

UNIVERSIDADE TECNOLÓGICA FEDERAL DO PARANÁ

DEPARTAMENTO DE QUÍMICA

CURSO DE BACHARELADO EM QUÍMICA

BRUNO RAMALHO BRESOLIN AYRES

**OBTENÇÃO DO ÓLEO ESSENCIAL DO CARÁ-MOELA (*Dioscorea
bulbifera*) E ANÁLISE VIA ESPECTROSCOPIA EM INFRAVERMELHO
FTIR**

TRABALHO DE CONCLUSÃO DE CURSO

**PATO BRANCO
2021**

BRUNO RAMALHO BRESOLIN AYRES

OBTENÇÃO DO ÓLEO ESSENCIAL DO CARÁ-MOELA (*Dioscorea bulbifera*) E ANÁLISE VIA ESPECTROSCOPIA EM INFRAVERMELHO COM TRANSFORMADA DE FOURIER – FTIR

OBTAINMENT OF ESSENTIAL OIL FROM THE AIR YAM (*Dioscorea bulbifera*) AND ANALYSIS VIA FOURIER TRANSFORM INFRARED SPECTROSCOPY - FTIR

Projeto de Trabalho de Conclusão de Curso apresentado ao Curso de Química da Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Campus Pato Branco, como requisito parcial à obtenção do título de Bacharel em química.

Orientadora: Prof^ª. Dr^ª. Sirlei Dias Teixeira

Coorientadora: Prof^ª. Dr^ª. Giovana Faneco Pereira

PATO BRANCO

2021



[4.0 Internacional](https://creativecommons.org/licenses/by-nc-nd/4.0/)

Esta licença permite download e compartilhamento do trabalho desde que sejam atribuídos créditos ao(s) autor(es), sem a possibilidade de alterá-lo ou utilizá-lo para fins comerciais. Conteúdos elaborados por terceiros, citados e referenciados nesta obra não são cobertos pela licença.



Ministério da Educação
Universidade Tecnológica Federal do Paraná
Pato Branco
Departamento de Química
Curso de Bacharelado em Química



TERMO DE APROVAÇÃO

OBTENÇÃO DO ÓLEO ESSENCIAL DO CARÁ-MOELA (*Dioscorea bulbifera*) E ANÁLISE VIA ESPECTROSCOPIA EM INFRAVERMELHO COM TRANSFORMADA DE FOURIER – IV-TF

por

BRUNO RAMALHO BRESOLIN AYRES

Este Trabalho de Conclusão de Curso (TCC) foi apresentado(a) em 03 de dezembro de 2021 às 10 horas e 20 minutos como requisito parcial para a obtenção do título de Bacharel em Química. O candidato foi arguido pela Banca Examinadora composta pelos professores abaixo assinados. Após deliberação, a Banca Examinadora considerou o trabalho Aprovado.

Sirlei Dias Teixeira
Prof. Orientador

Davi Costa Silva
Membro titular

Vanderlei Aparecido de Lima
Membro titular

Nota: O Documento original e assinado pela Banca Examinadora encontra-se no SEI processo 23064.053621/2021-80.

Aos meus pais, meus avós, meus tios, minha orientadora, meus amigos e à minha namorada, muito obrigado por tudo. Sem vocês eu não teria chegado até aqui.

AGRADECIMENTOS

Agradeço aos meus pais, Alice e José, por todo o incentivo nas horas de desânimo e dificuldades (que não foram poucas), amo vocês do fundo do meu coração.

Aos meus avós, Danilo e Elizabeth, que já não estão mais entre nós, mas foram de extrema importância na minha vida, sempre me apoiando e me ensinando coisas que nunca vou esquecer. Sinto muita falta de vocês dois.

Aos meus tios, Ana, Eduardo, Luciano, Luiza e Marcos, por todo o carinho, ensinamentos e momentos divertidos, vocês são incríveis e eu amo vocês.

Aos meus amigos e irmãos de coração Jean e Luiz, que me aguentam desde o ensino fundamental. Passamos boa parte do tempo bem longe uns dos outros, mas a distância não importa para uma amizade verdadeira.

Aos meus incríveis amigos Yohanna e Rafael, que desde o ensino médio fazem parte da minha vida e sempre me ajudaram em tudo que puderam. Obrigado pelos bons momentos. Vou sentir saudade dos cafezinhos da cantina da UTF, sentados perto da árvore, Rafa.

Ao amor da minha vida, Paula, que me apoiou em todos os momentos difíceis e sempre disse que eu era capaz, mesmo quando eu mesmo duvidava disso. Amo você!

À professora Juciane, que foi meu primeiro contato com o mundo da química, muito obrigado por todas as ótimas (e as vezes meio malucas) aulas, tantos anos atrás.

À minha orientadora, Sirlei, por toda a paciência e todas as palavras de motivação. Sou muito grato por ter sido orientado por uma pessoa tão incrível, inteligente e atenciosa.

E a todos que de alguma forma contribuíram para a conclusão desse trabalho e do meu curso, muito obrigado!

*Um laboratório limpo e organizado é improvável.
Afinal, é um lugar de falsos começos e múltiplas
tentativas.*

(Isaac Asimov)

RESUMO

AYRES, Bruno Ramalho Bresolin. Obtenção do óleo essencial do cará-moela (*Dioscorea bulbifera*) e análise via espectroscopia em infravermelho com transformada de Fourier – IV-TF. 2021. 42 f. Trabalho de Conclusão de Curso (Bacharel em Química), Universidade Tecnológica Federal do Paraná. Pato Branco. 2021.

Os óleos essenciais são metabólitos especializados existentes em plantas, e formam uma mistura complexa de compostos orgânicos. Estudos indicam grande potencial inibidor de crescimento de microrganismos, assim fazendo parte do mecanismo de defesa das plantas, protegendo-as de doenças e pragas. Para a obtenção do óleo essencial das folhas de *Dioscorea bulbifera* (cará-moela), foi realizada a extração utilizando como solvente o *n*-hexano no aparato extrator Soxhlet, a partir das folhas secas em estufa e trituradas em moinho de facas. Essa extração foi realizada utilizando um sistema de extração em série, a fim de realizar a triplicata de forma simultânea, reduzindo o desperdício de água de resfriamento. Para garantir que a água de resfriamento estaria em temperatura similar em todos os aparatos, foram utilizadas serpentinas de alumínio mergulhadas em água e gelo, de modo com que ocorresse a troca de calor entre a água que passava pelo sistema. Esse processo se estendeu pelo período de 6 horas, onde o sistema se manteve em refluxo do solvente de maneira constante, a temperaturas entre 67°C e 72°C. A triplicata dos extratos foi então rotaevaporada e levada para análise em espectrômetro de FTIR. Analisando os resultados, foram observados sinais na região dos 3400 cm^{-1} , indicando grupo funcional hidroxila (-OH) e conseqüentemente álcoois e fenóis; nas faixas entre 3300 cm^{-1} e 2500 cm^{-1} , indicando alcanos e ácidos carboxílicos; entre 1600 cm^{-1} e 1460 cm^{-1} , indicando anéis aromáticos; entre 1720 cm^{-1} e 1750 cm^{-1} , indicando ésteres e aldeídos; 1345 cm^{-1} e 1480 cm^{-1} , indicando compostos nitrogenados e alcanos; leves sinais entre 1400 cm^{-1} e 1000 cm^{-1} , indicando a presença de aminas e ésteres, e finalmente entre 1000 cm^{-1} e 660 cm^{-1} , indicando mais uma vez a presença de aminas e ésteres, mas também de alcenos.

Palavras-chave: Espectroscopia; óleo essencial; planta invasora

ABSTRACT

AYRES, Bruno Ramalho Bresolin. Obtainment of essential oil from the air yam (*Dioscorea bulbifera*) and analysis via Fourier transform infrared spectroscopy – IR-TF. 2021. 42 f. undergraduate final project (Bachelor of Chemistry), Federal Technological University of Paraná. Pato Branco. 2021.

Essential oils are specialized metabolites found in plants, and form a complex mixture of organic compounds. Studies indicate a great inhibitory potential for the growth of microorganisms, thus being part of the plant's defense mechanism, protecting them from diseases and pests. To obtain the essential oil from the leaves of *Dioscorea bulbifera* (air yam), extraction was performed using n-hexane as a solvent in the Soxhlet extraction apparatus, from leaves dried in an oven and crushed in a knife mill. This extraction was carried out using a series extraction system, in order to perform the triplicate simultaneously, reducing cooling water waste. To ensure that the cooling water would be at a similar temperature in all the apparatus, aluminum coils dipped in water and ice were used, so that heat exchange occurred between the water that passed through the system. This process lasted for a period of 6 hours, where the system kept refluxing the solvent in a constant manner, at temperatures between 67°C and 72°C. The triplicate extracts were then rotoevaporated and taken for analysis in an FTIR spectrometer. Analyzing the results, signs were observed in the region of 3400 cm^{-1} , indicating a hydroxyl functional group (-OH) and consequently alcohols and phenols; in the ranges between 3300 cm^{-1} and 2500 cm^{-1} , indicating alkanes and carboxylic acids; between 1600 cm^{-1} and 1460 cm^{-1} , indicating aromatic rings; between 1720 cm^{-1} and 1750 cm^{-1} , indicating esters and aldehydes; 1345 cm^{-1} and 1480 cm^{-1} , indicating nitrogen compounds and alkanes; slight signs between 1400 cm^{-1} and 1000 cm^{-1} , indicating the presence of amines and esters, and finally between 1000 cm^{-1} and 660 cm^{-1} , indicating once again the presence of amines and esters, but also of alkenes.

Keywords: Spectroscopy; essential oil; invasive plant

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	14
2 OBJETIVO	16
2.1 OBJETIVO GERAL	16
3 REFERENCIAL TEÓRICO	17
3.1 MICRORGANISMOS E ATIVIDADE ANTIMICROBIOLÓGICA	17
3.2 PRODUTOS NATURAIS	18
3.2.1 Hortaliças não convencionais (PANC's)	19
3.2.2 Cará-moela (<i>Dioscorea bulbifera</i>)	20
3.3 ÓLEO ESSENCIAL	21
3.3.1 Extração por micro-ondas sem a utilização de solventes	22
3.3.2 Hidrodestilação	22
3.3.3 Extração por Soxhlet	23
3.3.4 Extração por CO₂ Supercrítico	25
3.4 CROMATOGRAFIA GASOSA	25
3.4.1 Cromatografia Gasosa Acoplada a Espectrômetro de Massas (GCMS)	26
3.4.2 Cromatografia Gasosa acoplada a Detector de Ionização em Chama (GCFID)	27
3.5 ESPECTROSCOPIA NO INFRAVERMELHO	28
3.5.1 Espectroscopia no Infravermelho Médio com Transformada de Fourier (<i>Fourier Transform Mid-infrared</i> – FTIR)	28
3.5.2 Reflectância Total Atenuada (<i>Attenuated Total Reflectance</i> – ATR)	30
3.5.3 Espectro de Infravermelho Médio (<i>Mid-wave Infrared</i> – MIR)	31
3.5.4 Análise de óleos essenciais através da utilização de Espectroscopia no Infravermelho por Transformada de Fourier (FTIR)	31
4 MÉTODOS	33
4.1 COLETA, SECAGEM E MOAGEM DAS FOLHAS	33
4.2 EXTRAÇÃO POR SOXHLET	33
4.3 ESPECTROSCOPIA EM INFRAVERMELHO POR TRANSFORMADA DE FOURIER (<i>Fourier Transform Infrared</i> – FTIR) E ACESSÓRIO DE REFLECTÂNCIA TOTAL ATENUADA (<i>Attenuated Total Reflectance</i> – ATR)	33
5 RESULTADOS E DISCUSSÃO	34

5.1	ANÁLISES DOS ESPECTROGRAMAS DAS AMOSTRAS DE FOLHAS DE	
	<i>D. bulbifera</i> (CARÁ-MOELA) POR FTIR.....	34
5.2	ANÁLISE DOS ESPECTROS DE INFRAVERMELHO MÉDIO	36
6	CONCLUSÃO.....	38
7	REFERÊNCIAS	39

Figura 1. Exemplos de hidrocarbonetos presentes em plantas	18
Figura 2. Exemplos de terpenoides: "A" Limoneno; "B" (<i>cis</i>)-Óxido de Limoneno; "C" (<i>trans</i>)-Óxido de Limoneno; "D" Aldeído do Limoneno.	18
Figura 3. Exemplos de compostos fenólicos	19
Figura 4. Estruturas químicas de compostos isolados dos bulbos de <i>Dioscorea bulbifera</i> . Os compostos foram identificados como “ <i>bafoudiosbulbins</i> ” A (1), B (2), C (3), F (4), G (5) e 2,7-diidroxi-4-metoxifenantreno (6).....	21
Figura 5. Sistema de destilação à seco com micro-ondas.....	22
Figura 6. Aparato de hidrodestilação denominado Clevenger	23
Figura 7. Extrator Soxhlet	24
Figura 8. Esquema de extração por CO ₂ supercrítico.....	25
Figura 9. Esquema de funcionamento CG-EM	27
Figura 10. Detector de ionização por chama	27
Figura 11. Diagrama simplificado de um interferômetro	29
Figura 12. Soma de interferogramas.....	29
Figura 13. Transformação de interferograma para espectro de feixe simples.....	30
Figura 14. Diagrama de funcionamento da reflexão do feixe de luz infravermelho incidindo na amostra.....	31
Figura 15. Análise de FTIR de folhas de <i>Jasminum azoricum L.</i> em extrato de <i>n</i> -hexano	32
Figura 16. Plantação de <i>D. bulbifera</i> na UTFPR no dia da coleta	34
Figura 17. Folha saudável de <i>D. bulbifera</i> no momento da coleta.....	35
Figura 18. Sistema de resfriamento para extrator Soxhlet em série	35
Figura 19. Espectros FTIR de amostras de folhas de <i>D. bulbifera</i>	36
Figura 20. Bandas indicadoras dos grupos hidroxila, alcanos e ácidos carboxílicos	36
Figura 21. Bandas indicadoras dos grupos ésteres, aldeídos, anéis aromáticos e fenóis...37	
Figura 22. Bandas indicadoras de compostos nitrogenados, alcanos, aminas, ésteres e alcenos	37

1 INTRODUÇÃO

Os microrganismos são seres microscópicos que podem ser divididos em diferentes reinos biológicos, sendo eles fungos, bactérias, vírus e protozoários. Esses seres microscópicos podem ser prejudiciais à saúde humana, além de causarem doenças em plantas, comprometendo o seu crescimento e desenvolvimento.

Na prática da agricultura econômica ocorrem intervenções para o controle de doenças como ferrugem (*Puccinia buxi*), manchas prateadas (*Pestalozzia guepini*), murchidão das flores (*Sclerotinia camelliae*), causadas por fungos, cochonilha-algodão (*Pulvinaria floccifera*), afídio verde (*Macrosiphum rosae*), causadas por insetos, geralmente por meio de compostos capazes de inibir o crescimento de fungos e bactérias em plantas, conhecidos como agrotóxicos ou defensivos agrícolas. Porém muitos destes agrotóxicos são agressivos e prejudiciais à saúde humana, por ocasionarem o surgimento de fitopatógenos resistentes às substâncias químicas desses agentes.

Como alternativa a esses agrotóxicos mais agressivos, há a prática da sustentável, que visa o controle biológico por meio da indução de resistência em plantas. Esse processo ocorre por meio da ativação de mecanismos de defesa latentes que existem nas plantas, em resposta aos compostos das plantas invasoras de maior resistência, que consomem os nutrientes de espécies nativas e tendem a ter um crescimento descontrolado. Ao se estudar o motivo pelo qual essas plantas possuem mecanismo de defesa superior ao de plantas de cultivo padrão (batata, cenoura, milho, trigo e outros), é possível que se encontre a alternativa ao uso de produtos sintéticos e nocivos.

As análises sobre a atividade biológica de metabólitos secundários (especializados) existentes em óleos essenciais também são uma opção para o controle alternativo de doenças em plantas cultivadas, juntamente com a indução de resistência. Os óleos essenciais são metabólitos especializados voláteis, produzidos por plantas, formados por uma mistura complexa de compostos orgânicos. São conhecidos por possuírem grande potencial de inibir o crescimento de microrganismos, fazendo parte do mecanismo de defesa das plantas, que evitam doenças e pragas.

Esses óleos essenciais são constituídos majoritariamente de terpenos e seus derivados, além de fenilpropanoides. Terpenos são cadeias, formadas por unidades de 5 átomos de carbono ligados a hidrogênio. Seus derivados são conhecidos como terpenoides, que são terpenos que sofreram oxidação, podendo assumir diversas funções orgânicas, sendo elas: ácidos carboxílicos, álcoois, aldeídos, cetonas, éteres, fenóis e epóxidos terpênicos.

Cará-moela ou cará-aéreo (*Dioscorea bulbifera*) é uma planta invasora do tipo trepadeira que produz tubérculos aéreos, que lembram o formato de moela de galinha ou de uma borboleta. É nativa do Oeste da África e Ásia tropical, porém se desenvolve facilmente em países de clima tropical, como o Brasil. Essa planta pertence a um vasto grupo de plantas conhecidas como panc's (plantas alimentícias não-convencionais) que vêm ganhando popularidade a cada dia, por serem altamente nutritivas e saborosas.

Ao se estudar a composição do cará-aéreo é possível encontrar compostos capazes de inibir o crescimento de microrganismos patogênicos ao desenvolvimento de plantas mais sensíveis, eliminando a necessidade do uso de produtos tóxicos, como os defensivos agrícolas sintéticos, tornando os alimentos seguros para o consumo.

2 OBJETIVO

2.1 OBJETIVO GERAL

Obter o óleo essencial das folhas de *Dioscorea bulbifera* (cará-moela), por meio de extração com solvente e sugerir alguns dos possíveis compostos terpênicos e com atividade antimicrobiana presentes a partir de espectroscopia em FTIR.

OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Obter óleo essencial das folhas de cará moela utilizando como solvente *n*-hexano em sistema Soxhlet.
- analisar os grupos funcionais nos espectros de óleos essenciais, por meio de espectroscopia em FTIR.
- Validar os resultados obtidos comparando-os com estudos semelhantes.

3 REFERENCIAL TEÓRICO

3.1 MICRORGANISMOS E ATIVIDADE ANTIMICROBIOLÓGICA

Microrganismos são organismos que podem ser vistos apenas com o auxílio de um microscópio por serem compostos de uma ou mais células, são os organismos dominantes no planeta terra (TALARO; TALARO, 2002) e podem ser benéficos ou prejudiciais ao meio em que se encontram.

Um exemplo onde microrganismos são benéficos são as culturas encontradas em intestinos de animais e insetos, auxiliando na digestão de nutrientes (MUÑOZ-BONILLA; CERRADA; FERNÁNDEZ-GARCÍA, 2013). Porém, fungos e bactérias podem causar doenças tanto em animais quanto em vegetais.

Doenças e infecções provocadas por fungos e ou bactérias, são problemas recorrentes, podendo alterar a diversidade na flora, devastar colheitas e causar a morte e deficiências em animais e humanos (OLSEN et al., 2011). Para contornar esse problema, substâncias conhecidas como defensivos agrícolas, altamente tóxicos para o ser humano, são utilizados. Essas substâncias matam e inibem o crescimento de fungos e bactérias, além de outras plantas invasivas indesejadas, a fim de se obter maior rendimento na colheita (MENGEL et al., 2007).

Os antimicrobianos são compostos que têm capacidade inibitória, reduzindo o crescimento de microrganismos, ou até mesmo eliminando-os. Existem atualmente vários agentes antimicrobianos provenientes de animais e vegetais, que agem como mecanismos de defesa de seus organismos.

Lacto-antimicrobianos por exemplo, são compostos presentes no leite, o primeiro alimento de um recém-nascido e contém substâncias necessárias para o seu fortalecimento e desenvolvimento do sistema imunológico (NAIDU, 2000). Já as plantas obtêm seu potencial antimicrobiano através de diversas partes do seu sistema.

Os fito-antimicrobianos são compostos presentes em diversas partes da planta, seja no caule, folhas, casca, flores ou frutos. Essa classe de antimicrobianos é muito importante para a indústria alimentícia, pois tem grande potencial de ser atóxica em concentrações controladas.

Têm-se registros de que os antigos egípcios utilizavam especiarias como canela, cominho e tomilho para a preservação de alimentos. Óleo de oliva era comumente utilizado ao armazenar iogurtes desde tempos bíblicos (NAIDU, 2000). Esse tipo de prática nos leva a questionar a possibilidade de estudar essas e outras plantas com o intuito de buscar qual ou quais compostos possuem capacidade de inibir o crescimento de microrganismos com tal eficiência.

3.2 PRODUTOS NATURAIS

Um dos aspectos com potencial de definir um país é a sua biodiversidade. O Brasil, por exemplo, conta com mais de 40 mil espécies reconhecidas em sua flora, excluindo os fungos, entre algas, angiospermas, briófitas, gimnospermas, samambaias e licófitas (COSTA; PERALTA, 2015; MENEZES et al., 2015; PRADO et al., 2015; ZAPPI et al., 2015). Essa diversidade pode ser entendida como as inúmeras variações entre organismos de todos os tipos de ecossistema, além de variações entre as próprias espécies.

Plantas têm a capacidade de produzir diversos compostos naturais (Figura 1), chamados metabólitos secundários ou especializados, produtos do metabolismo da planta que não têm função fisiológica, como crescimento e desenvolvimento (OSBOURN; LANZOTTI, 2009). Dentre estes compostos se encontram terpenoides (hidrogenados e oxigenados), fenólicos, alcaloides, flavonoides, amidas, ácidos graxos, entre outros.

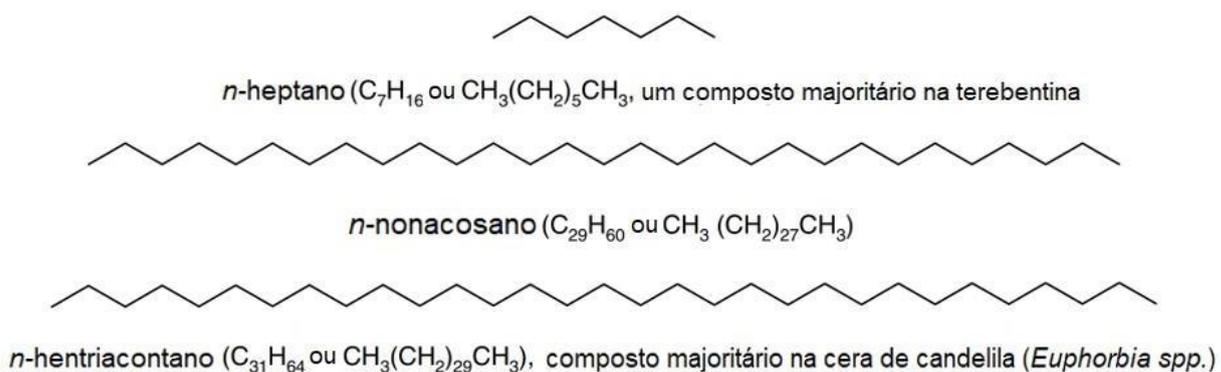


Figura 1. Exemplos de hidrocarbonetos presentes em plantas

Fonte: (CSEKE et al., 2006), modificado pelos autores

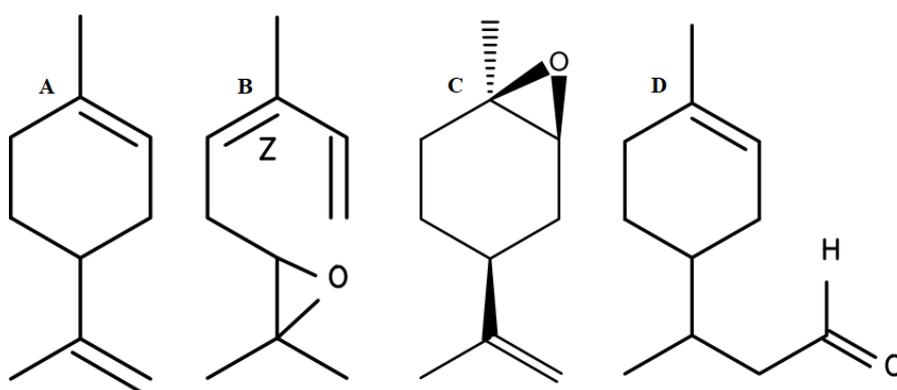


Figura 2. Exemplos de terpenoides: "A" Limoneno; "B" (*cis*)-Óxido de Limoneno; "C" (*trans*)-Óxido de Limoneno; "D" Aldeído do Limoneno.

Fonte: (ADAMS, 2007)

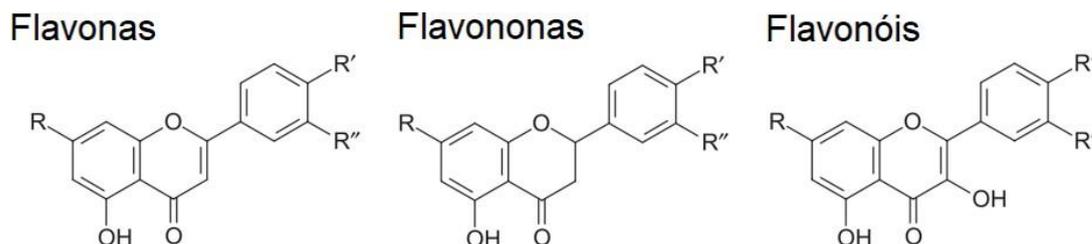


Figura 3. Exemplos de compostos fenólicos

Fonte: (MEDANA et al., 2008), modificado pelos autores

A utilização de compostos derivados de plantas está presente na medicina popular, transferido de geração em geração, conhecimento esse que pode ser ampliado para a esfera industrial, como matéria-prima ou como modelo para a síntese de fármacos e de produtos para as diferentes indústrias, com as características e atividades específicas encontradas na planta de origem. As comidas funcionais, por exemplo, são alimentos acrescidos de biomoléculas ativas para que exista um benefício à saúde além dos nutrientes tradicionais contidos no alimento (ADA, 1995).

Atualmente o preconceito em relação aos produtos naturais é elevado devido à falta de conhecimento quanto a sua composição química, por não haver garantia quanto a toxicidade e à efetividade de tratamentos utilizando fitoquímicos naturais (GUAN et al., 2017).

3.2.1 Hortaliças não convencionais (PANC's)

As hortaliças não convencionais são plantas que tiveram seu cultivo e consumo reduzido devido a diversos fatores, como por exemplo a migração da população rural para as grandes metrópoles (VIANA et al., 2015) e a competição no mercado com os produtos industrializados de fácil consumo, conhecidos como *fast-foods* ou mesmo com outras plantas convencionais (BIONDO et al., 2018). São plantas de consumo em regiões específicas, principalmente comunidades rurais, onde muitas pessoas idosas relatam a participação de tais hortaliças em sua infância (FLECK et al., 2015).

Panc's são uma alternativa ao consumo de alimentos convencionais, devido ao alto valor nutricional em comparação às hortaliças e grãos de maior popularidade industrial. A utilização dessas hortaliças vem crescendo e se tornando mais popular nos últimos anos, devido à facilidade de cultivo, o baixo custo (QUEIROZ et al., 2015) e a diversidade de pratos diferentes e saborosos que são possíveis de se preparar com essas hortaliças.

Alguns exemplos de hortaliças não convencionais são o maxixe-do-reino (*Cyclanthera pedata*), o jambu (*Spilanthes oleracea*), a beldroega (*Portulaca oleracea*), o peixinho (*Stachys*

byzantina), a ora-pro-nóbis (*Pereskia aculeata*) e o cará-moela (*Dioscorea bulbifera*). Apesar da alta diversidade de hortaliças encontradas no nosso país e do grande potencial nutritivo, antioxidante e antimicrobiano, não existe grande interesse da comunidade científica na pesquisa de tais plantas (QUEIROZ et al., 2015).

3.2.2 Cará-moela (*Dioscorea bulbifera*)

O cará-moela, também conhecido como cará-do-ar, cará-tramela ou cará-borboleta é uma planta trepadeira da família Dioscoreaceae, que produz tubérculos aéreos de diversos formatos, lembrando a moela de galinha ou as asas de uma borboleta. É uma planta nativa do oeste da África e da Ásia Tropical, mas se estabeleceu facilmente no Brasil devido ao clima semelhante (EMBRAPA., 2017).

O primeiro relato do cará-moela data de 657 d.C., encontrado no “*Tang Bencao*”, a farmacopeia mais antiga conhecida. Atualmente é encontrada na África tropical, Austrália, Índia, Flórida, China, Camboja, Tailândia, Malásia e Laos, em muitos desses locais, como planta invasiva (COCHRANE, 1998). É também muito utilizada em lugares do mundo onde a medicina de plantas tradicionais é comum, no tratamento de diversas enfermidades, como infecções por microrganismos como conjuntivite, diarreias, disenterias, entre outros (GHOSH et al., 2013; KUETE et al., 2012).

Sabe-se que o tubérculo de *D. bulbifera* é rico em diferentes compostos (Figuras 1, 2, 3 e 4), como fenólicos, açúcares redutores e amido, além de conter uma saponina conhecida como diosgenina (GOWRI SHANKAR et al., 2016), porém deve-se considerar a importância das folhas e do óleo essencial que poderá ser obtido, levando em consideração possível potencial antimicrobiano, visto que óleos essenciais são conhecidos por serem capazes de inibir o crescimento de microrganismos diversos (OGUNDAJO et al., 2015).

defensivos agrícolas sintéticos, pois estes são extremamente danosos à saúde, podendo causar diversos tipos de enfermidades devido ao seu potencial carcinogênico (WILSON et al., 1997).

Existem diversos métodos de extração do óleo essencial, sendo os mais tradicionais a hidrodestilação e a extração por solvente, porém outras técnicas mais avançadas estão surgindo. Nos dias atuais é possível a extração por meio de uma combinação de aquecimento através de micro-ondas e destilação a seco (Figura 5), um processo que evita a geração de resíduos, além de se obter um extrato mais puro (LUCCHESI; CHEMAT; SMADJA, 2004).

3.3.1 Extração por micro-ondas sem a utilização de solventes

Esse método consiste na introdução do material vegetal dentro de um reator de micro-ondas, sem a adição de qualquer tipo de solvente. O aquecimento interno se dará através da água da planta, onde o calor ocasionará a ruptura dos receptáculos oleíferos, evaporando o óleo e a água até um sistema de resfriamento na parte exterior ao micro-ondas (LUCCHESI; CHEMAT; SMADJA, 2004).

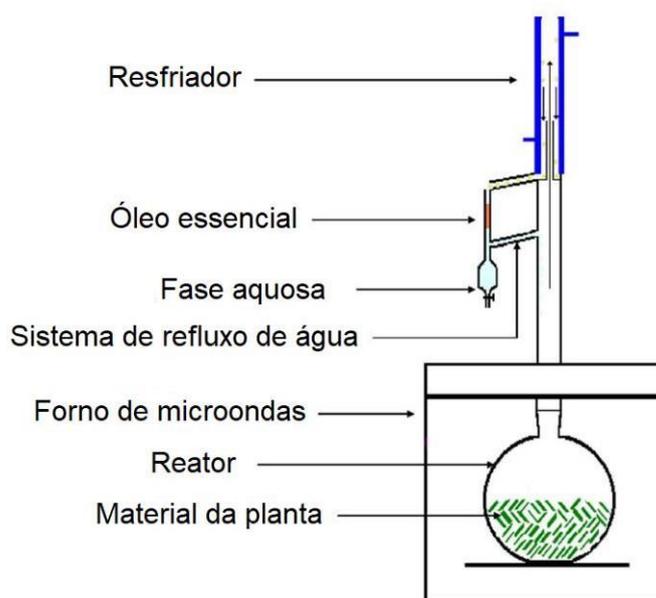


Figura 5. Sistema de destilação à seco com micro-ondas

Fonte: (LUCCHESI; CHEMAT; SMADJA, 2004), modificado pelos autores

3.3.2 Hidrodestilação

A hidrodestilação consiste na utilização de um aparato denominado Clevenger para a obtenção do óleo essencial de material vegetal. Existem diversos tipos de extratores

semelhantes, porém o mais comum (Figura 6) consiste de um balão de fundo redondo de tamanho variável, que é aquecido através de uma manta de aquecimento, contendo água e o material a ser extraído. O vapor sobe através da vidraria e encontra um fluxo constante de água fria, que passa através da parte superior do equipamento. O óleo essencial, junto com um grande volume de hidrolato, condensa novamente, preenchendo a área graduada do aparelho, que então pode ser coletado por meio de uma torneira existente no final da pipeta graduada.

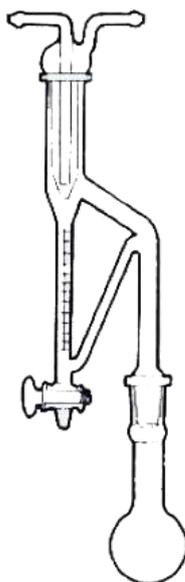


Figura 6. Aparato de hidrodestilação denominado Clevenger

Fonte: (NETLAB, [s.d.])

3.3.3 Extração por Soxhlet

A extração por Soxhlet consiste na inserção da amostra em cartuchos que são progressivamente preenchidos por solvente condensado a partir de um balão de destilação, carregando os analitos extraídos até o líquido de extração (Figura 7) (LUQUE DE CASTRO; PRIEGO-CAPOTE, 2010).

Dentre as vantagens da utilização da extração por Soxhlet estão o contínuo contato da amostra com o solvente recém condensado, a alta temperatura aplicada ao frasco de destilação, a não necessidade de filtração pós lixiviação, e a possibilidade de extrações paralelas, devido ao baixo custo do equipamento (LÓPEZ-BASCÓN; LUQUE DE CASTRO, 2020).

A maior desvantagem desse método é o tempo necessário para a extração completa, além do grande desperdício de solvente, ocasionando gastos e possíveis problemas ambientais. Também deve-se levar em consideração a possível degradação dos componentes devido à alta temperatura. A falta de agitação e a grande quantidade de solvente utilizados também são

problemas de otimização de tempo e gasto de recursos, além da seletividade do solvente utilizado na extração (LÓPEZ-BASCÓN; LUQUE DE CASTRO, 2020).

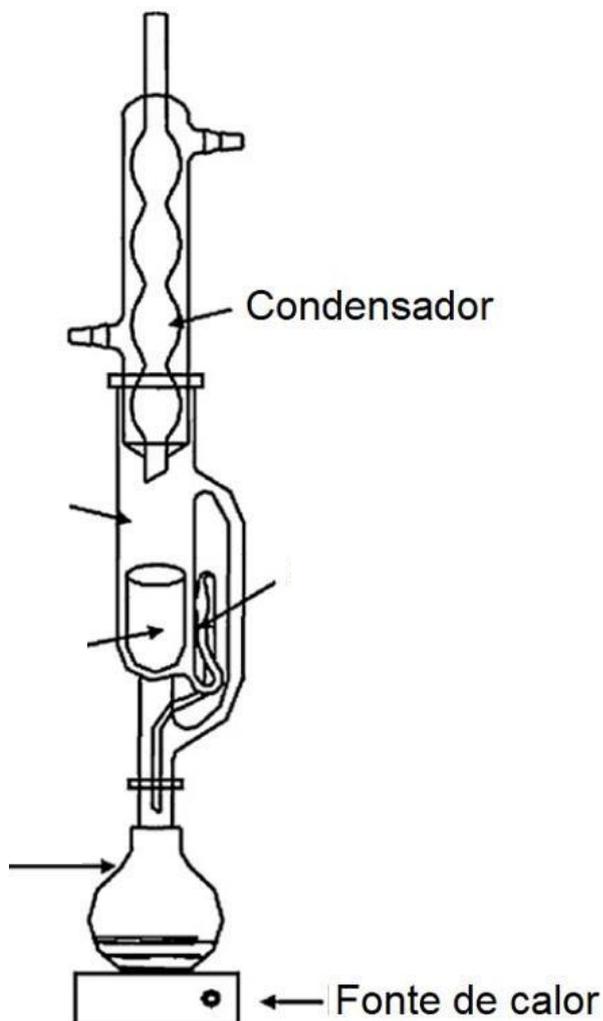


Figura 7. Extrator Soxhlet

Fonte: (LUQUE DE CASTRO; PRIEGO-CAPOTE, 2010), modificado pelos autores

Para a extração de óleo essencial por meio de Soxhlet, recomenda-se utilizar solventes de caráter apolar, como o *n*-hexano (MOHAMMADPOUR et al., 2019), devido ao caráter apolar das moléculas comumente encontradas na composição de óleo essenciais, conhecidos como terpenos (COWAN, 1999).

Ao se usar *n*-hexano na extração de compostos provenientes de folhas, não apenas terpenoides são obtidos. Alcaloides, flavonoides, esteroides, cardioglicosídeos, óleos, gorduras e carboidratos também podem estar presentes na composição dos compostos apolares (OIRERE et al., 2015).

3.3.4 Extração por CO₂ Supercrítico

A extração através de fluidos supercríticos tem ganhando certa popularidade nas indústrias alimentícia, farmacêutica e cosméticas, devido a sua capacidade de extração de compostos sem que ocorra degradação devido a altas temperaturas (ZHAO; ZHANG, 2014).

Sendo reconhecida como uma tecnologia promissora, a extração utilizando fluidos supercríticos, em especial o CO₂ supercrítico (Figura 8), tem como vantagens a alta densidade do fluido, alta difusibilidade, além de uma baixa viscosidade (DASSOFF; LI, 2019), permitindo uma extração rápida e seletiva. Além disso, os extratos rapidamente precipitam após a despressurização, sem a necessidade de posterior separação de solventes (IBÁÑEZ; MENDIOLA; CASTRO-PUYANA, 2016).

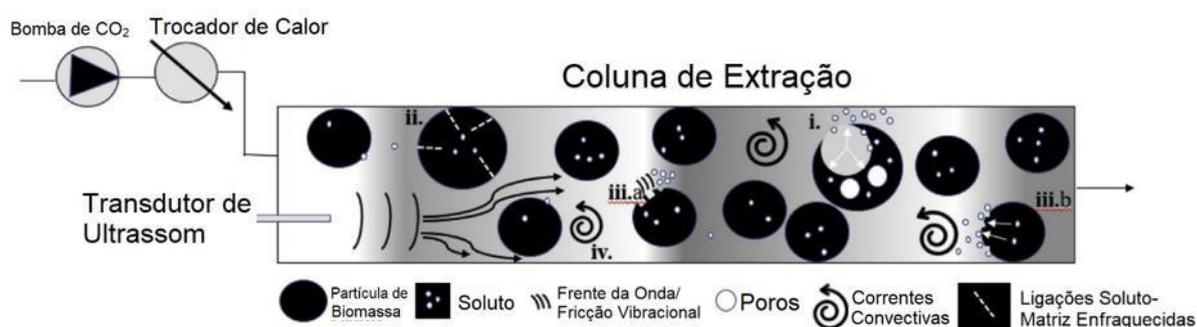


Figura 8. Esquema de extração por CO₂ supercrítico

Fonte: (DASSOFF; LI, 2019), modificado pelos autores

3.4 CROMATOGRAFIA GASOSA

A cromatografia gasosa é uma técnica de análise instrumental muito difundida e amplamente utilizada para a separação e identificação de misturas. Como gases tendem a se dispersar no ambiente onde se encontram, essa técnica deve ser executada em sistemas fechados. Existem diversas variações no processo de cromatografia gasosa, muitas delas associadas ao tipo de detector utilizado. Dois tipos famosos são o GC-MS (*Gas Chromatography coupled with Mass Spectrometry*, em português cromatografia gasosa acoplada à espectrometria de massas) e o CG-FID (*Gas Chromatography with Flame Ionization Detector*, em português cromatografia gasosa com detector de ionização por chama), técnicas de alta precisão para identificação e caracterização de compostos voláteis (DETTMER- WILDE; ENGEWALD, 2014).

Cromatógrafos gasosos são amplamente utilizados para determinar a existência de contaminantes no analito, em forma de picos adicionais no cromatograma quando comparado

com cromatograma de uma amostra padronizada ou a uma biblioteca de dados (SKOOG; HOLLER; CROUCH, 2016). Compara-se o índice de retenção das amostras, calculado por meio de uma das duas possíveis equações, intituladas “Índice de Kovats” (Equação 1) (GOVER, 1966), utilizada para métodos onde não utilizam-se programações de temperatura, utilizando isotermas, e “Índice Aritmético” (Equação 2) (VAN DEN DOOL; DEC. KRATZ, 1963), utilizada em métodos com programação de temperatura, ocorrendo a variação da mesma.

O Índice Aritmético é a equação recomendada para análises cromatográficas de óleos essenciais, tendo em vista que as programações com melhor eficiência de separação desses compostos utilizam variação de temperatura (TEPE et al., 2005).

$$KI(x) = 100 P_z + 100 \left[\frac{(\log RT(x) - \log RT(P_z))}{(\log RT(P_{z+1}) - \log RT(P_z))} \right]$$

Equação 1. Índice de retenção de Kovats

$$AI(x) = 100 P_z + 100 \left[\frac{(RT(x) - RT(P_z))}{(RT(P_{z+1}) - RT(P_z))} \right]$$

Equação 2. Índice de retenção aritmético

Os índices de retenção são importantes pois existem catálogos com essas informações, sendo possível a comparação entre os índices de cada composto, assim reforçando a existência do composto na matriz complexa do óleo essencial (ADAMS, 2007).

3.4.1 Cromatografia Gasosa Acoplada a Espectrômetro de Massas (GCMS)

A combinação do cromatógrafo gasoso com o espectrômetro de massas traz inúmeras vantagens, devido à semelhança das condições de entrada do analito. Ambos necessitam que o analito esteja volatilizado, já que a coluna capilar do CG depende de um gás de arraste (comumente hélio), para a separação dos compostos da matriz do analito (SKOOG; HOLLER; CROUCH, 2016). O espectrômetro de massas necessita que o analito também esteja em forma gasosa antes da sua entrada no forte vácuo da fonte de íons (Figura 9), para que possa fragmentar os compostos separados pelo cromatógrafo, assim possibilitando a identificação decompostos através da comparação desses fragmentos com a biblioteca de dados encontrada no software do equipamento (DETTMER-WILDE; ENGEWALD, 2014).

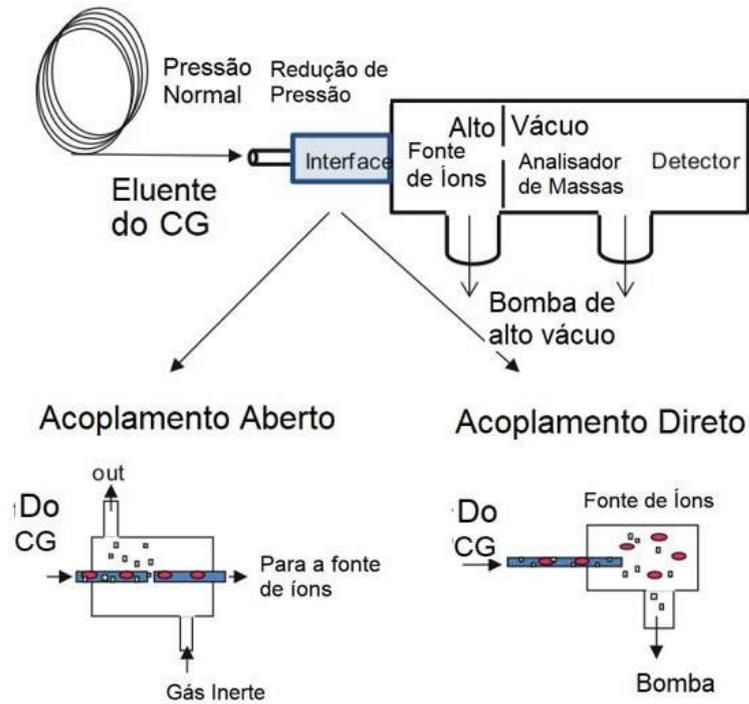


Figura 9. Esquema de funcionamento CG-EM

Fonte: (DETTMER-WILDE; ENGEWALD, 2014), modificado pelos autores

3.4.2 Cromatografia Gasosa acoplada a Detector de Ionização em Chama (GCFID)

O cromatógrafo gasoso com ionização por detector de chama (Figura 10) é um dos instrumentos mais utilizados para separação de compostos voláteis, devido a sua robustez, baixa demanda de manutenção, além de mostrar uma ótima reprodutibilidade e baixos limites de detecção (DETTMER-WILDE; ENGEWALD, 2014).

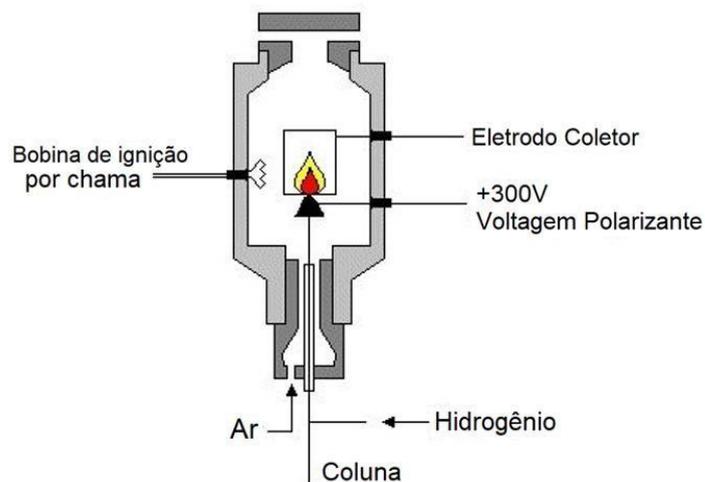


Figura 10. Detector de ionização por chama

Fonte: (DETTMER-WILDE; ENGEWALD, 2014), modificado pelos autores

A parte central do detector é uma chama de hidrogênio/ar que não produz íons em si mesma. Quando um composto contendo carbono elui da coluna para a chama, uma série complexa de reações se inicia. A alta concentração de hidrogênios radicalares ocasionará a hidrogenação de ligações duplas e a quebra de ligações carbono-carbono [...] formando metano, que então é queimado em um ponto mais alto e oxidante da chama. Durante esse processo, um carbono dentre um milhão será um íon [...] (DETTMER-WILDE; ENGEWALD, 2014, p. 220-221, tradução nossa).

Portanto, o CG-DIC traz maior segurança na caracterização dos compostos encontrados na amostra, devido também à necessidade da utilização de um padrão, ou seja, uma amostra pura do composto desejado. É possível também a preparação de uma mistura de padrões, quando existe mais de uma suspeita de composto na amostra a ser analisada.

3.5 ESPECTROSCOPIA NO INFRAVERMELHO

Compostos que possuem ligações covalentes, sejam orgânicas ou inorgânicas, absorvem várias frequências de radiação eletromagnética na região do infravermelho no espectro eletromagnético. De forma específica, observa-se a faixa do infravermelho vibracional, de comprimento de onda entre 2,5 μm e 25 μm , ou número de onda entre 4000 cm^{-1} e 400 cm^{-1} (PAVIA et al., 2013).

As espectroscopias no infravermelho tanto na região do próximo (*Near-infrared* – NIR) quanto na região do médio (*Mid-infrared* – MIR) oferecem uma análise qualitativa não destrutiva, rápida e relativamente barata, podendo ser utilizada para determinação da existência de diversos tipos de compostos (CASCANT et al., 2016).

3.5.1 Espectroscopia no Infravermelho Médio com Transformada de Fourier (*Fourier Transform Mid-infrared* – FTIR)

No núcleo de cada FTIR existe um dispositivo ótico chamado interferômetro (Figura 11), ou seja, um medidor de interferências. Essas interferências nada mais são que a recombinação de dois feixes de luz que foram separados e viajaram caminhos diferentes. Após essa recombinação (Figura 12), os feixes interferem um com o outro, criando o sinal de interferência, ou seja, suas amplitudes de onda serão somadas (interferência construtiva) ou subtraídas (interferência destrutiva), formando uma única onda (SMITH, 2011).

A utilização de instrumentos com transformada de Fourier (FT) tem diversas vantagens. Primeiramente é a vantagem de *Jaquinot*, ou vantagem na taxa de transferência, que acontece devido aos poucos elementos ópticos contidos em um equipamento FT, assim não ocorrendo atenuação de radiação (SKOOG; HOLLER; CROUCH, 2016).

A qualidade do espectro depende de alguns fatores, sendo um deles a resolução. A resolução indica quão nitidamente o instrumento distingue picos próximos, ou seja, quantos picos por centímetro podem ser identificados, assim, um número menor indica maior resolução. Outro fator são as acumulações, ou quantidade de varreduras, que podem suavizar as linhas do espectro (SMITH, 2011).

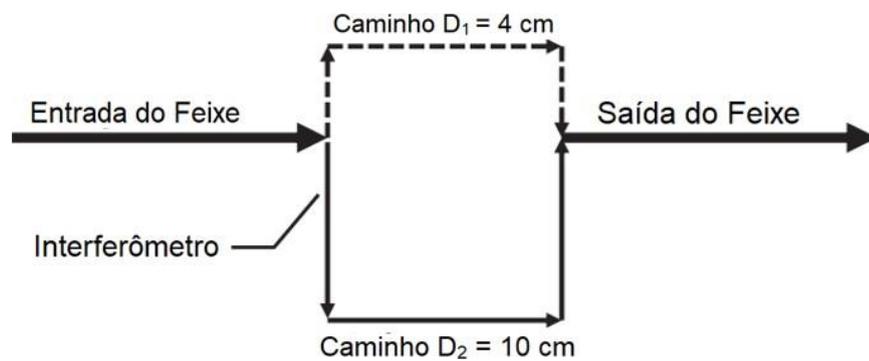


Figura 11. Diagrama simplificado de um interferômetro

Fonte: (SMITH, 2011), modificado pelos autores

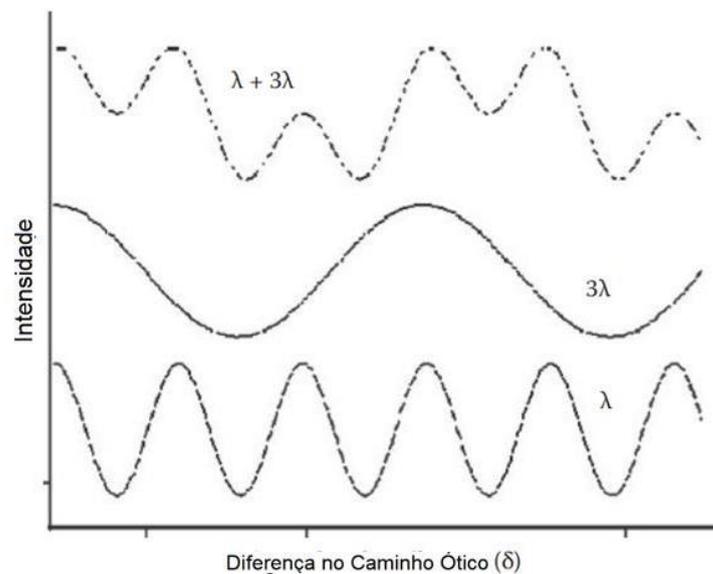


Figura 12. Soma de interferogramas

Fonte: (SMITH, 2011), modificado pelos autores

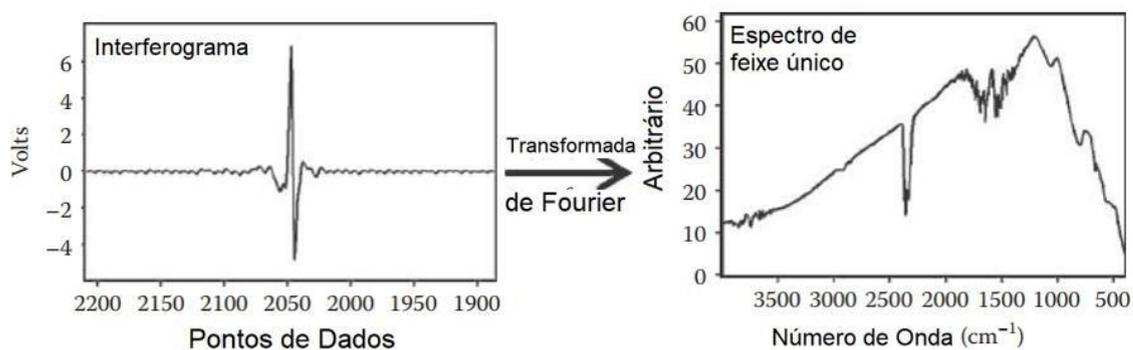


Figura 13. Transformação de interferograma para espectro de feixe simples

Fonte: (SMITH, 2011), modificado pelos autores

3.5.2 Reflectância Total Atenuada (*Attenuated Total Reflectance* – ATR)

A espectroscopia de reflectância interna é uma técnica de obtenção de espectros no infravermelho de amostras difíceis de lidar, como sólidos de solubilidade limitada, filmes, fios, adesivos e materiais em pó (SKOOG; HOLLER; CROUCH, 2016). O método consiste de um acessório com um cristal com alto índice de refração. Um feixe de luz é incidido nele, encontrando um obstáculo, a amostra, que é um material de menor índice de refração (SMITH, 2011). A amostra fica pressionada sobre o cristal, utilizando uma braçadeira de pressão giratória.

Existem diversos materiais dos quais esse cristal pode ser feito, contanto que tenham índice de refração suficientemente alto (PAVIA et al., 2013). O KRS-5 (bromiodeto de tálio), por exemplo, é um dos materiais que eram utilizados, porém caiu em desuso por ser muito tóxico e frágil. Outro material que já foi muito comum é o ZnSe (seleneto de zinco), mas como é um material quebradiço e muito atacado por bases e ácidos fortes, não é mais utilizado. Dois materiais de propriedades semelhantes são o Si (silício) e o Ge (germânio), ambos muito duráveis. Porém o melhor material para o ATR é o diamante, pois tem a maior faixa de número de onda, não sofre com ácidos e bases, é altamente durável e resistente (SMITH, 2011).

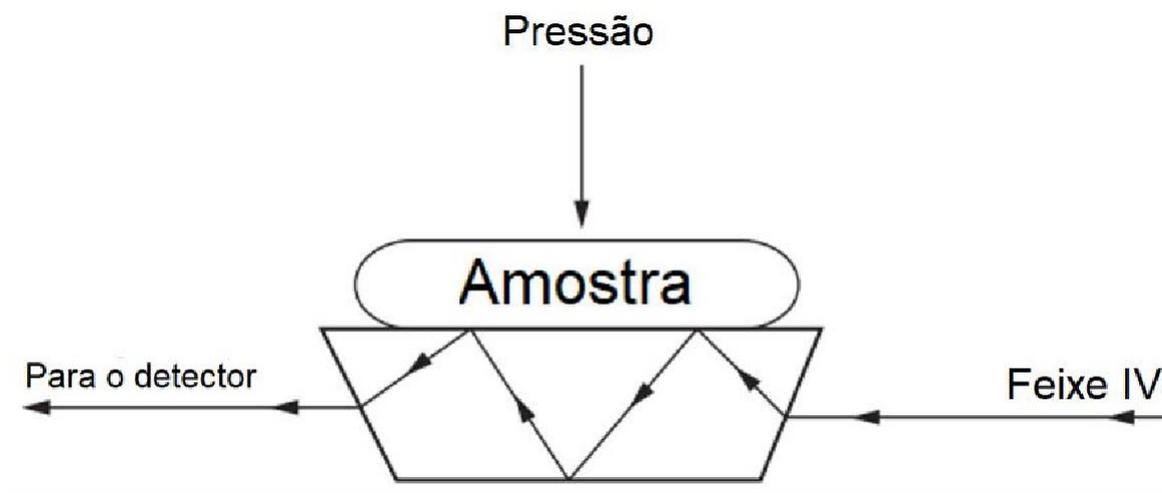


Figura 14. Diagrama de funcionamento da reflexão do feixe de luz infravermelho incidindo na amostra

Fonte: (SMITH, 2011), modificado pelos autores

3.5.3 Espectro de Infravermelho Médio (*Mid-wave Infrared* – MIR)

Assim como outros tipos de absorção de energia, moléculas são excitadas a um nível de energia mais elevado quando absorvem radiação na região do infravermelho (PAVIA et al., 2013). Essa absorção de energia nessa faixa de comprimento de onda faz com que ocorra a vibração dos átomos da molécula, de forma que o momento de dipolo mude durante esse movimento, seja variando a distância da ligação de ambos ou um dos átomos se move para fora do seu plano atual – estiramento ou deformação angular, respectivamente (STUART, 2004).

Dessa forma, o espectro de infravermelho médio pode ser utilizado de forma qualitativa, para sugerir a presença de moléculas através da análise dos tipos de ligação detectados; comparativa, quando se há dúvida se duas amostras tem semelhanças, comparando seus espectros; e qualitativa, utilizando uma amostra de concentrações conhecidas, um padrão, então aplicando a lei de Beer, preparando uma curva de calibração relacionando absorvância com concentração (SMITH, 2011).

3.5.4 Análise de óleos essenciais através da utilização de Espectroscopia no Infravermelho por Transformada de Fourier (FTIR)

A utilização da espectroscopia no infravermelho para análise de amostras biológicas se tornou uma ferramenta aceita, e amplamente utilizada para identificar constituintes da estrutura de compostos (HARI; NAIR, 2018). Quando pareada com a utilização de outras técnicas, como cromatografia gasosa e quimiometria, pode ser utilizada para identificar com

precisão os compostos que constituem os óleos essenciais de diversas espécies de diferentes habitats (LI; KONG; WU, 2013).

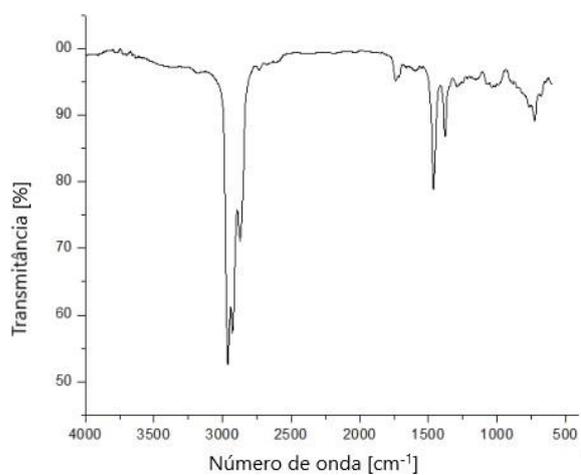


Figura 15. Análise de FTIR de folhas de *Jasminum azoricum L.* em extrato de *n*-hexano

Fonte: (HARI; NAIR, 2018), modificado pelos autores

4 MÉTODOS

4.1 COLETA, SECAGEM E MOAGEM DAS FOLHAS

As folhas de cará moela (Figuras 15 e 16) foram secas em estufa com circulação de ar, com temperatura controlada a 40°C por 4 dias. Em seguida foram trituradas em moinho de facas tipo Willye, para aumento da superfície de contato e permaneceram armazenadas em local refrigerado até o momento da extração.

4.2 EXTRAÇÃO POR SOXHLET

Foram utilizados 80 g do material seco, introduzidos em cartucho de celulose e transferidos ao extrator. Foi utilizado 300 mL de *n*-hexano, aquecido sob refluxo por seis horas em banho termostaticado a uma temperatura de 78 °C (ZHAO; ZHANG, 2014). Essa extração foi realizada em triplicata, com um sistema de resfriamento por fluxo de água em série, utilizando de serpentinas mergulhadas em água e gelo, assim aumentando a taxa de condensação do vapor de *n*-hexano, para que os extratos fossem coletados de forma simultânea. Os extratos foram concentrados em rotaevaporador até um volume de 10 mL, em seguida transferidos para frascos individuais, levados para capela para finalizar a evaporação do solvente. e armazenados sob refrigeração até o momento da análise.

4.3 ESPECTROSCOPIA EM INFRAVERMELHO POR TRANSFORMADA DE FOURIER (*Fourier Transform Infrared* – FTIR) E ACESSÓRIO DE REFLECTÂNCIA TOTAL ATENUADA (*Attenuated Total Reflectance* – ATR)

A triplicata rotaevaporada foi analisada em Espectrômetro de Infravermelho por Transformada de Fourier, modelo *Frontier, Perkin Elmer*. Nas condições de análises foram utilizadas a faixa de número de onda em cm^{-1} de 4000 até 400, resolução de 4 cm^{-1} e 32 acumulações.

5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.1 ANÁLISES DOS ESPECTROGRAMAS DAS AMOSTRAS DE FOLHAS DE *D. bulbifera* (CARÁ-MOELA) POR FTIR

As folhas de *D. bulbifera* (Figuras 16 e 17) foram coletadas na área experimental do curso de Agronomia (Coordenadas geográficas: 26°17'58" de latitude sul e 52°68'92" de longitude oeste e altitude de 761m), nas dependências da UTFPR Campus Pato Branco no dia 15 de maio de 2020, a temperatura ambiente de 19°C, e após as extrações do óleo em triplicata, as amostras foram levadas até o laboratório Central de Análises, na UTFPR Campus Pato Branco, para análise de Espectroscopia no Infravermelho Médio por Transformada de Fourier.

Os três espectros foram plotados em sobreposição para fim de comparar os resultados obtidos (Figura 17). Observa-se uma pequena diminuição na transmitância da replicata 3 em relação às outras duas, mas isso indica apenas uma pequena falha na execução da extração no momento da introdução da capsula de celulose no aparelho de Soxhlet, de maneira com que o solvente, *n*-hexano, não conseguia fluir com a mesma facilidade através da amostra como nas outras duas replicatas.



Figura 16. Plantação de *D. bulbifera* na UTFPR no dia da coleta.

Fonte: Autoria própria



Figura 17. Folha saudável de *D. bulbifera* no momento da coleta.

Fonte: Autorial própria

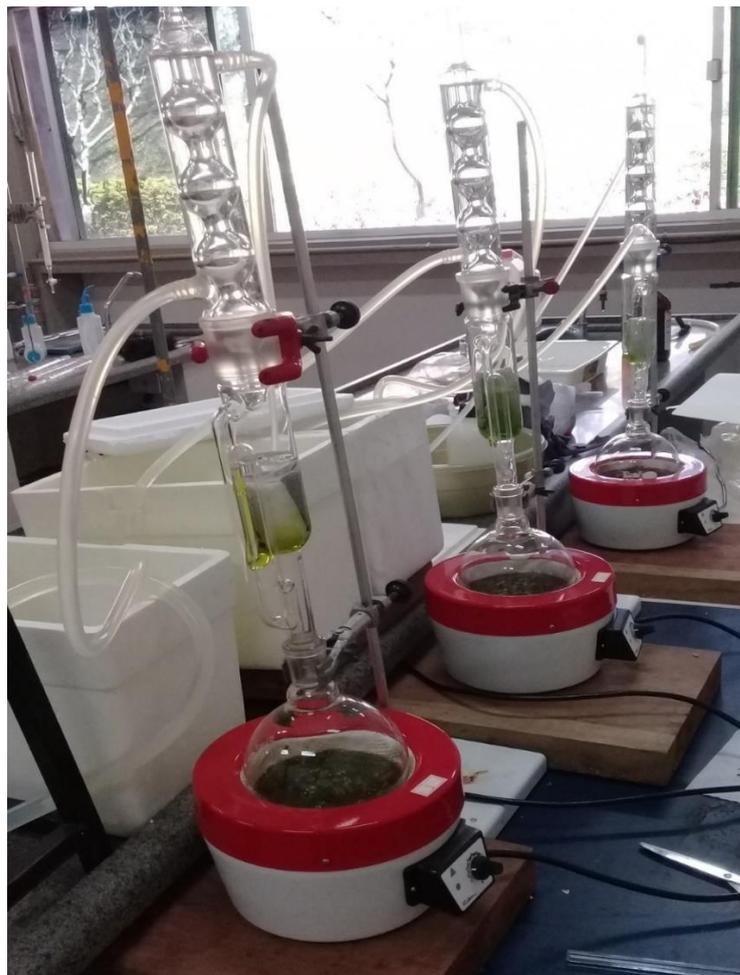


Figura 18. Sistema de resfriamento para extrator Soxhlet em série.

Fonte: Autorial própria

5.2 ANÁLISE DOS ESPECTROS DE INFRAVERMELHO MÉDIO

Entre as frequências de 3300 cm^{-1} e 2500 cm^{-1} podem estar os grupos funcionais dos alcanos e ácidos carboxílicos, e a banda em 3400 cm^{-1} indica presença do grupo funcional hidroxila (-OH) (Figura 20), podendo caracterizar a presença de álcoois e fenóis. A presença da função orgânica fenol pode ser reforçada, em função de absorções nas regiões entre 1600 cm^{-1} e 1460 cm^{-1} , que indica a existência de anéis aromáticos nas moléculas presentes (Figura 21).

Entre 1720 cm^{-1} e 1750 cm^{-1} (Figura 21) observa-se a presença de ésteres e aldeídos. A existência de absorção entre 1345 cm^{-1} e 1480 cm^{-1} indica a presença de compostos nitrogenados e, mais uma vez, alcanos. As absorções menos intensas entre 1400 cm^{-1} e 1000 cm^{-1} indicam a presença de aminas e ésteres, e o sinal entre 1000 cm^{-1} e 660 cm^{-1} indica, mais uma vez, aminas e ésteres, mas também alcenos (Figura 22).

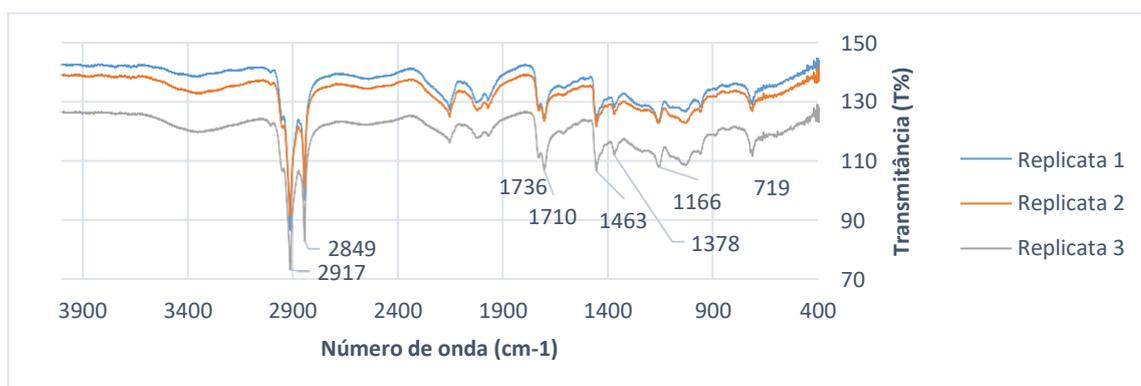


Figura 19. Espectros FTIR de amostras de folhas de *D. bulbifera*

Fonte: Autoria própria

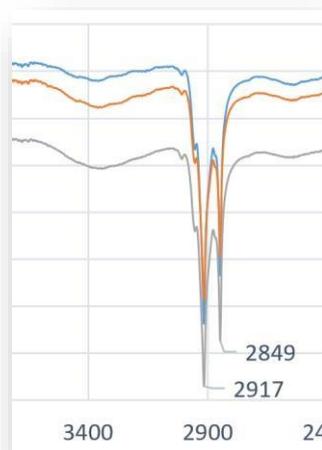


Figura 20. Bandas indicadoras dos grupos hidroxila, alcanos e ácidos carboxílicos

Fonte: Autoria Própria



Figura 21. Bandas indicadoras dos grupos ésteres, aldeídos, anéis aromáticos e fenóis

Fonte: Autoria própria



Figura 22. Bandas indicadoras de compostos nitrogenados, alcanos, aminas, ésteres e alcenos

Fonte: Autoria própria

6 CONCLUSÃO

O espectro de infravermelho médio do óleo essencial das folhas de *D. bulbifera* (cará-moela) apresentou diversos grupos funcionais presentes nos vários terpenoides, conhecidos atualmente. Isso nos diz que uma caracterização aprofundada dos compostos presentes nas folhas da *D. bulbifera* pode trazer resultados satisfatórios quanto aos compostos terpênicos presentes.

O maior problema ao se utilizar o *n*-hexano como solvente na extração de compostos terpênicos presentes no óleo essencial está no fato de que esses não são os únicos compostos com moléculas apolares que podem estar presentes na matriz. Assim, são necessárias análises cromatográficas para identificar os diferentes tipos de espécies químicas presentes nas amostras de cará-moela.

Contudo, a existência de anéis aromáticos, ésteres, aldeídos e outros grupos funcionais orgânicos nos mostra a possibilidade da existência de terpenoides na amostra, devido a existência de tais grupos nas moléculas em questão.

A vantagem na utilização de solvente orgânico (*n*-hexano), para obtenção de óleo essencial utilizada neste trabalho, reside no fato de se ter obtido maior quantidade em massa de óleo essencial, sem a necessidade de utilizar elevada temperatura (PE *n*-hexano 69°C). Mas outros métodos de obtenção do óleo essencial, como, por exemplo, a hidrodestilação que, se realizada nas condições ideais, pode trazer resultados mais satisfatórios, principalmente por não apresentar a interferência de metabólitos secundários fixos, que não são de interesse para trabalhos de caracterização de óleos essenciais. A hidrodestilação também tem custo menor, pois utiliza água como solvente extrator, mas tem uma grande desvantagem em relação a extração via Soxhlet, a quantidade obtida de óleo essencial é muito pequena, ficando a maior parte retida no hidrolato.

É importante salientar que as análises que melhor identificam os metabólitos presentes em amostras de óleo essencial é a cromatografia gasosa acoplada à espectrometria de massas. Essa técnica estava prevista para ser utilizada neste trabalho, mas infelizmente, o equipamento existente na Central de Análises apresentou problemas, impossibilitando sua utilização. Dessa forma, lançou-se mão da técnica de FTIR para a análise do óleo essencial e término do trabalho

7 REFERÊNCIAS

- ADA. **Position of The American Dietetic Association: Phytochemicals and functional Foods.** [s.l: s.n.].
- ADAMS, R. P. **Identification of essential oil components by gas chromatography mass spectroscopy.** [s.l: s.n.]. v. 16
- BIONDO, E. et al. Diversidade e potencial de utilização de plantas alimentícias não convencionais no Vale do Taquari,RS. **Revista Eletrônica Científica da UERGS**, v. 4, n. 1, p. 61–90, 13 abr. 2018.
- CASCANT, M. M. et al. Determination of total phenolic compounds in compost by infrared spectroscopy. **Talanta**, v. 153, p. 360–365, 2016.
- CHARLES, D. J.; SIMON, J. E. Comparison of Extraction Methods for the Rapid Determination of Essential Oil Content and Composition of Basil. **Journal of the American Society for Horticultural Science**, v. 115, n. 3, p. 458–462, maio 1990.
- COCHRANE, B. Antibacterial and Antifungal Screening of Florida's Exotic Invasive Plant Species. **College of Public Health**, 1998.
- COSTA, D. P.; PERALTA, D. F. Bryophytes diversity in Brazil. **Rodriguésia**, v. 66, n. 4, p. 1063–1071, 2015.
- COWAN, M. M. Plant Products as Antimicrobial Agents. **Clinical Microbiology Reviews**, v. 12, n. 4, p. 564–582, 1 out. 1999.
- CSEKE, L. J. et al. **Natural Products from Plants.** [s.l.] Taylor & Francis, 2006.
- DASSOFF, E. S.; LI, Y. O. Mechanisms and effects of ultrasound-assisted supercritical CO₂ extraction. **Trends in Food Science and Technology**, v. 86, n. March, p. 492–501, 2019.
- DETTMER-WILDE, K.; ENGEWALD, W. **Practical Gas Chromatography.** Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg, 2014.
- EMBRAPA. **HORTALIÇAS não convencionais. Hortaliças tradicionais: cara-do-ar.**, 2017. Disponível em: <<http://ainfo.cnptia.embrapa.br/digital/bitstream/item/160994/1/folder-cara-do-ar.pdf>>
- FLECK, M. et al. Plantas alimentícias não convencionais ocorrentes no Vale do Taquari-RS e suas principais utilizações. n. 51, p. 4, 2015.
- GHOSH, S. et al. Phytochemical Analysis and Free Radical Scavenging Activity of Medicinal Plants *Gnidia glauca* and *Dioscorea bulbifera*. **PLoS ONE**, v. 8, n. 12, p. e82529, 18 dez. 2013.
- GOVER, T. A. Advances in Chromatography. Volume 1. **Journal of Medicinal Chemistry**, v. 9, n. 6, p. 983–983, nov. 1966.

GOWRI SHANKAR, K. et al. Synergistic efficacy of three plant extracts, *Bergeniaciliata*, *Acorus Calamus* and *Dioscorea Bulbifera* for antimicrobial activity. **International Journal of Pharma and Bio Sciences**, v. 7, n. 4, p. B619–B628, 2016.

GUAN, X. R. et al. Bioactivity, toxicity and detoxification assessment of *Dioscorea bulbifera* L.: a comprehensive review. **Phytochemistry Reviews**, v. 16, n. 3, p. 573–601, 2017.

HAMMER, K. A.; CARSON, C. F.; RILEY, T. V. Antimicrobial activity of essential oils and other plant extracts. **Journal of Applied Microbiology**, v. 86, n. 6, p. 985–990, 25 jun. 1999.

HARI, N.; NAIR, V. P. FTIR spectroscopic analysis of leaf extract in hexane in *Jasminum azoricum* L. **International Journal of Scientific Research and Technology**, v. 4, n. 8, p. 170–172, 2018.

IBÁÑEZ, E.; MENDIOLA, J. A.; CASTRO-PUYANA, M. Supercritical Fluid Extraction. In: **Encyclopedia of Food and Health**. [s.l.] Elsevier, 2016. p. 227–233.

KUETE, V. et al. Antibacterial activities of the extracts, fractions and compounds from *Dioscorea bulbifera*. **BMC Complementary and Alternative Medicine**, v. 12, n. 1, p. 228, 23 dez. 2012.

LI, Y. Q.; KONG, D. X.; WU, H. Analysis and evaluation of essential oil components of cinnamon barks using GC-MS and FTIR spectroscopy. **Industrial Crops and Products**, v. 41, n. 1, p. 269–278, 2013.

LÓPEZ-BASCÓN, M. A.; LUQUE DE CASTRO, M. D. Soxhlet Extraction. **Liquid-Phase Extraction**, p. 327–354, 2020.

LUCCHESI, M. E.; CHEMAT, F.; SMADJA, J. Solvent-free microwave extraction of essential oil from aromatic herbs: comparison with conventional hydro-distillation. **Journal of Chromatography A**, v. 1043, n. 2, p. 323–327, jul. 2004.

LUQUE DE CASTRO, M. D.; PRIEGO-CAPOTE, F. Soxhlet extraction: Past and present panacea. **Journal of Chromatography A**, v. 1217, n. 16, p. 2383–2389, abr. 2010.

MEDANA, C. et al. Selective analysis of phenolic compounds in propolis by HPLC-MS/MS. **Phytochemical Analysis**, v. 19, n. 1, p. 32–39, 2008.

MENEZES, M. et al. Update of the Brazilian floristic list of Algae and Cyanobacteria. **Rodriguésia**, v. 66, n. 4, p. 1047–1062, 2015.

MENGEL, A. A. et al. Formação profissional da Agronomia: Problematização ao uso de agrotóxicos e visualização de alternativas tecnológicas. **Journal of Physics A: Mathematical and Theoretical**, 2007.

MOHAMMADPOUR, H. et al. Optimization of ultrasound-assisted extraction of *Moringa*

peregrina oil with response surface methodology and comparison with Soxhlet method. **Industrial Crops and Products**, v. 131, n. September 2018, p. 106–116, 2019.

MUÑOZ-BONILLA, A.; CERRADA, M. L.; FERNÁNDEZ-GARCÍA, M. **Polymeric Materials with Antimicrobial Activity From Synthesis to Applications**. [s.l.] The Royal Society of Chemistry, 2013.

NAIDU, A. S. **Natural Food Antimicrobial Systems**. [s.l: s.n.].

NETLAB. **No Title.** Disponível em:
<<https://www.google.com/url?sa=i&source=images&cd=&cad=rja&uact=8&ved=2ahUKEwiVrKvA9vnlAhU0HbkGHTiXAx0QjRx6BAgBEAQ&url=https%3A%2F%2Fwww.lojanetlab.com.br%2Fvidrarias-para-laboratorios%2Faparelho-de-destilacao%2Faparelho-clevenger-para-determinacao-de-oleo>>.

OGUNDAJO, A. L. et al. Chemical constituents of the leaf essential oil of *Physalis angulata* L. **Asian Journal of Applied Sciences**, v. 03, n. 04, p. 652–655, 2015.

OIRERE, E. K. et al. Phytochemical analysis of n-hexane leaf extract of *Alpinia purpurata* (Vieill.) K. Schum using UV-VIS, FTIR and GC-MS. **International Journal of Pharmacy and Pharmaceutical Sciences**, v. 7, n. 8, p. 387–389, 2015.

OLSEN, L. et al. **Fungal diseases: An emerging threat to human, animal and plant health**. [s.l: s.n.].

OSBOURN, A. E.; LANZOTTI, V. **Plant-derived Natural Products: Synthesis, Function and Application**. [s.l.] Springer, 2009.

PAVIA, D. L. et al. **Introduction to Spectroscopy**. [s.l: s.n.]. v. 5

PRADO, J. et al. Diversity of ferns and lycophytes in Brazil. **Rodriguésia**, v. 66, n. 4, p. 1073–1083, 2015.

QUEIROZ, A. et al. Ora-pro-nóbis em uso alimentar humano : percepção sensorial Ora-pro-nóbis in human food consumption : sensorial perception. p. 1–5, 2015.

SKOOG, D. A.; HOLLER, F. J.; CROUCH, S. R. Principles of instrumental analysis. **Journal of Chemical Education**, v. 49, n. 6, p. A362, jun. 2016.

SMITH, B. C. **Fundamentals of Fourier Transform Infrared Spectroscopy**. [s.l: s.n.]. v. 10

STUART, B. H. **Infrared Spectroscopy: Fundamentals and Applications**. [s.l: s.n.]. v. 8

TALARO, K. P.; TALARO, A. **Foundations in Microbiology - 4th edition**. [s.l: s.n.].

TEPE, B. et al. Antimicrobial and antioxidant activities of the essential oil and various extracts of *Salvia tomentosa* Miller (Lamiaceae). **Food Chemistry**, v. 90, n. 3, p. 333–340,

maio 2005.

VAN DEN DOOL, H.; DEC. KRATZ, P. A generalization of the retention index system including linear temperature programmed gas—liquid partition chromatography. **Journal of Chromatography A**, v. 11, n. C, p. 463–471, jan. 1963.

VIANA, M. M. S. et al. Composição fitoquímica e potencial antioxidante de hortaliças não convencionais. **Horticultura Brasileira**, v. 33, n. 4, p. 504–509, dez. 2015.

WILSON, C. L. et al. Rapid Evaluation of Plant Extracts and Essential Oils for Antifungal Activity Against *Botrytis cinerea*. **Plant Disease**, v. 81, n. 2, p. 204–210, fev. 1997.

ZAPPI, D. C. et al. Growing knowledge: an overview of Seed Plant diversity in Brazil. **Rodriguésia**, v. 66, n. 4, p. 1085–1113, 2015.

ZHAO, S.; ZHANG, D. Supercritical CO₂ extraction of Eucalyptus leaves oil and comparison with Soxhlet extraction and hydro-distillation methods. **Separation and Purification Technology**, v. 133, p. 443–451, set. 2014.