

## **Efeito da vazão do CO<sub>2</sub> supercrítico durante o processo de fracionamento do óleo-resina de copaíba (*Copaifera officinalis*) e estudo da composição química da fração não adsorvida por cromatografia gasosa de alta resolução acoplada à espectrometria de massas.**

**Vanessa L. Gröber\*, Julian Martínez, Francisco M. Barrales, Carmen L. Queiroga, Marcus Bruno Forte, Jose L. P. Reategui**

### **Resumo**

O uso de fluidos supercríticos na extração de produtos naturais tem-se mostrado como uma grande potencial tecnologia apresentando inúmeras vantagens em relação à extração com solventes. O interesse no fracionamento de óleo-resina de copaíba deve-se ao fato da presença do cariofileno, composto responsável por propriedades terapêuticas anti-inflamatórias, anticancerígenas, antissépticas, entre outros. Em virtude disto, o objetivo do presente trabalho foi verificar a influência das diferentes pressões (9MPa, 19MPa e 29MPa) no fracionamento do óleo-resina com o dióxido de carbono como solvente e também, a influência dos diferentes materiais adsorventes usados na coluna de fracionamento (zeolita NA 13X, óxido de alumínio e óxido de silício) sobre o rendimento e perfil químico de óleo-resina, buscando a melhor condição para a maior concentração de cariofileno. As análises das frações obtidas após o processo e da matéria-prima bruta, usada como referência padrão, foram realizadas por cromatografia gasosa de alta resolução acoplada à espectrometria de massas (CG-EM).

**Palavras-chave:** Fluido supercrítico, fracionamento e óleo-resina copaíba

### **Introdução**

O óleo-resina de copaíba é extraído da árvore *Copaifera officinalis* e é composto por terpenos e sesquiterpenos. No último grupo é encontrado o cariofileno. [1]

### **Materiais e Métodos**

#### **Fracionamento**

Os ensaios de adsorção/desorção foram realizados em uma coluna de extração que emprega CO<sub>2</sub> supercrítico, adaptada para este processo. Os experimentos cinéticos foram realizados a diferentes pressões (9, 19 e 29 MPa), mantendo constante a temperatura de 50°C, vazão de CO<sub>2</sub> (1,75x10<sup>-4</sup> kg/s), massa de material adsorvente (20 g) e volume de óleo-resina injetado (4 mL). A cada ensaio 20 g de material adsorvente foram colocados numa coluna de 50 mL juntamente com esferas de vidro e lã de vidro. Frações foram coletadas a cada 30 minutos por 4 horas.

#### **Cromatografia Gasosa**

Para calcular o fator de concentração (FC) e o fator de purificação (FP) do cariofileno em cada fração adquirida, estas foram analisadas por CG-EM em cromatógrafo a gás [Agilent Technologies modelo 6890 N, Santa Clara, USA] acoplado a um detector de massas (modelo MSD 5975, Santa Clara, USA) e coluna capilar HP-5 MS [30 m x 0,25 mm x 0,25μm]. Injetor split/splitless. Os compostos foram identificados pela comparação de seus espectros de massas com os dados de um banco de dados, biblioteca National Institute of Standards and Technology (NIST), do CG-EM, do seu índice de retenção com os índices de retenção de padrões da biblioteca Adams (2007).

### **Resultados e Discussão**

**Para o material zeolita NA 13X:** com valores de FC calculados a partir das análises de CG-EM é possível observar que o cariofileno foi concentrado no começo da

desorção, com 2,5 horas de processo, com valores de FC entre 1,76 e 1,20. Entre 2,5 horas e 3,5 horas do processo o cariofileno foi diluído, com valores de FC entre 0,73 a 0,15. Para maiores tempos de processo a presença de cariofileno não foi detectada, mostrando que todo o conteúdo foi desorvido.

Da mesma forma, a maior purificação do cariofileno foi registrada entre as 2,5 primeiras horas, com valores de FP maiores que 1, entre 1,3 e 2,4. Após este tempo de processo, os valores de FP caíram para abaixo de 1, significando que transcorrido este tempo a desorção de outros componentes aumentou. Foi observado que a solubilidade dos sesquiterpenos aumenta com a pressão. Maiores pressões de processo acarretaram em menores valores de FC, mostrando que o CO<sub>2</sub> é capaz de dissolver outros componentes presentes no óleo-resina.

Na pressão de 29 MPa não foi possível afirmar que houve uma purificação do cariofileno, uma vez que o FP é aproximadamente 1, indicando que o composto não foi separado do grupo dos sesquiterpenos.

### **Conclusões**

É possível obter frações de óleo-resina de copaíba concentrada com cariofileno através de adsorção em CO<sub>2</sub> supercrítico. Considerando as condições de ensaio, quanto menor a pressão, maior a chance de obter frações de óleo-resina de copaíba com maiores FC e FP.

### **Agradecimentos**

Ao professor Dr. Julian Martínez e aos co-autores José Pasquel e Manuel Barrales pelo incentivo, todas as ideias e correções do trabalho. Muito obrigado.

Ao CNPq e à FAPESP (2015/11932-7) pelo financiamento do trabalho.

<sup>1</sup>Adams, R. P. Identification of Essential Oil Components by Gas Chromatography/Mass Spectroscopy. 2007

<sup>2</sup>Garcia, R.; Yamaguchi, M. Óleo de copaíba e suas propriedades medicinais: revisão bibliográfica. Revista Saúde e Pesquisa, v. 5, n. 1, p. 137-146, 2012.