horticultura Brasileira*. [online], 25(2):175-179.
- Costa, L.C.B., Rosal, L.F., Pinto, J.E.B.P., Bertolucci, S.K.V. (2008) Efeito da adubação química e orgânica na produção de biomassa e óleo essencial em capim-limão [*Cymbopogon citratus* (DC.) Stapf.]. *Revista Brasileira de Plantas Medicinais*, 10(1): 16-20.
- Costa, S.M.O., Lemos, T.L.G., Pessoa, O.D.L., Assunção, J.C.C., Braz-Filho, R. (2002) Constituintes químicos de *Lippia sidoides* (Cham.) Verbenaceae. *Revista Brasileira de Farmacognosia*, 12(supl.1):66-67.
<http://dx.doi.org/10.1590/S0102-695X2002000300032>
- Coutinho, D.F., Agra, M.F., Basílio, I.J.L.D., Barbosa-Filho, J.M. (2006) Morphoanatomical study of the leaves of *Ocotea duckei* Vattimo (*Lauraceae-Lauroideae*). *Revista Brasileira de Farmacognosia*, 16(4):537-544.
<https://doi.org/10.1590/S0102-695X2006000400017>
- Coutinho, H.D.M., Rodrigues, F.F.G., Nascimento, E.M.M., Costa, J.G.M., Falcão-Silva, V.S., Siqueira-Júnior, J.P. (2011) Synergism of gentamicin and norfloxacin with the volatile compounds of *Lippia microphylla* Cham. (*Verbenaceae*). *Journal of Essential Oil Research*, 23:24-8.
<https://doi.org/10.1080/10412905.2011.9700443>
- Crank, J. (1975) *The mathematics of diffusion*. 2nd edition. Oxford: Clarendon Press, 414p.
- Croteau, R., Kutchan, T.M., Lewis, N.G. (2000) Natural products (Secondary metabolites). In: Buchanan, B.B., Gruissem, W., Jones, R.L. (eds). *Biochemistry & Molecular Biology of Plants*. Somerset – NJ: John Wiley & Sons Inc, Ltd. cap.24, p.1250-1318.
- Cunha, A.P. (2007) O emprego das plantas aromáticas desde as antigas civilizações até ao presente. In: Cunha, A.P., Ribeiro, J.A., Roque, O.R. (eds.). *Plantas aromáticas em Portugal – Caracterização e Utilizações*. 2. ed. Lisboa: Ed. Fundação Calouste Gulbenkian, 328p.

- Dabague, I.C.M. (2008) *Rendimento e composição do óleo essencial de rizomas de gengibre (Zingiber officinale roscoe) sob diferentes épocas de colheita e períodos de secagem*. Tese (Mestrado em Fitotecnia) – Curitiba – PR, Universidade Federal do Paraná – UFPR, 56p.
- Dabague, I.C.M., Deschamps, C., Mógor, A.F., Scheer, A.P., Côcco, L. (2011) Teor e composição de óleo essencial de rizomas de gengibre (*Zingiber officinale Roscoe*) após diferentes períodos de secagem. *Revista Brasileira de Plantas Mediciniais*, Botucatu, 13, (1): 79-84.
- Dahlgren, R.M.T., Clifford, H.T., Yeo, P.F. (1985) *The families of the monocotyledons: structure, evolution, and taxonomy*. New York: Springer-Verlag, 520p.
- Dalgê, J.J. (2014) *Estudo da capacidade antioxidante, anti-microbiana e anti-hemolítica do gengibre (Zingiber officinale)*. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Alimentos) – Pirassurunga – SP, Universidade de São Paulo – USP, 70p.
- David, E.F.S., Pizzolato, M., Facanali, R., Morais, L.A.S., Ferri, A.F. (2006) Marques, M.O.M., Ming, L.C. Influência da temperatura de secagem no rendimento e composição química do óleo essencial de *Ocimum selloi* Benth. *Revista Brasileira de Plantas Mediciniais*, 8(4): 66-70.
- Deans, S.G., Svoboda, K.P. (1992) Effect of drying on volatile oil and microflora of aromatic plants. *Acta Horticulturae*, 306: 450-452.
doi: 10.17660/ActaHortic.1992.306.60
- Dias, R.A.L., Souza, P.S., de Alsina, O.L.S. (2012) Efeito da temperatura de secagem sobre o rendimento na extração de taninos totais e óleos essenciais da hortelã (*Mentha x vilosa* Hudson). *Revista Brasileira de Farmacognosia*, 93(4):431-438.
- Diemer, A.W. (2016) *Ação antimicrobiana de rosmarinus officinalis e zingiber officinale frente a Escherichia coli e Staphylococcus aureus em carne mecanicamente separada de frango*. Dissertação (Mestrado) – Centro Universitário UNIVATES – Lageado, 69 p.
- Djilani, A., Dicko, A. (2012) The therapeutic benefits of essential oils. Chapter 7. In: Bouayed, J., Bohn, T. (eds.). *Nutrition, Well-Being and Health*. Rijeka, Croatia: In:TechOpen, pp. 155-178. <https://doi.org/10.5772/25344>
- Elpo, E.R.S. (2004) *Cadeia produtiva do gengibre (Zingiber officinale Roscoe) no Estado do Paraná: análise e recomendações para melhoria da qualidade*. Dissertação (Mestrado em Produção Vegetal) – Curitiba – PR, Universidade Federal do Paraná – UFPR, 179p.
- Elpo, E.R.S.; Negrelle, R.R.B. (2006) Cadeia produtiva do gengibre (*Zingiber officinale Roscoe*) no estado do Paraná: análise e recomendações para melhoria da qualidade. *Scientia Agraria*, 7(1-2):121-122.
<http://dx.doi.org/10.5380/rsa.v7i1.7285>

- Farias, M.R. (2003) Avaliação da Qualidade de Matérias-Primas Vegetais; Simões, C.M.O.; Schenkel, E.P.; Gosmann, G.; Mello, J.C.P.; Mentz, L.A.; Petrovick, P.R., eds.; Eds. da UFRGS e UFSC: Porto Alegre – RS.
- Fennell, C.W., Light, M.E., Sparg, S.G., Starfford, G.I., van Staden, J. (2004) Assessing African medicinal plants for efficacy and safety: agricultural and storage practices. *Journal of Ethnopharmacology*, 95(2-3):113-121.
<http://dx.doi.org/10.1016/j.jep.2004.05.025>
- Fernandes, T., Silva Junior, M.A., Nascimento, V.L., Fernandes, O.M., Fernandes, T., Morais, D.D. (2015) Fatores que afetam a logística de alimentos do campo no município de Nova Olímpia, Mato Grosso, Brasil. *Raízes e Rumos*, 3(2):41-46.
- Ficker, C., Smith, M.L., Akpagana, K., Gbeassor, M., Zhang, J., Durst, T., Assabgui, R., Arnason, J.T. (2003) Bioassay-guided isolation and identification of antifungal compounds from ginger. *Phytotherapy Research*, 17(8):897-902.
<http://dx.doi.org/10.1002/ptr.1335>
- Figueiredo, A.C., Barroso, J.G., Pedro, L.G., Scheffer, J.J.C. (2008) Factors affecting secondary metabolite production in plants: volatile components and essential oils. *Flavour and Fragrance Journal*, 23(4):213-226.
<https://doi.org/10.1002/ffj.1875>
- Fonseca, M.C.M. (2001) *Crescimento, composição do óleo essencial, teores de óleo e de taninos em Porophyllum ruderale (Jacq.) Cassini*. Dissertação (Mestrado em Fitotecnia) – Viçosa – MG, Universidade Federal de Viçosa – UFV, 120p.
- Fontenelle, R.O.S., Morais, S.M., E. Brito, H.S., Kerntopf, M.R., Brilhante, R.S.N., Cordeiro, R.A., Tome, A.R., Queiroz, M.G.R., Nascimento, N.R.F., Sidrim, J.J.C., Roch, M.F.G. (2007) Chemical composition, toxicological aspects and antifungal activity of essential oil from *Lippia sidoides Cham.* *Journal of Antimicrobial Chemotherapy*, 59: 934-940. doi:10.1093/jac/dkm066
- Francisco, K.M.S (2010) *Fitoterapia: uma opção para o tratamento odontológico*. *Revista Saúde*, 4, (1): 18-24.
- Freire, J.M. (2008) *Óleo essencial de canela, majerona e anis-estrelado: caracterização química e atividade biológica sobre Staphylococcus aureus, Escherichia coli, Aspergillus flavus e Aspergillus parasiticus*. Dissertação (Mestrado em Agroquímica) – Lavras – MG, Universidade Federal de Lavras – UFLA, 68p.
- Fumagali, E., Gonçalves, R.A.C., Machado, M.F.P.S., Vidoti, G.J., de Oliveira, A.J.B. (2008) Produção de metabólitos secundários em cultura de células e tecidos de plantas: o exemplo dos gêneros *Tabernaemontana* e *Aspidosperma*. *Revista Brasileira de Farmacognosia*, 18(4): 627-641.
<http://dx.doi.org/10.1590/S0102-695X2008000400022>

- García, A.Á., Carril, E.P. (2009) Metabolismo secundario de plantas. *Reduca (Biología). Serie Fisiología Vegetal*, 2(3):119-145.
- Gasparin, P.P., Alves, N.C.C. Christ, D., Coelho, S.R. (2014) Qualidade de folhas e rendimento de óleo essencial em hortelã pimenta (*Mentha x Piperita* L.) submetida ao processo de secagem em secador de leito fixo. *Revista Brasileira Plantas Mediciniais*, 16(2): 337-344.
- Girão, V.C., Nunes-Pinheiro, D.C., Morais, S.M., Sequeira, J.L., Gioso, M.A. (2003) Clinical trial of the effect of a mouth-rinse prepared with *Lippia sidoides* essential oil in dogs with mild gingival disease. *Preventive Veterinary Medicine.*, 59(1-2):95-102.
[https://doi.org/10.1016/S0167-5877\(03\)00051-5](https://doi.org/10.1016/S0167-5877(03)00051-5)
- Gobbo-Neto, L., Lopes, N.P. (2007) Plantas medicinais: fatores de influência no conteúdo de metabólitos secundários. *Química Nova*, 30(2):374-381.
<https://doi.org/10.1590/S0100-40422007000200026>
- Gomes, F.P. (1978) *Iniciação à Estatística*. 6ª Edição (revista e ampliada). Livraria Nobel. São Paulo. 211p.
- Govindarajan, V.S. (1982) Ginger-chemistry, technology, and quality evaluation: part 2. *Critical Reviews in Food Science and Nutrition.*, 17(3):189-258.
<https://doi.org/10.1080/10408398209527348>
- Guenther, E. (1972) *The essential oils*. 6 ed. Huntington, N.Y.: R.E. Krieger, 63p
- Guenther, E. (2013) The production of essential oils: methods of distillation, enfleurage, maceration, and extraction with volatile solvents. Chapter 1. In: Guenther, E. (org) *The essential oils – Vol. 1. Origin in plants, production, analysis*. Plano, TX, USA: Jepson Press, 456p.
- Guimarães, L.G.L. (2007) *Estudo da estabilidade e do efeito fungitóxico do óleo essencial de capim limão (Cymbopogon citratus (D.C.) Stapf)*. Dissertação (Mestrado) – Departamento de Química, Universidade Federal de Lavras – Lavras, 72 p.
- Guimarães, L.G.L., Cardoso, M.G.C., Zacaroni, L.M., Lima, R.K., Pimentel, F.A., Morais, A.R. (2008) Influência da luz e da temperatura sobre a oxidação do óleo essencial de capim-limão (*Cymbopogon citratus* (D.C.) STAPF). *Química Nova*, 31: 1476-1480. <http://dx.doi.org/10.1590/S0100-40422008000600037>.
- Guimarães, L.G.L., Cardoso, M.G., Souza, R.M., Zacaroni, A.B., Santos, G.R. (2014) Óleo essencial de *Lippia sidoides* nativas de Minas Gerais: Composição, estruturas secretoras e atividade antibacteriana. *Revista Ciência Agronômica*, 45(2): 267-275. <http://dx.doi.org/10.1590/S1806-66902014000200006>.
- Harborne, J.B. (1993) *Introduction to ecological biochemistry*. 4. ed. London: Academic Press, 384p.

- He, X., Bernart, M.W., Lian, L., Lin, L. (1998) Highperformance liquid chromatography –electrospray mass spectrometric analysis of pungent constituents of ginger. *Journal of Chromatography A*, 796(2):327-334. [https://doi.org/10.1016/S0021-9673\(97\)01013-3](https://doi.org/10.1016/S0021-9673(97)01013-3)
- Herrero, M., Mendiola, J.A. Cifuentes, A., Ibáñez, E. (2010) Review: Supercritical fluid extraction: recent advances and applications. *Journal of Chromatography A*, 1217(16):2495-2511. <https://doi.org/10.1016/j.chroma.2009.12.019>
- INCAPER (2017) Instituto Capixaba de Pesquisa, Assistência Técnica e Extensão Rural. Boletim da conjuntura agropecuária capixaba. Vitoria: INCAPER, 10p.
- Ippoushi, K., Azuma, K., Ito, H. Horie, H., Higashio, H. (2003) [6]-Gingerol inhibits nitric oxide synthesis in activated J774.1 mouse macrophages and prevents peroxy-nitrite-induced oxidation and nitration reactions. *Life Sciences*, 73(26): 3427-3437. <https://doi.org/10.1016/j.lfs.2003.06.022>
- ISTA (2010) International Seed Testing Association. Determination of Moisture Content. *In: International Rules for Seed Testing*. Bassersdorf: ISTA, pp. 9-1–9-20.
- Islam, K., Rowsni, A.A., Khan, Md. M., Kabir, Md. S. (2014) Antimicrobial activity of ginger (*Zingiber officinale*) extracts against food-borne pathogenic bacteria. *International Journal of Science, Environment and Technology*, 3(3):867-871. <https://doi.org/10.1080/10715760500473834>
- Janssen, A.M., Scheffer, J.J.C., Svendsen, A.B. (1987) Antimicrobial activity of essential oils: a 1976-1986 literature review. Aspects of the test methods. *Planta Medica*, 53(5):395-398. <https://doi.org/10.1055/s-2006-962755>
- Kim, D.S.H.L, Kim, J.Y. (2004) Side-chain length is important for shogaols in protecting neuronal cells from β -amyloid insult. *Bioorganic & Medicinal Chemistry Letters*, 14(5):1287-1289. <http://dx.doi.org/10.1016/j.bmcl.2003.12.041>
- Kutchan, T.M., Gershenzon, J., Moller, B.L., Gang, D.R. (2015) Natural products. Chapter 24. *In: Buchanan, B.B., Grisseem, W., Jones, R.L. (eds) Biochemistry & molecular biology of plants*, 2. ed. Hoboken: John Wiley & Sons, Inc., p.1132-1206.
- Leal, L.K.A.M., Oliveira, V.M., Araruna, S.M., Miranda, M.C C., Oliveira, F.M.A. (2003) Análise de timol por CLAE na tintura de *Lippia sidoides* Cham. (alecrim-pimenta) produzida em diferentes estágios de desenvolvimento da planta. *Revista Brasileira de Farmacognosia*, 13(1): 9-11. <http://dx.doi.org/10.1590/S0102-695X2003000300004>
- Lima, H.R.P., Kaplan M.A.C., Cruz A.V.M. (2003) Influência dos fatores abióticos na produção e variabilidade de terpenóides em plantas. *Floresta e Ambiente*, 10(2):71-77.

- Lima, R.K., Cardoso, M.G., Moraes, J.C., Carvalho, S.M., Rodrigues, V.G., Guimarães, L.G.L. (2011) Chemical composition and fumigant effect of essential oil of *Lippia sidoides* Cham. and monoterpenes against *Tenebrio molitor* (L.) (coleoptera: tenebrionidae). *Ciências Agrotecnica*, 35(4):664-671. <http://dx.doi.org/10.1590/S1413-70542011000400004>
- Liu, Y., Murphy, P.A. (2007) Alkamide stability in *Echinacea purpurea* extracts with and without phenolic acids in dry films and in solution. *Journal Agricultural Food Chemistry*, 55(1): 120-126. doi: 10.1021/jf0619481
- Lobo, P.L.D., Fonteles, C.S.R., de Carvalho, C.B.M., do Nascimento, D.F., Fonseca, S.G.C., Jamacaru, F.V.F., de Moraes, M.E.A. (2011) Dose–response evaluation of a novel essential oil against *Mutans streptococci* in vivo. *Phytomedicine*, 18(7):551-556. <http://dx.doi.org/10.1016/j.phymed.2010.10.018>
- López, E.I.C., Balcázar, M.F.H., Mendoza, J.M.R., Ortiz, A.D.R., Melo, M.T.O., Parrales, R.S., Delgado, T.H. (2017) Antimicrobial activity of essential oil of *Zingiber officinale* Roscoe (Zingiberaceae). *American Journal of Plant Sciences*, 8: 1511-1524. <https://doi.org/10.4236/ajps.2017.87104>
- Lorenzi, H., Matos, F.J.A. (2002) *Plantas medicinais no Brasil: nativas e exóticas*. Nova Odessa: Instituto Plantarum. Curitiba: Herbarium Lab. Bot. Ltda, 317p.
- Magalhães, M.T., Koketsu, M., Gonçalves, S.L., Duarte, F.R., Godoy, R.L.O., Lopes, D. (1997a) Gengibre (*Zingiber officinale* Roscoe) brasileiro: aspectos gerais, óleo essencial e oleoresina. Parte 1 – Aspectos gerais, óleo essencial. *Ciências e Tecnologia de Alimentos*, 17 (1): 64-69.
- Magalhães, M.T., Koketsu, M., Gonçalves, S.L., Duarte, F.R., Cornejo, F.E.P., Marques, L.M.R. (1997b) Gengibre (*Zingiber officinale* Roscoe) brasileiro: aspectos gerais, óleo essencial e oleoresina. Parte 2 – Secagem, óleo essencial e oleoresina. *Ciências e Tecnologia de Alimentos*, 17 (1): 132-136.
- Mahady, G.B., Pendland, S.L., Yun, G.S., Lu, Z.Z., Stoia, A. (2003) Ginger (*Zingiber officinale* Roscoe) and the gingerols inhibit the growth of Cag A+ strains of *Helicobacter pylori*. *Anticancer Research*, 23(5A):3699–3702.
- Malinowski, L.R.L (2010) *Morfoanatomia, fitoquímica e atividades biológicas de folhas jovens de Eucalyptus globulus Labill. subespécie bicostata (Maiden et al.) J.B. Kirkpat., Myrtaceae*. Dissertação (Mestrado em Ciências Farmacêuticas) – Curitiba – PR, Universidade Federal do Paraná – UFP, 117p.
- Marco, C.A., Teixeira, E., Simplício, A., Oliveira, C., Costa, J., Marco, J.F.A. (2012) Chemical Composition and Allelopathyc Activity of Essential Oil of *Lippia sidoides* Cham. *Chilean Journal of Agricultural Research*, 72 (1): 157-160.
- Mariath, I.R., Lima, I.O.R., Lima, E.O., Batista, L.M. (2006) Atividade antifúngica do óleo essencial de *Eugenia aromática* B. contra fungos dematiáceos. *Revista Brasileira de Farmácia*, 87(3): 81-84.

- Martinazzo, A.P. (2006) *Secagem, armazenamento e qualidade de folhas de Cymbopogon citratus (D.C.) Stapf*. Tese (Doutorado em Engenharia Agrícola) – Viçosa – MG, Universidade Federal de Viçosa – UFV, 159p.
- Martins, P.M. (2000) *Influência da temperatura e da velocidade do ar de secagem no teor e na composição química do óleo essencial de capim-limão (Cymbopogon citratus (D.C.) Stapf)*. Dissertação (Mestrado) - Viçosa – MG, Universidade Federal de Viçosa - UFV, 77p.
- Martins, C.M. (2012) *Estudo químico atividade antioxidante, atividade antimicrobiana e análise do óleo essencial da espécie Kielmeyera coriacea Mart. & Zucc (pau-santo) do cerrado*. Dissertação (Mestrado em Química) – Uberlândia – MG, Universidade Federal de Uberlândia – UFU, 116p.
- Martins, E.R., Castro, D.M. de; Castellani, D.C., Dias, J.E. (2000) *Plantas medicinais*. Viçosa: Editora UFV: Universidade Federal de Viçosa, 220p.
- Matos, F.J.A. (2002) *Farmácias vivas: sistema de utilização de plantas medicinais projetado para pequenas comunidades*. Fortaleza: Universidade Federal do Ceará, 267p.
- Matos, F.J.A, Oliveira, F. (1998) *Lippia sidoides* Cham: farmacognosia, química e farmacologia. *Revista Brasileira de Farmacognosia*, 70 (3-4):84-87.
- Megraj, K.V.K., Raju, K., Balaraman, R., Meenakshisundaram, K. (2011) Biological activities of some Indian medicinal plants. *Journal of Advanced Pharmacy Education & Research*, 1:12-44.
- Melo, E.C., Radünz, L.L., Melo, R.C.A. (2004) Influência do processo de secagem na qualidade de plantas medicinais, revisão. *Engenharia na Agricultura*, 12(4):307-315.
- Melo, M.T.P., Carvalho Júnior, W.G.O., Souza, M.F., Figueiredo, L.S., Martins, E.R. (2011) Produção de fitomassa e teor de óleo essencial de folhas de alecrim-pimenta (*Lippia sidoides* Cham.) em diferentes espaçamentos de plantio. *Revista Brasileira de Plantas Medicinai*, 13(2):230-234.
<http://dx.doi.org/10.1590/S1516-05722011000200016>
- Miguel, L.M. (2012) *A biodiversidade na indústria de cosméticos: contexto internacional e mercado brasileiro*. Tese (Doutorado em Geografia Humana) – São Paulo – SP, Universidade de São Paulo – USP, 259p.
<https://dx.doi.org/10.11606/T.8.2013.tde-12062013-112427>
- Mejri, J., Abderrabba, M., Mejri, M. (2010) Chemical composition of the essential oil of *Ruta chalepensis* L: Influence of drying, hydro-distillation duration and plant parts. *Industrial Crops and Products*, 32: 671-673.
<https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2010.05.002>
- Menon, A.N., Padmakumari, K.P., Kutty, B.S., Sumathikutty, M.A., Sreekumar, M.M. (2007) Effects of processing on the flavor compounds of Indian fresh ginger

(*Zingiber Offinale* Roscoe). *Journal of Essential Oil Research*, 19: 105-109. DOI: 10.1080/10412905.2007.9699240

- Miranda, V.C. (2012) *Influência de condições de secagem, sombreamento, horário de colheita e procedência das plantas sobre o teor de óleo essencial de Cymbopogon citratus* (D.C) Stapf. Dissertação (Mestrado em Produção Vegetal) – Gurupi – TO, Universidade Federal do Tocantins – UFT, 40p.
- Monteiro, M.V.B., Leite, A.K.R.M., Bertini, L.M., Morais, S.M., Nunes-Pinheiro D.C.S. (2007) Topical anti-inflammatory, gastroprotective and antioxidant effects of the essential oil of *Lippia sidoides* Cham. leaves. *Journal of Ethnopharmacology*, 111(2):378-382. <https://doi.org/10.1016/j.jep.2006.11.036>
- Morais, L.A.S. (2009) Influência dos fatores abióticos na composição química dos óleos essenciais. *Horticultura Brasileira*, 27(2): S4050-S4063. Suplemento: CD-ROM.
- Morais L.A.S., Castanha, R.F. (2012) Composição química do óleo essencial de manjeriço naturalmente submetido ao ataque de cochonilhas. *Horticultura Brasileira*, 30: S2178-S2182.
- Nagendra chari, K.L., Manasa, D., Srinivas, P., Sowbhagya, H.B. (2013) Enzyme assisted extraction of bioactive compounds from ginger (*Zingiber officinale* Roscoe). *Food Chemistry*, 139(1-4):509-514. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2013.01.099>
- Navarrete, A., Wallraf, S., Mato, R.B., Cocero, M.J. (2011) Improvement of essential oil steam distillation by microwave pretreatment. *Industrial e Engineering Chemistry Research*. 50(8):4667-4671. <https://doi.org/10.1021/ie102218g>
- Negrelle, R.R.B, Elpo, E.R.S., Rucker, N.G.A. (2005) Análise prospectiva do agronegócio gengibre no estado do Paraná. *Horticultura Brasileira* [online], 23(4):1022-1028. <http://dx.doi.org/10.1590/S0102-05362005000400033>.
- Nicácio, G.L.S., Moura, S.C., Costa, J.V.J., Sena, C.R., Cruz, T.B.F., Lopes, G.N.M., Cecílio, A.B. (2018) Breve revisão sobre as propriedades fitoterápicas do *zingiber officinale* Roscoe – o gengibre. *Sinapse Múltipla*, 7(2): 74-80.
- Nostro, A., Blanco, A.R.; Cannatelli, M.A., Enea, V.; Flamini, G., Morelli, I., Sudano Rocco, A., Alonzo V. (2004) Susceptibility of methicillin-resistant staphylococci to oregano essential oil, carvacrol and thymol. *FEMS Microbiol Lett.*, 230(2):191-195. [https://doi.org/10.1016/S0378-1097\(03\)00890-5](https://doi.org/10.1016/S0378-1097(03)00890-5)
- Nostro, A., Papalia, T. (2012) Antimicrobial activity of carvacrol: current progress and future perspectives. *Recent Patents on Anti-Infective Drug Discovery*, 7: 28-35.
- Nunes, R.S. (1999) *Desenvolvimento galênico de produtos de uso odontológico (creme dental e enxaguatório bucal) à base de Lippia sidoides*. Verbenaceae –

alecrim pimenta. Dissertação (Mestrado em Ciências Farmacêuticas) – Recife – PE, Universidade Federal de Pernambuco – UFPE, 300p.

- O'Hara, M., Kiefer, D., Farrell, K., Kemper, K. (1998) A review of 12 commonly used medicinal herbs. *Archives of Family Medicine*, 7(6): 523- 536.
- Oliveira, G.H.H., Aragão, D.M.S., Oliveira, A.P.L.R., Silva, M.G., Gusmão, A.C.A. (2015) Modelagem e propriedades termodinâmicas na secagem de morangos. *Brazilian Journal Food Technology*, 18(4):314-321.
<https://doi.org/10.1590/1981-6723.5315>
- Oliveira, G.L., Figueiredo, L.S., Martins, E.R., Costa, C.A. (2008) Enraizamento de estacas de *Lippia sidoides* Cham. utilizando diferentes tipos de estacas, substratos e concentrações do ácido indolbutírico. *Revista Brasileira de Plantas Mediciniais*, 10(4):12-17.
- Oliveira, M.T.R. (2011) *Secagem e qualidade do óleo essencial de Pectis brevipedunculata* (Gardner) Sch. Bip. Tese (Doutorado em Produção Vegetal) – Campos dos Goytacazes – RJ, Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro – UENF, 197p.
- Oliveira, M.T.R., Berbert, P.A., Matos, C.R.R., Mathias, L., Moreira, R.O. (2011) Efeito da temperatura do ar de secagem sobre o teor e a composição química do óleo essencial de *Pectis brevipedunculata*. *Química Nova*, 34(7): 1200-1204.
<https://dx.doi.org/10.1590/S0100-40422011000700018>
- Oliveira, S.S., Hanada, R.E., Brito, R.S. (2019) Composição química e atividade antifúngica do óleo essencial de *Zingiber officinale* Roscoe sobre *Colletotrichum theobromicola*, causador da antracnose da cebolinha (*Allium fistulosum*). *Scientia Naturalis*, 1(1): 32-40.
- Oliveira A.R.M.F., Jezler C.N., Oliveira R.A., Mielke M.S., Costa L.C.B. (2012) Determinação do tempo de hidrodestilação e do horário de colheita no óleo essencial de menta. *Horticultura Brasileira*, 30 (1): 155-159.
<http://dx.doi.org/10.1590/S0102-05362012000100026>
- Padma, V.V., Christie, S.A.D., Ramkuma, K.M. (2007) Induction of apoptosis by ginger in HEP-2 cell line is mediated by reactive oxygen species. *Basic e Clinical Pharmacology e Toxicology*, 100(5): 302-307.
<https://doi.org/10.1111/j.1742-7843.2007.00046.x>
- Paulus D., Valmorbidia R., Toffoli E., Nava, G.A. (2013) Teor e composição química de óleo essencial de cidró em função da sazonalidade e horário de colheita. *Horticultura Brasileira*, 31: 203-209. <http://dx.doi.org/10.1590/S0102-05362013000200005>.
- Pavarini, D.P., Silva, D.B., Lopes, J.L.C., Lopes, N.P. (2012) Substâncias voláteis: técnicas de extrações das clássicas às avançadas. In: Souza, G.H.B., Mello, J.C.P., Lopez, N.P. (org.): *Revisões em processos e técnicas avançadas de isolamento e determinação estrutural de ativos de plantas medicinais*. Ouro Preto: Editora UFOP, p 19-54.

- Peres, W.B., Peske, S.T. (2016) Secagem de sementes – Tipo de secadores. *SEEDnews*, 20(6): sem paginação. <https://www.linkedin.com/pulse/secagem-de-sementes-tipos-secadores-revista-seednews> em 10/12/18.
- Pilau, M.R., Alves, S.H. Weiblen, R., Arenhart, S., Cueto, A.P., Lovato, L.T. (2011) Antiviral activity of the *Lippia graveolens* (Mexican oregano) essential oil and its main compound carvacrol against human and animal viruses. *Brazilian Journal of Microbiology*, 42(4):1616-1624.
<http://dx.doi.org/10.1590/S1517-83822011000400049>
- Povh, N.P., Garcia, C.A., Marques, M.O.M. Meireles, M.A.A. (2001) Extraction of essential oil and oleoresin from chamomile (*Chamomilla recutita* [L.] Rauschert) by steam distillation and extraction with organic solvents: a process design approach. *Revista Brasileira de Plantas Mediciniais*, 4(1):1-8.
- Prato, T.S. (2010) *Influência da secagem sobre compostos medicinais e de pungência do gengibre*. Dissertação (Mestrado em Engenharia e Ciência de Alimento) - São José do Rio Preto – SP. Universidade Estadual Paulista, 84p.
- Queiroga, C.L., Fukai, A., Marsaioli, A.J. (1990) Composition of the essential oil of vassoura. *Journal of the Brazilian Chemical Society*, 1(3): 105-109.
<http://dx.doi.org/10.5935/0103-5053.19900023>
- Radünz, L.L. (2004) *Secagem de alecrim pimenta, guaco e hortelã comum sobre diferentes temperaturas e sua influência na quantidade e qualidade dos princípios ativos*. Tese (Doutorado em Engenharia Agrícola) – Viçosa – MG. Universidade Federal de Viçosa – UFV, 90p.
- Radünz, L.L., Melo, E.C., Claudio, L. Garcia, L.M.N (2006) Influência da temperatura do ar de secagem no rendimento do óleo essencial de hortelã – comum (*Mentha X Vilosa* HUNDS). *Engenharia na Agricultura*, 14(4): 250- 257.
- Raggi, L. (2013) *Teor, composição química e atividade biológica de óleos voláteis de Sphagneticola trilobata (L.) Pruski e Porophyllum ruderale (Jacq.) Cass. (Asteraceae)*. Tese (Doutorado em Biodiversidade Vegetal e Meio Ambiente) – São Paulo – SP, Instituto de Botânica da Secretaria do Meio Ambiente, 147p.
- Ramos, M.F.S., Siani, A.C.; Souza, M.C., Rosas, E.C., Henriques, M.G.M.O. (2006) Avaliação da atividade antiinflamatória dos óleos essenciais de cinco espécies de Myrtaceae. *Fitos*, 2(2):58-66.
- Raut, J.S., Karuppayil, S.M. (2014) A Status Review on the Medicinal Properties of Essential Oils. *Industrial Crops and Products*, 62, 250-264.
<https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2014.05.055>
- Rehman, R., Akram, M., Akhtar, N., Jabeen, Q., Saeed, T S., Ali Shah, M., Ahmed, K., Shaheen, G., Asi, H. M. (2011) *Zingiber officinale* Roscoe (pharmacological activity). *Journal of Medicinal Plants Research*, 5(3): 344-348.

- Robbers, J.E., Speedie, M.K., Tyler, V.E. (1996) *Pharmacognosy and pharmacobiotechnology*. 9. ed. Ann Arbor: Williams & Wilkins, 337p.
- Rocha, P.R. (2011) *Avaliação do teor e da composição do óleo essencial de Cymbopogon citratus e Thymus vulgaris submetidos a processos de secagem e armazenamento*. Tese (Doutorado em Engenharia Agrícola) – Viçosa – MG, Universidade Federal de Viçosa – UFV, 149p.
- Rocha, R.P., Melo, E.C., Barbosa, L.C.A., Corbín, J.B., Berbet, P.A (2012) Influência do processo de secagem sobre os principais componentes químicos do óleo essencial de tomilho. *Revista Ceres*, 59(5): 731-737.
<http://dx.doi.org/10.1590/S0034-737X2012000500021>.
- Rocha-Guzmán, N.E., Gallegos-Infante J.A., González-Laredo R.F., Ramos-Gómez, M., Rodríguez-Muñoz, M.E., Reynoso-Camacho, R., Rocha-Uribe, A., Roque-Rosales, M.R. (2007) Antioxidant effect of orégano (*Lippia berlandieri* v. Shauer) essential oil and mother liquors. *Food Chemistry*, 102(1):330-335.
<https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2006.05.024>
- Rosado, L.D.S., Pinto, J.E.B.P., Botrel, P.P., Bertolucci, S.K.V., Niculau, E.S., Alves, P.B. (2011) Influência do processamento da folha e tipo de secagem no teor e composição química do óleo essencial de manjerição cv. Maria Bonita. *Ciência e Agrotecnologia*, 35(2): 291-296.
<http://dx.doi.org/10.1590/S1413-70542011000200009>
- Sacchetti, G., Maietti, S., Muzzoli, M., Scaglianti, M., Manfredini, S., Radice, M., Bruni, R. (2005) Comparative evaluation of 11 essential oils of different origin as functional antioxidants, antiradicals and antimicrobials in foods. *Food Chemistry*, 91(4):621-632. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2004.06.031>
- Sakamura, F. (1987) Changes in volatile constituents of *Zingiber officinale* rhizomes during storage and cultivation. *Phytochemistry*, 26(8): 2207-2212.
[https://doi.org/10.1016/S0031-9422\(00\)84685-3](https://doi.org/10.1016/S0031-9422(00)84685-3)
- Salgueiro, L., Martins, A.P., Correia, H. (2010) Raw materials: the importance of quality and safety. A review. *Flavour and Fragrance Journal*, 25:253-271.
<https://doi.org/10.1002/ffj.1973>
- Salmon, C.N.A., Bailey-Shaw, Y.A., Hibbert, S., Green, C., Smith, A.M., Williams, L.A.D. (2012) Characterisation of cultivars of Jamaican Ginger (*Zingiber officinale* Roscoe) by HPTLC and HPLC. *Food Chemistry*, 131, 1517-1522.
<https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2011.09.115>
- Santana, T.C.P., Blank, A.F., Vieira, S.D., Arrigoni-Blank, M.F., Jesus, H.C.R., Alves, P.B. (2010) Influência do armazenamento de folhas secas no óleo essencial de patchouli (*Pogostemon cablin* Benth.). *Química Nova*, 33(6): 1263-1265. <http://dx.doi.org/10.1590/S0100-40422010000600008>
- Santos, A.G.S., Dutra, K.A., Dutra, M.T.D., Silva, F.S.V.C.B., Maranhão, C. A., Navarro, D.M.A.F., Frutuoso, M.N.M.A., Brandão, S.S.F. (2015) Plantas medicinais comercializadas no Mercado Público de Casa Amarela - Recife - PE:

influência do modo de conservação na composição química do óleo essencial. *Holos*: 1: 36-48. <https://dx.doi.org/10.15628/holos.2015.2671>

Santos, F.R. (2016) *Estudo comparativo dos óleos essenciais de espécies da família myrtaceae através do perfil cromatográfico, análise multivariada e atividades biológicas*. Tese (Doutorado em Química) – Seropédica – RJ, Universidade Federal Rural do Rio de Janeiro – UFRRJ, 115p.

Santos, V.S., Silva, P.H., Pádua, L.E. (2018) Bioatividade do óleo essencial de *Lippia sidoides* Cham. (alecrim-pimenta) sobre *Callosobruchus maculatus* (Fabr.) (Coleoptera: Crysomelidae). *EntomoBrasilis*, 11(2):113-117. <http://dx.doi.org/doi:10.12741/ebrasilis.v11i2.737>

Santurio, D.F., Costa, M.M., Maboni, G., Cavalheiro, C.P., Sá, M.F., dal Pozzo, M., Alves, S.H., Fries, L.L.M. (2011) Atividade antimicrobiana de óleos essenciais de condimentos frente a amostras de *Escherichia coli* isoladas de aves e bovinos. *Ciência Rural*, 41(6):1051-1056.

Sarto, M.P.M., Zanusso Junior, G. (2014) Atividade antimicrobiana de óleos essenciais. *Revista UNINGÁ Review*, 20(1):98-102.

Segundo, V.C.V., Vasconcelos, A.A., Innecco, R. (2014) Influência do período de armazenamento e embalagens na conservação de capim santo (*Cymbopogon citratus*). *Enciclopédia Biosfera*: 10(19): 1208.

Sellami, I.H., Wannes, W.A., Bettaieb, I., Berrima. S., Chahed, T., Marzouk, B., Limam, F. (2011) Qualitative and quantitative changes in the essential oil of *Laurus nobilis* L. leaves as affected by different drying methods. *Food Chemistry*, 126: 691-697. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2010.11.022>

Semen, E., Hizioglu, S. (2005) Production, yield and derivatives of volatile oils from eastern redcedar (*Juniperus virginiana* L.). *American Journal of Environmental Sciences*, 1(2):133-138. <http://dx.doi.org/10.3844/ajessp.2005.133.138>

Silva, F. (2005) *Avaliação do teor e da composição química do óleo essencial de plantas medicinais submetidas a processos de secagem e armazenamento*. Tese (Doutorado em Engenharia Agrícola) – Campinas – SP, Universidade Estadual de Campinas – UNICAMP, 152p.

Silva, F., Casali, V.W.D. (2000) *Plantas medicinais e aromáticas: pós-colheita e óleos essenciais*. 1. ed. Viçosa: Arte Livros, 135p.

Silva, J.M. (2011) Secagem de pedaços cúbicos de goiaba em leito de jorro. Tese (Doutorado em Engenharia de Processos) – Campina Grande – PB, Universidade Federal de Campina Grande – UFCG, 110p.

Silva, J.S., Afonso, A.D.L., Donzelles, S.M.L. (2000) Secagem e secadores. In: Silva, J.S. (ed.) *Secagem e armazenagem de produtos agrícolas*. Viçosa: Editora Aprenda Fácil, p.107-138.

- Silva, F. (2005) *Avaliação do teor e da composição química do óleo essencial de plantas medicinais submetidas a processos de secagem e armazenamento*. Tese (Doutorado) – Universidade Estadual de Campinas, Faculdade de Engenharia Agrícola – Campinas – SP, 152p.
- Simões, C.M.O., Spitzer, V. (2004) Óleos voláteis. Capítulo 18. *In: Simões, C.M.O., Schenkel, E.P., Gosmann, G., Mello, J.C.P., Mentz, L.A., Petrovick, P.R. (eds.) Farmacognosia: da planta ao medicamento*. 5. ed. rev. ampl. Porto Alegre/Florianópolis: Editoras da UFRGS/UFSC. 1102p.
- Simões, C. M. O. (2010) *Farmacognosia: da planta ao medicamento*. 6 ed. Florianópolis/ Porto Alegre: Ed. UFRGS / UFSC. 1104 p
- Soares, R.D., Chaves, M.A., Silva, A.A.L., Silva, M.V., Souza, B.S. (2007) Influência da temperatura e velocidade do ar na secagem de manjeriço (*Ocimum basilicum* L.) com relação aos teores de óleos essenciais e de linalol. *Ciência Agrotécnica*, 31(4):1108-1113.
- Soares, B.V., Dias, M.T. (2013) Espécies de *Lippia* (Verbenaceae), seu potencial bioativo e importância na medicina veterinária e aquicultura. *Macapá*, 3(1): 109-123. DOI: <http://dx.doi.org/10.18561/2179-5746/biotaamazonia.v3n1p109-123>
- Solórzano, S.F., Miranda, N.M.G. (2012) Essential oils from aromatic herbs as antimicrobial agents. *Current Opinion in Biotechnology*, 23(2):136-141.
- Souza, S.A.M., Meira, M.R., de Figueiredo, L.S., Martins, E.R. (2010) Óleos essenciais: aspectos econômicos e sustentáveis. *Enciclopédia Biosfera*, 6(10). Centro Científico Conhecer, Goiânia – GO.
- Stafford, G.I., Jäger, K., van Staden, J. (2005) Effect of storage on the chemical composition and biological activity of several popular South African medicinal plants. *Journal of Ethnopharmacology*, 97(1): 107-115. <https://doi.org/10.1016/j.jep.2004.10.021>
- Stashenko, E.E., Jaramillo, B.E., Martinez, J.R. (2003) Comparison of different extraction methods for the analysis of volatile secondary metabolites of *Lippia alba* (Mill.) N.E. Brown, grown in Colombia, and evaluation of its in vitro antioxidant activity, *J Chromatogr A*, 1025:93-103. <https://doi.org/10.1016/j.chroma.2003.10.058>
- Steffens, A.H. (2010) Estudo da composição química dos óleos essenciais obtidos por destilação por arraste a vapor em escala laboratorial e industrial. Dissertação (Mestrado em engenharia de materiais) – Pontifícia Universidade Católica do Rio Grande do Sul, Porto Alegre- RS, 68p.
- Surh, Y.J. (2003) Cancer chemoprevention with dietary phytochemicals. *Nature Reviews. Cancer*, 3(10): 768-780. <https://doi.org/10.1038/nrc1189>
- Taiz, L., Zeiger, E. (2004) *Fisiologia vegetal*, 3. ed. Porto Alegre: Artmed. 719p.

- Teske, M., Trentini, A.M.M. (1997) *Herbarium: compêndio de fitoterapia*. 3. ed. Curitiba: Herbarium Lab. Bot., 317p.
- Thomson, M., Al-Qattan, K.K., Al-Sawan, S.M., Alnaqeeb, M.A., Khan, I., Ali, M. (2002) The use of ginger (*Zingiber officinale* Roscae.) as a potential antiinflammatory and antithrombotic agent. *Prostaglandins Leukot Essent Fatty Acids*, 67(6):475-478. <https://doi.org/10.1054/plef.2002.0441>
- Tjendraputra, E., Tran, V.H., Liu-Brennan, D., Roufogalis, B.D., Duke, C.C. (2001) Effect of ginger constituents and synthetic analogues on cyclooxygenase-2 enzyme in intact cells. *Bioorganic Chemistry*, 29(3):156-63. <https://doi.org/10.1006/bioo.2001.1208>
- Vaz, I.F.S. (2014) Principais plantas em dermatologia. Dissertação (Mestrado em Integração em Ciências Farmacêutica) – Universidade do Algarve, 80p.
- Venskutonis, P.R. (1997) Effect of drying on the volatile constituents of thyme (*Thymus vulgaris* L.) and sage (*Salvia officinalis* L.). *Food Chemistry*, 59(2):219-227. [https://doi.org/10.1016/S0308-8146\(96\)00242-7](https://doi.org/10.1016/S0308-8146(96)00242-7)
- Veras, H.N., Araruna, M.K., Costa, J.G., Coutinho, H.D., Kerntopf, M.R., Botelho, M.A., Menezes, I.R. (2013) Topical antiinflammatory activity of essential oil of *Lippia sidoides* cham: possible mechanism of action. *Phytotherapy Research*, 27(2):179-185. <https://doi.org/10.1002/ptr.4695>
- Veras, H.N.H., Rodrigues, F.F.G., Colares, A.V., Menezes, I.R.A., Henrique, D.M., Botelho, M.A., Costa, J.G.M. (2012) Synergistic antibiotic activity of volatile compounds from the essential oil of *Lippia sidoides* and thymol, 83 (3): 508-512. <https://doi.org/10.1016/j.fitote.2011.12.024>
- Verma, R.S., Padalia, R.C., Chauhan, A. (2014) Essential oil composition of *Aegle marmelos* (L.) Correa: chemotypic and seasonal variations. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 94(9):1904-1913. <https://doi.org/10.1002/jsfa.6510>
- Vilela, C.A.A., Artur, P.O. (2008) Secagem do açafrão (*Curcuma longa* L.) em diferentes cortes geométricos. *Ciências e Tecnologia de Alimentos*, 28(2):387-394. <http://dx.doi.org/10.1590/S0101-20612008000200018>
- Wang, C.C., Chen, L.G., Lee, L.T., Yang, L.L. (2003) Effects of 6-gingerol, an antioxidant from ginger, on inducing apoptosis in human leukemic HL-60 cells. *In Vivo*, 17 (6): 641-645.
- Wei, Q.Y., Ma, J.P., Cai Y.J., Yang, L., Liu, Z.L. (2005) Cytotoxic and apoptotic activities of diarylheptanoids and gingerol-related compounds from the rhizome of Chinese ginger. *Journal of Ethnopharmacology*, 102(2):177-184. <https://doi.org/10.1016/j.jep.2005.05.043>
- Wohlmuth, H., Leach D.N., Smith, M.K., Myers, S.P. (2005) Gingerol content of diploid and tetraploid clones of ginger (*Zingiber officinale* Roscoe). *Journal of*

Agricultural and Food Chemistry, 53(14): 5772-5778.
<http://dx.doi.org/10.1021/jf050435b>

Wolffenbüttel, A.N. (2011) *Base da química dos óleos essenciais e aromaterapia: abordagem técnica e científica*. São Paulo: Roca, 312p.

Zancan, K.C., Marques, M.O.M., Petenate, A.J., Meireles, M.A.A. (2002) Extraction of ginger (*Zingiber officinale* Roscoe) oleoresin with CO₂ and co-solvents: a study of the antioxidant action of the extracts. *Journal of Supercritical Fluids*, 24(1):57-76. [https://doi.org/10.1016/S0896-8446\(02\)00013-X](https://doi.org/10.1016/S0896-8446(02)00013-X)

Zenebon, O., Pascuet, N.S., Tiglia, P. (Coord.). (2008) *Métodos físico-químicos para análise de alimentos*. 4 ed. (1ª edição digital). São Paulo: Instituto Adolfo Lutz, 1020p.

Zhang, X., Iwaoka, W.T., Huang, A.S., Nakamoto, S.T., Wong, R.J. (1994) Gingerol decreases after processing and storage of ginger. *Journal of Food Science*, 59(6): 1338-1340. <https://doi.org/10.1111/j.1365-2621.1994.tb14710.x>

Zick, S.M., Ruffin, M.T., Lee, J., Normolle, D.P., Siden, R., Alrawi, S., Brenner, D.E. (2009) Phase II trial of encapsulated ginger as a treatment for chemotherapy-induced nausea and vomiting. *Support Care Cancer*, 17(5): 563- 572. <https://doi.org/10.1007/s00520-008-0528-8>

APÉNDICE

APÊNDICE A

Tabela 1A. Quadrados médios e coeficientes percentuais de variação experimental para a variável rendimento em óleo essencial do alecrim-pimenta, para temperaturas de secagem de 40, 50 e 60 °C e períodos de armazenamento de zero, 1, 3 e 6 meses

Fontes de variação	GL	SQ	QM	F	SIG.	
Total	35	2,125956				
Temperatura	2	0,546572	0,273286	19,12	0,0000	*
Armazenamento	3	1,168822	0,389607	27,26	0,0000	*
Armaz. x Temper.	6	0,675611	0,112601	0,79	*****	ns
Resíduo	24	0,343000	0,142917			

* significativo em 5% de probabilidade pelo teste F

Tabela 2A. Quadrados médios e coeficientes percentuais de variação experimental para a variável rendimento em óleo essencial do gengibre, para temperaturas de secagem de 40, 50 e 60 °C e períodos de armazenamento de zero, 1, 3 e 6 meses

Fontes de variação	GL	SQ	QM	F	SIG.
Total	35	3,52479			
Temperatura	2	0,493766	0,246883	32,20	0,000*
Armazenamento	3	1,069989	0,356663	36,61	0,000*
Armaz. x Temper.	6	1,652545	0,03052	2,64	0,000*
Resíduo	24	0,308494	0.1285393E-01		

* significativo em 5% de probabilidade pelo teste F

Tabela 3A. Quadrados médios e coeficientes de percentuais de variação experimental para a variável proporção relativa (%) da área dos cinco principais constituintes do óleo essencial contido em folhas do alecrim-pimenta, em três repetições, para temperaturas de secagem de 40, 50 e 60 °C

Fontes de variação	GL	SQ	QM	F	SIG.	
Repetição	2	0,5690536	0,284526	0,745	*****	ns
Composto químico	4	48583,61	12145,90	31820,32	0,0000	*
Temperatura de secagem	3	3,147091	1,049030	2,748	0,0561	*
Composto químico*Temperatura	12	574,843	4,790358	125,500	0,0000	*
Resíduo	38	14,50470	0,381702			

* significativo em 5% de probabilidade pelo teste F; ns = não significativo

Tabela 4A. Análise de variância da proporção relativa (%) da área dos cinco principais componentes químicos do óleo essencial de alecrim-pimenta, em função da temperatura de secagem (40, 50 e 60 °C), do período de armazenamento (0, 1, 3 e 6 meses), e suas interações, empregando-se um único nível de velocidade do ar de secagem, 0,5 m s⁻¹. A análise foi realizada com os valores de percentual da área obtidos em três repetições

	FV	GL	SQ	QM	F	sig.
Total		179	163407,1			
Substância		4	162430,7	40607,68	*****	0,0000*
Período de armazenamento		3	7,739781	2,579927	5,54	0,0013*
Temperatura de secagem		2	11,10464	5,552322	11,92	0,0000*
Armazenamento x Subst		12	448,6684	37,38904	80,26	0,0000*
Temperatura x Subst		8	158,1216	19,76520	42,43	0,0000*
Temperatura x Armaz.		6	17,21380	2,868967	6,16	0,0000*
Temper x Armaz x Subst		24	277,6487	11,56870	24,83	0,0000*
Resíduo		120	55,89920	0.465826		
CV = 3,6924						

* significativo em 5% de probabilidade pelo teste F; ns = não significativo

Tabela 5A. Quadrados médios e coeficientes percentuais de variação experimental para a variável proporção relativa (%) da área dos oito principais constituintes do óleo essencial contido em rizomas de gengibre, em três repetições, para temperaturas de secagem de 40, 50 e 60 °C

Fontes de variação	GL	SQ	QM	F	SIG.	
Repetição	2	0,071902	0,035951	0,069	*****	ns
Composto químico	7	6,037571	1207,514	2317,1	0,00000	*
Temperatura de secagem	3	126,8607	42,2869	81,144	0,00000	*
Composto químico*Temperatura	21	1186,859	79,12392	121,831	0,00000	*
Resíduo	46	23,97206	0,521132	0,069	*****	

* significativo em 5% de probabilidade pelo teste F; ns = não significativo

Tabela 6A. Quadrados médios e coeficientes percentuais de variação experimental para a variável proporção relativa (%) da área dos oito principais constituintes do óleo essencial contido em rizomas de gengibre, em três repetições, para temperaturas de secagem de 40, 50 e 60 °C

Fontes de variação	GL	SQ	QM	F	SIG.	
Total	287	20386,04				
Composto químico	7	11688,25	1669,750	2728,1	0,0000	*
Armazenamento	3	243,4593	81,15312	132,60	0,0000	*
Temperatura de secagem	2	68,64449	34,32225	56,08	0,0000	*
Armazenam. x Composto	21	2178,248	103,7261	169,48	0,0000	*
Temperaturara x Composto	14	3167,942	226,2816	369,72	0,0000	*
Temperatura x Armazenamento	6	79,11210	13,18535	21,54	0,0000	*
Temperatura x Armaz. x Composto	42	2842,869	67,68736	110,59	0,0000	*
Resíduo	192	117,5107	0,612035			

CV = 8,7009

* significativo em 5% de probabilidade pelo teste F; ns = não significativo

APÊNDICE B

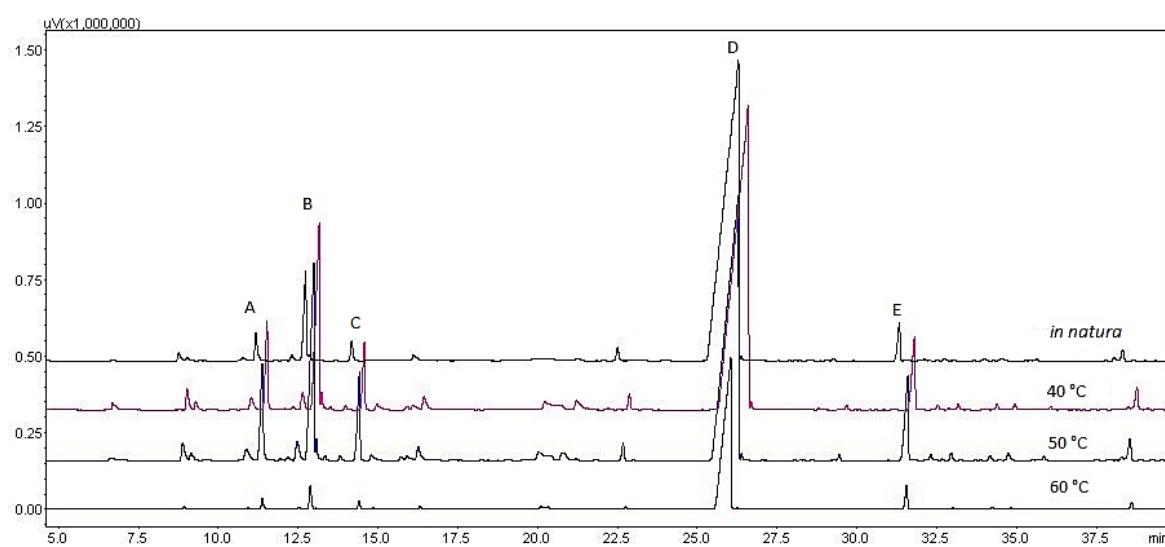


Figura 1B. Cromatogramas do óleo essencial de folhas de alecrim-pimenta, extraído pelo método de hidrodestilação, para amostras *in natura* e submetidas à secagem a 40, 50 e 60 °C. (A) mirceno; (B) p-cimeno, (C) γ -terpineno; (D) carvacrol, (E) e-cariofileno.

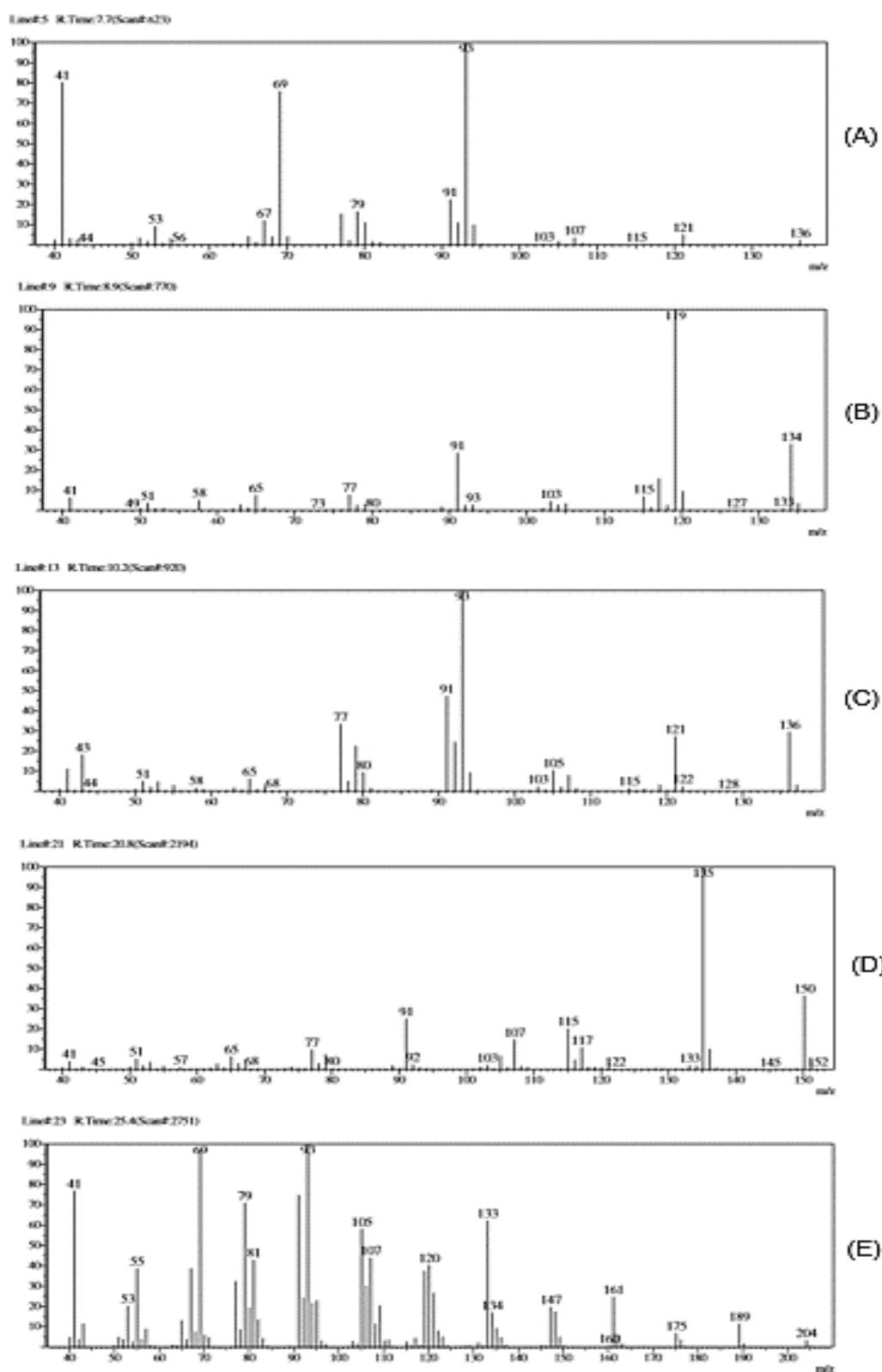


Figura 2B. Espectro de massa dos principais constituintes químicos encontrados no óleo essencial de folhas alecrim-pimenta *in natura* e secadas a 40, 50 e 60 °C. (A) mirceno; (B) p-cimeno, (C) γ-terpineno; (D) carvacrol, (E) e-cariofileno.

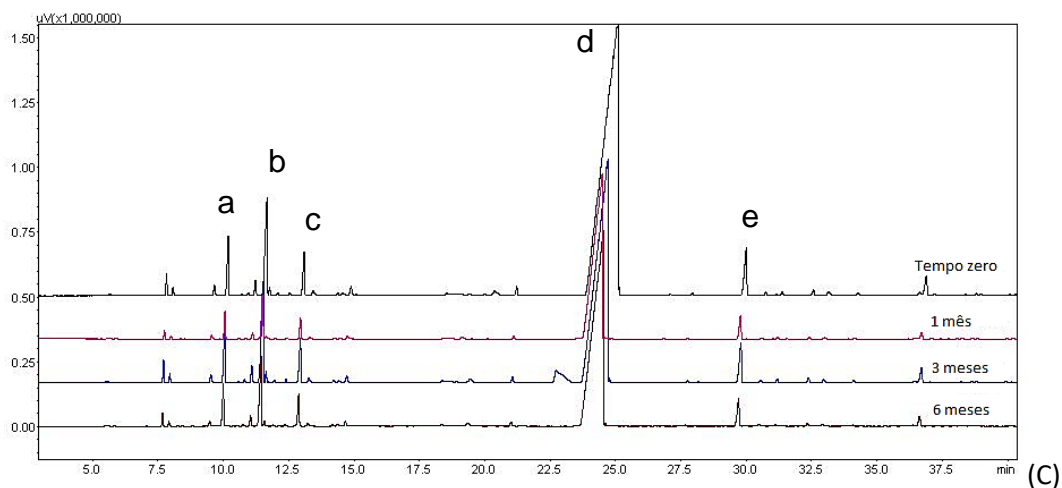
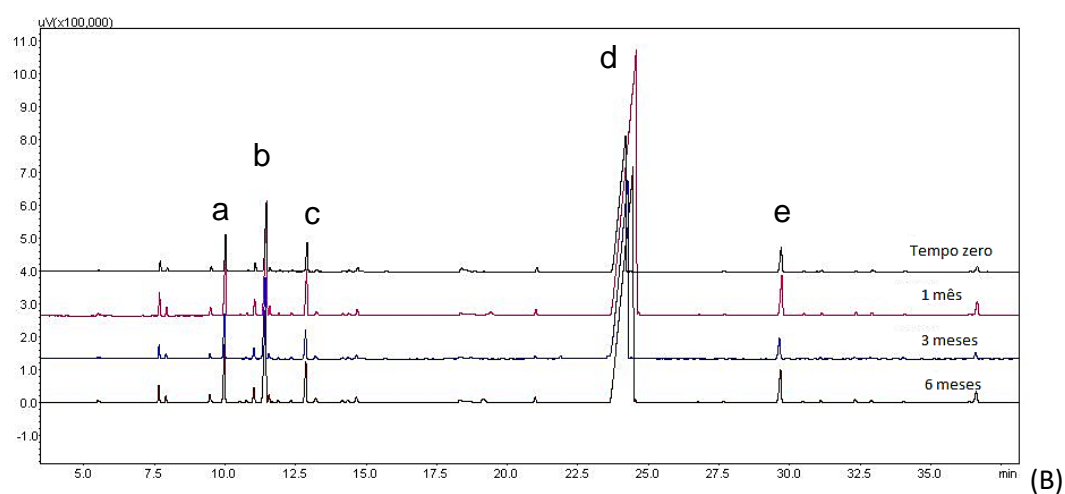
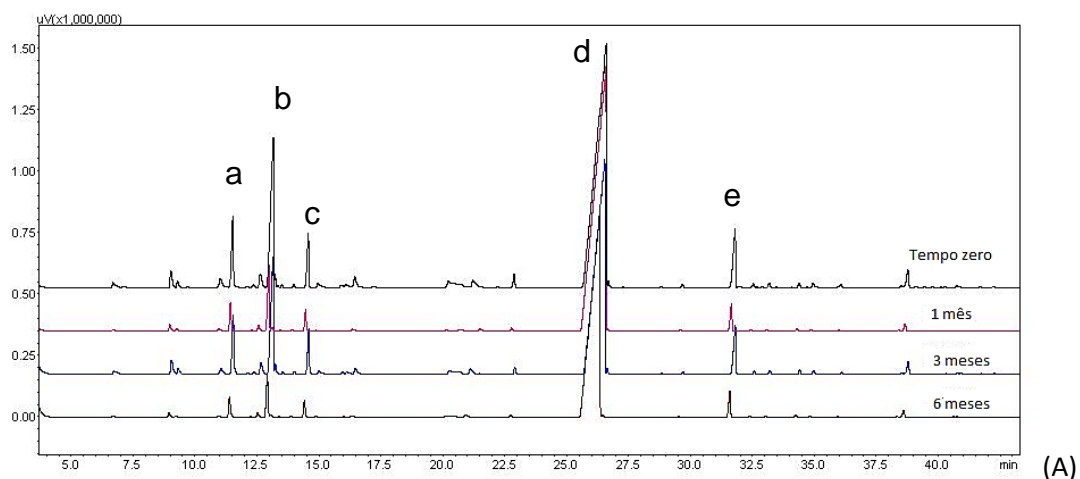


Figura 3B. Cromatogramas dos principais constituintes químicos (a) mirceno; (b) p-cimeno, (c) γ -terpineno; (d) carvacrol, (e) e-cariofileno, encontrados no óleo essencial de folhas alecrim-pimenta secadas a 40 °C (A), 50 °C (B) e 60 °C (C) e armazenadas por diferentes períodos de tempo: zero (imediatamente após a secagem), 1, 3 e 6 meses.

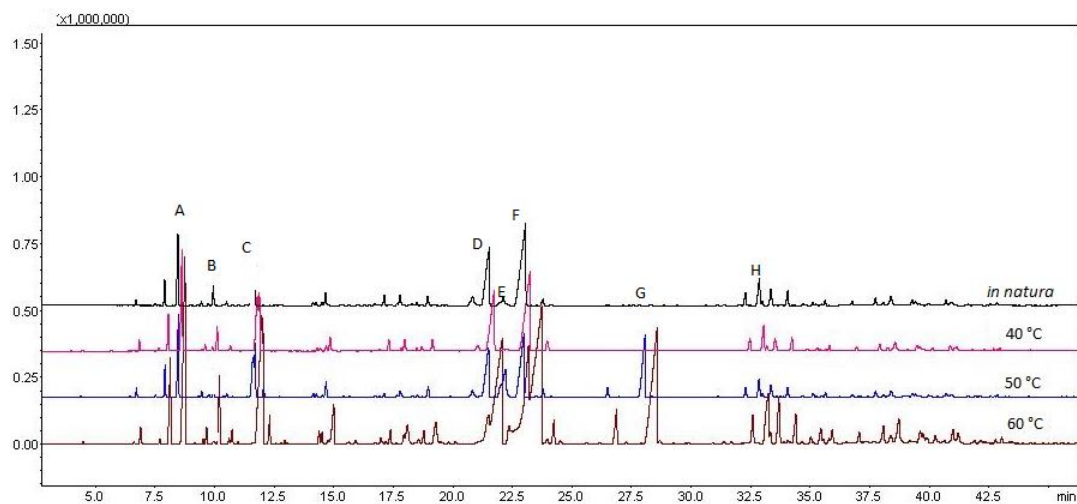


Figura 4B. Cromatogramas do óleo essencial de rizomas de gengibre, extraído pelo método de hidrodestilação, para amostras *in natura* e submetidas à secagem a 40, 50 e 60 °C. (A) canfeno; (B) β -felandreno; (C) 1,8-cineol; (D) neral; (E) geraniol; (F) geranial; (G) acetato de geranila; (H) α -zingibereno.

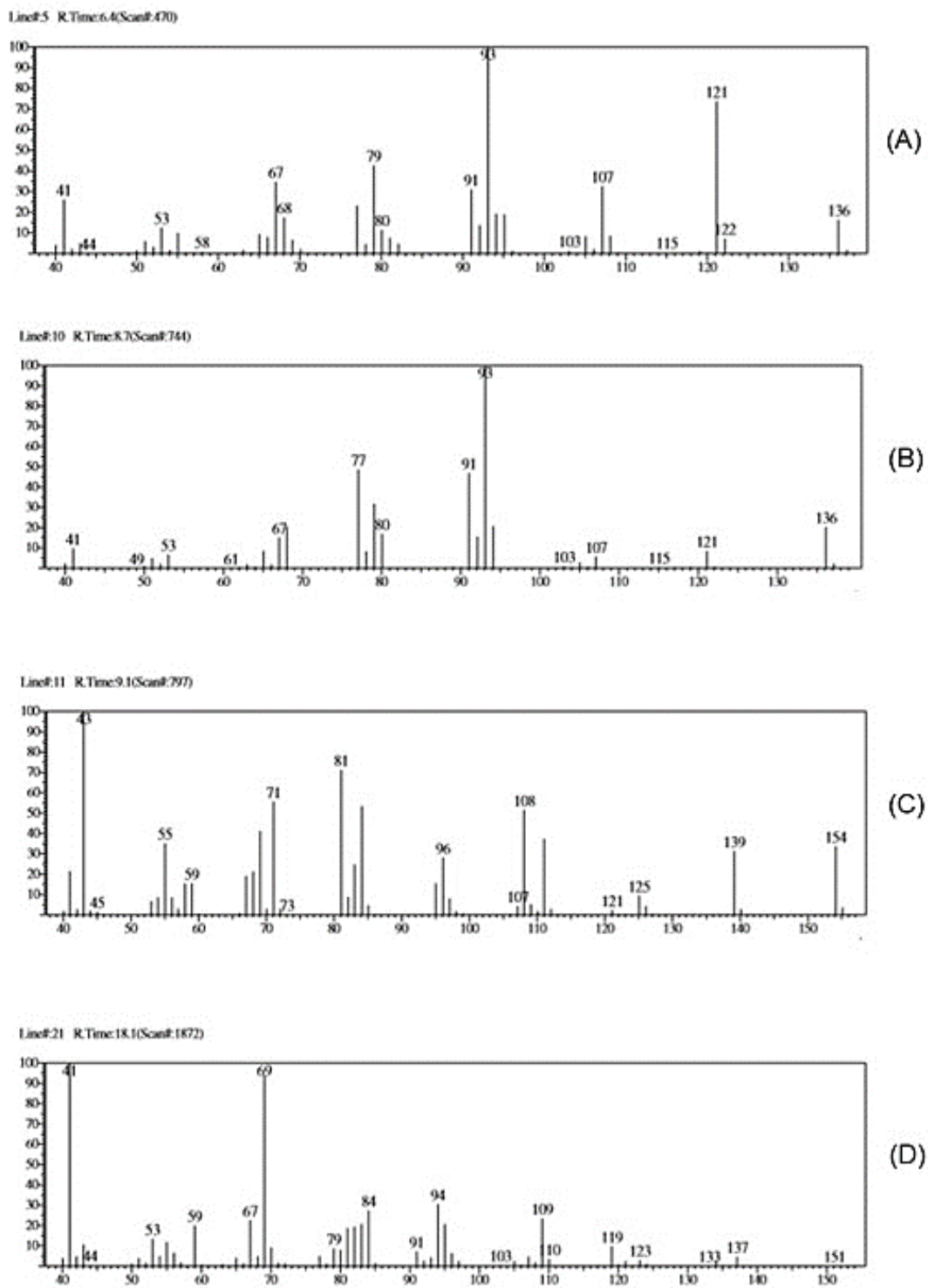


Figura 5B. Espectro de massa dos principais constituintes químicos encontrados no óleo essencial de rizomas de gengibre *in natura* e secadas a 40, 50 e 60 °C. (A) canfeno; (B) β -felandreno; (C) 1,8-cineol; (D) neral.

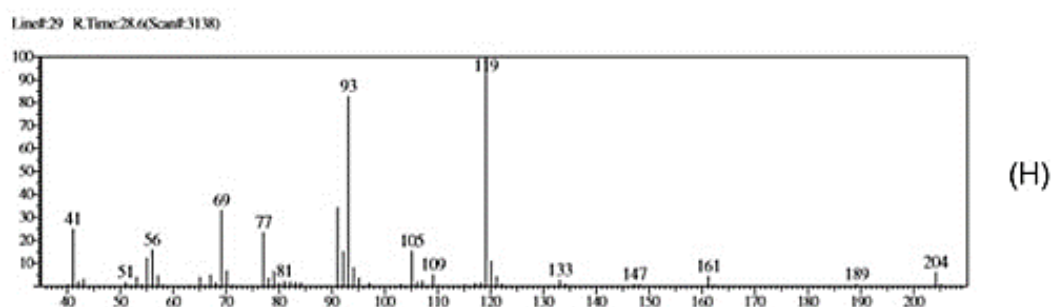
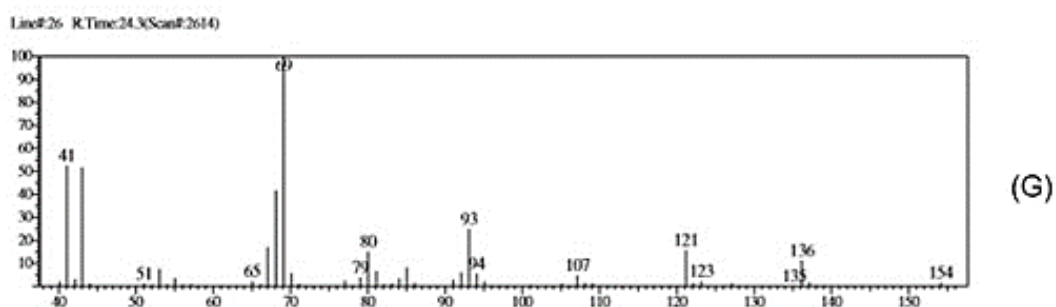
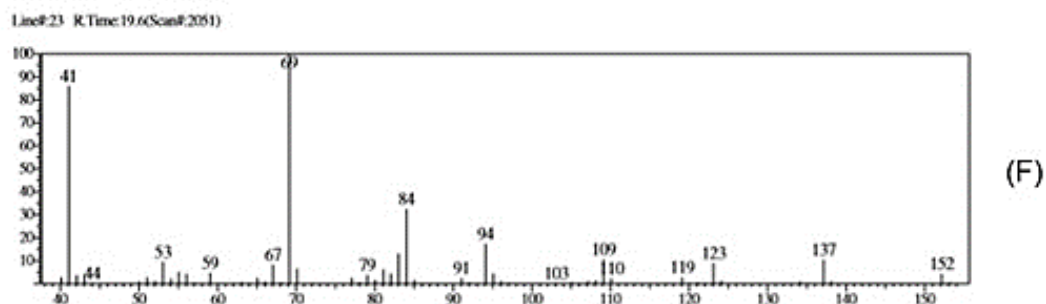
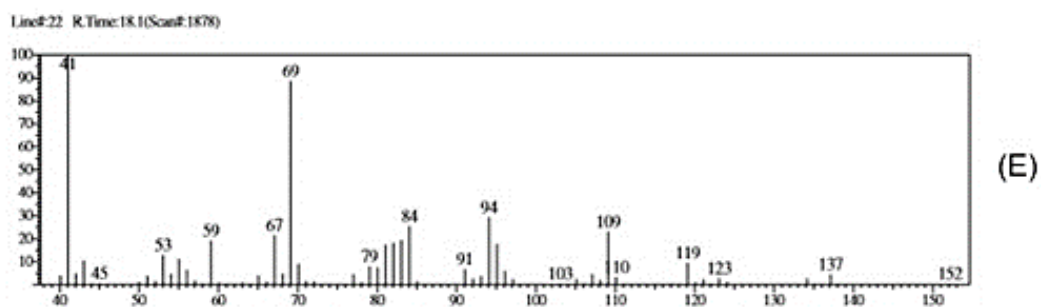


Figura 5B. (Continuação) Espectro de massa dos principais constituintes químicos encontrados no óleo essencial de rizomas de gengibre *in natura* e secadas a 40, 50 e 60 °C. (E) geraniol; (F) geranial; (G) acetato de geranila; (H) α -zingibereno.

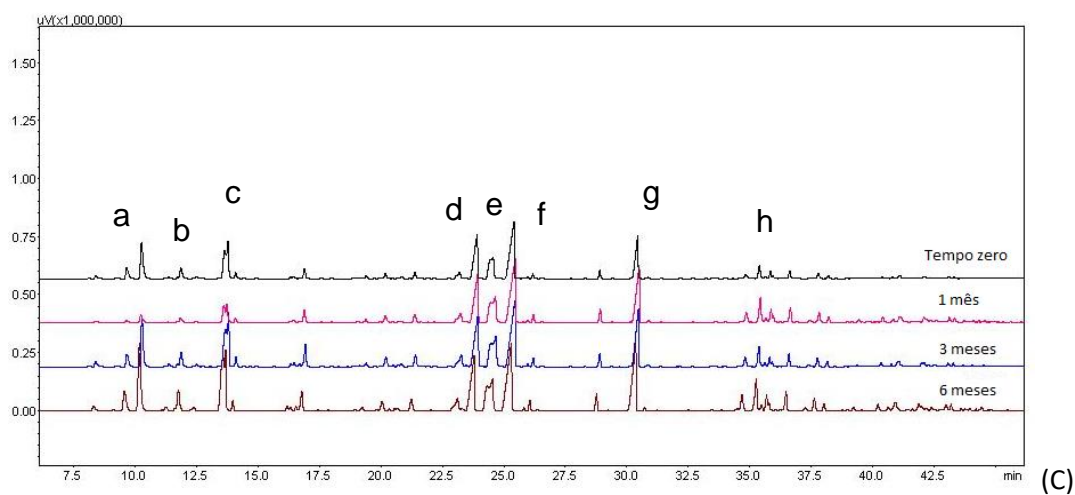
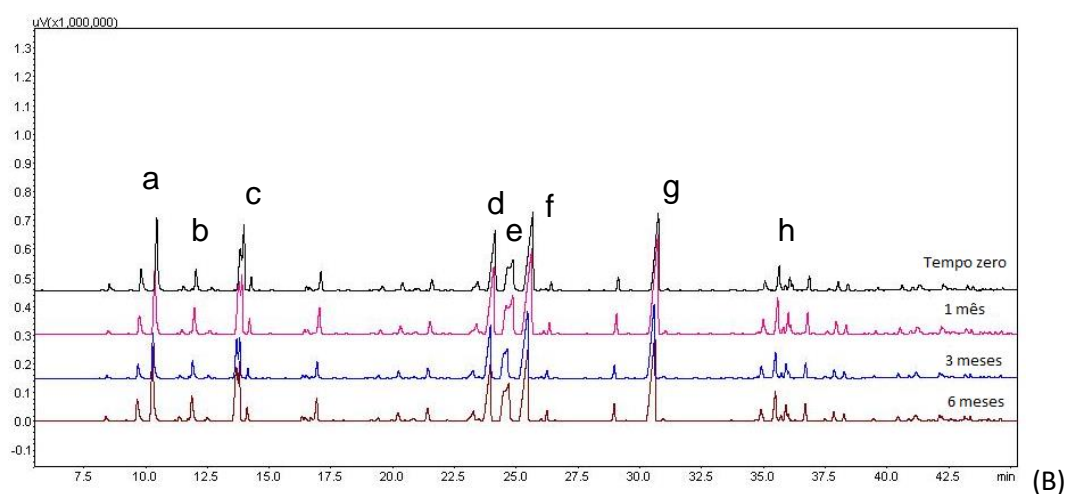
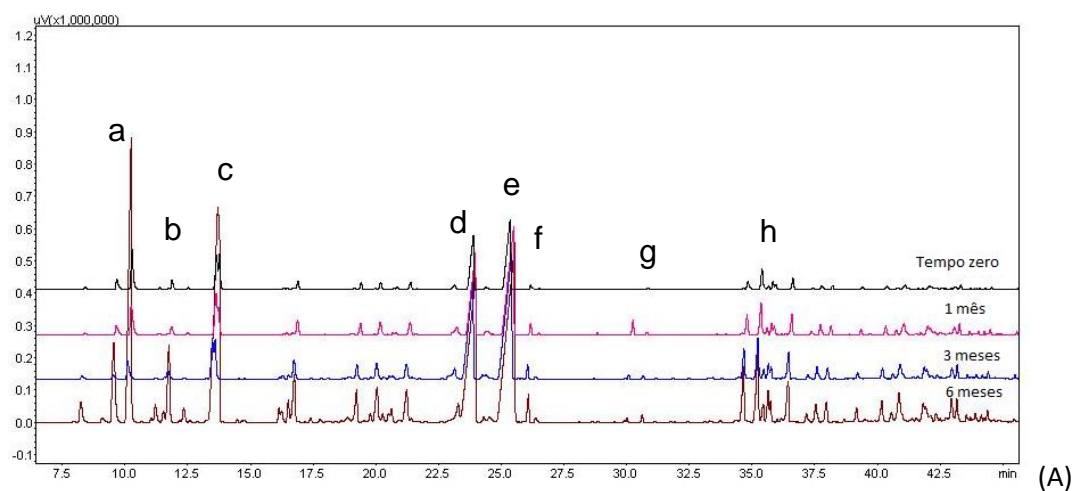


Figura 6B. Cromatogramas dos principais constituintes químicos (a) canfeno; (b) β -felandreno; (c) 1,8-cineol; (d) neral; (e) geraniol; (f) geranial; (g) acetato de geranila; (h) α -zingibereno, encontrados no óleo essencial de rizomas de gengibre secados a 40 °C (A), 50 °C (B) e 60 °C (C) e armazenados por diferentes períodos de tempo: zero (imediatamente após a secagem), 1, 3 e 6 meses.