



UNIVERSIDADE FEDERAL DE ALAGOAS
UNIDADE ACADÊMICA CENTRO DE TECNOLOGIA
CURSO DE ENGENHARIA QUÍMICA



ITALAINE DOS SANTOS DE SOUZA

ESTUDO E CARACTERIZAÇÃO DO ÓLEO ESSENCIAL DA
PIMENTA-DO-REINO (*Piper nigrum*) UTILIZANDO OS MÉTODOS DE
DESTILAÇÃO POR ARRASTE DE VAPOR E ULTRASSOM

Maceió

2024

ITALAINE DOS SANTOS DE SOUZA

**ESTUDO E CARACTERIZAÇÃO DO ÓLEO ESSENCIAL DA
PIMENTA-DO-REINO (*Piper nigrum*) UTILIZANDO OS MÉTODOS DE
DESTILAÇÃO POR ARRASTE DE VAPOR E ULTRASSOM**

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado ao curso de Engenharia Química da Universidade Federal de Alagoas como requisito para obtenção do título de Bacharel em Engenharia Química.

Orientadora: Prof. Dra. Dayana de Gusmão
Coêlho

Maceió

2024

Catologação na fonte
Universidade Federal de Alagoas
Biblioteca Central
Divisão de Tratamento Técnico

Bibliotecária: Helena Cristina Pimentel do Vale CRB-4/661

S729e Souza, Italine dos Santos de.
Estudo e caracterização do óleo essencial da pimenta-do-reino (*Piper nigrum*)
utilizando os métodos de destilação por arraste de vapor e ultrassom / Italine dos
Santos de Souza. – 2024.
53 f. : il.

Orientadora: Dayana de Gusmão Coêlho.
Monografia (Trabalho de Conclusão de Curso – Engenharia Química) –
Universidade Federal de Alagoas, Centro de Tecnologia, Maceió, 2024.

Bibliografia: f. 48-52.
Apêndices: f. 53.

1. Extração (Química). 2. Óleos essenciais. 3. Bragantina. 4. Kottanadan.
5. Composição química. I. Título.

CDU: 664.5

Folha de Aprovação

ITALAINE DOS SANTOS DE SOUZA

ESTUDO E CARACTERIZAÇÃO DO ÓLEO ESSENCIAL DA PIMENTA-DO-REINO (*Piper nigrum*) UTILIZANDO OS MÉTODOS DE DESTILAÇÃO POR ARRASTE DE VAPOR E ULTRASSOM

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado ao curso de Engenharia Química da Universidade Federal de Alagoas como requisito parcial para obtenção do título de Bacharel em Engenharia Química.

Banca Examinadora:

 Documento assinado digitalmente
DAYANA DE GUSMAO COELHO
Data: 03/05/2024 17:09:02-0300
Verifique em <https://validar.itl.gov.br>

Orientadora: Profa. Dra. Dayana de Gusmão Coêlho
(Universidade Federal de Alagoas)

 Documento assinado digitalmente
CARLOS EDUARDO DE FARIAS SILVA
Data: 06/05/2024 09:57:43-0300
Verifique em <https://validar.itl.gov.br>

Prof. Dr. Carlos Eduardo de Farias Silva
(Universidade Federal de Alagoas)

 Documento assinado digitalmente
JORGE JOSE DE BRITO SILVA
Data: 03/05/2024 18:21:15-0300
Verifique em <https://validar.itl.gov.br>

Prof. Dr. Jorge José de Brito Silva
(Universidade Federal de Alagoas)

AGRADECIMENTOS

Agradeço primeiramente a Deus, por me conceder o dom da vida, saúde, foco, determinação e força para concluir este trabalho.

À minha família, pelo apoio e suporte constante, sempre ao meu lado em todos os momentos dessa jornada. Em especial aos meus pais, Marcos e Gilvania, por acreditarem e abraçarem os meus sonhos como se fossem seus, e por nunca medirem esforços para me proporcionar uma educação de qualidade, garantindo-me todas as condições e incentivo necessários para concretizar meus sonhos. Ao meu irmão, Italo, por todo apoio e incentivo. À minha amada sogra, Ana Teresa, e ao meu namorado, Rodolfo, por estarem ao meu lado nesse sonho, me incentivando e oferecendo seu apoio incondicional.

Aos meus amigos de curso, que compartilharam comigo todos os momentos, desde os estudos até os momentos de dificuldades. Agradeço pela amizade, companheirismo e trocas de conhecimentos.

À minha orientadora, Prof. Dra. Dayana de Gusmão, por aceitar me orientar, pelo suporte, ensinamentos, dedicação e paciência durante a construção deste trabalho.

Ao professor pesquisador Mozart Daltro e à Ágda Guimarães, pelo auxílio no desenvolvimento das análises e pelos ensinamentos compartilhados. Aos demais professores do curso de Engenharia Química, por todos os ensinamentos enriquecedores, pelos conselhos, paciência e dedicação.

Aos laboratórios LASSOP e LPQPN, pela disponibilidade dos equipamentos necessários para a realização das análises e experimentos, contribuindo significativamente para o desenvolvimento deste trabalho.

À Usina Caeté, expresse minha profunda gratidão pela oportunidade de realizar meu estágio em sua unidade Matriz. Foi uma experiência enriquecedora, onde pude aplicar de forma prática todo o conhecimento teórico adquirido na universidade.

Por fim, a todos que contribuíram direta ou indiretamente para a conclusão deste sonho, meus sinceros agradecimentos.

RESUMO

A pimenta-do-reino (*Piper nigrum*), originária da Índia, é uma planta trepadeira de grande valor econômico. Existem vários tipos de pimentas, no qual apresentam em sua composição química óleos essenciais, oleorresina, resina, piperina e outros compostos. Os óleos essenciais, caracterizados por serem compostos voláteis complexos que conferem aroma e sabor distintos, são extraídos por uma variedade de métodos, sendo a destilação por arraste de vapor a técnica mais comum. Nesse contexto, o presente trabalho tem como objetivo analisar as cultivares Bragantina e Kottanadan, visando a obtenção de seus respectivos óleos essenciais, utilizando destilação por arraste de vapor e ultrassom como métodos de extração, e identificando seus constituintes químicos. O teor de umidade das pimentas do tipo preta apresentaram valores significativamente maiores em comparação com as pimentas do tipo branca, devido à presença da casca (pericarpo), com valores de até 74% para a cultivar Kottanadan. Os rendimentos de extração mais elevados foram obtidos para a cultivar Kottanadan, alcançando uma média de 1,59% e 6,70%, para os métodos de destilação por arraste de vapor e ultrassom, respectivamente. A análise da composição química dos óleos essenciais das pimentas em estudo, revelou os principais componentes majoritários como β -cariofileno (22,33%), τ -Muurolool (10,01%), β -Bisboleno (11,34%), Caryophyllene oxide (12,95%) e 4-Terpeneol (8,33%). A análise estatística mostrou diferenças significativas ($p < 0,05$) tanto para o tipo de pimenta quanto para o método de extração, evidenciando sua influência no rendimento da extração de óleo essencial. Conclui-se que os compostos químicos identificados no óleo essencial da pimenta-do-reino apresentam propriedades biológicas e farmacológicas semelhantes, incluindo atividades antimicrobianas, antioxidantes e anti-inflamatórias. Essas características sugerem uma aplicação promissora dessas propriedades na indústria farmacêutica, destacando o potencial da pimenta-do-reino como uma fonte de princípios ativos valiosos para o desenvolvimento de novos medicamentos e produtos terapêuticos.

Palavras-Chave: Extração. Óleos essenciais. Bragantina. Kottanadan. Composição Química.

ABSTRACT

Black pepper (*Piper nigrum*), originally from India, is a climbing plant of great economic value. There are several types of peppers, which have essential oils, oleoresin, resin, piperine and other compounds in their chemical composition. Essential oils, characterized by being complex volatile compounds that impart a distinct aroma and flavor, are extracted by a variety of methods, with steam distillation being the most common technique. In this context, the present work aims to analyze the Bragantina and Kottanadan cultivars, aiming to obtain their respective essential oils, using steam distillation and ultrasound as extraction methods, and identifying their chemical constituents. The moisture content of black peppers presented significantly higher values compared to white peppers, due to the presence of the skin (pericarp), with values of up to 74% for the Kottanadan cultivar. The highest extraction yields were obtained for the Kottanadan cultivar, reaching an average of 1.59% and 6.70% for the steam distillation and ultrasound distillation methods, respectively. Analysis of the chemical composition of the essential oils from the peppers under study revealed the main major components as β -caryophyllene (22.33%), τ -Muurolol (10.01%), β -Bisbolene (11.34%), Caryophyllene oxide (12.95%) and 4-Terpeneol (8.33%). Statistical analysis showed significant differences ($p < 0.05$) for both the type of pepper and the extraction method, highlighting their influence on the essential oil extraction yield. It is concluded that the chemical compounds identified in black pepper essential oil have similar biological and pharmacological properties, including antimicrobial, antioxidant and anti-inflammatory activities. These characteristics suggest a promising application of these properties in the pharmaceutical industry, highlighting the potential of black pepper as a source of valuable active ingredients for the development of new medicines and therapeutic products.

Keywords: Extraction. Essential oils. Bragantina. Kottanadan. Chemical composition.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 – Tipos de colheita da pimenta-do-reino.....	15
Figura 2 – Aparelho Clevenger	19
Figura 3 – Aparelho de destilação por arraste de vapor.....	20
Figura 4 – Aparelho Soxhlet	22
Figura 5 – Gráfico da constituição percentual dos componentes químicos da <i>Piper nigrum</i>	23
Figura 6 – Estrutura molecular dos constituintes químicos majoritários	23
Figura 7 – Fluxograma das etapas de desenvolvimento do trabalho.....	25
Figura 8 – Localização geográfica da empresa Righetti Agrícola LTDA-ME	26
Figura 9 – Amostras coletadas de pimenta	26
Figura 10 – Cultivares Bragantina e Kottanadan em maceração com água	27
Figura 11 – Cultivares Bragantina e Kottanadan preta e branca trituradas	28
Figura 12 – Destilador por arraste de vapor montado.....	28
Figura 13 – Procedimento de extração líquido-líquido	30
Figura 14 – Tubos de ensaio contendo óleo e diclorometano na capela	30
Figura 15 – Processo de extração por Ultrassom.....	31
Figura 16 – Filtração do material vegetal sólido.....	32
Figura 17 – Cromatógrafo gasoso acoplado a um espectrômetro de massas.....	33
Figura 18 – Mistura heterogênea de água e óleo essencial	35
Figura 19 – Óleos essenciais extraídos pelo método de ultrassom	37
Figura 20 – Cromatograma do óleo essencial da Pimenta Bragantina branca.....	40
Figura 21 – Cromatograma do óleo essencial da Pimenta Kottanadan branca.....	41
Figura 22 – Cromatograma do óleo essencial da Pimenta Kottanadan preta	42
Figura 23 – Cromatograma do óleo essencial da Pimenta Bragantina preta.....	43
Figura 24 – Gráficos do rendimento em função das variáveis “pimenta” e “método”	46

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Principais características das cultivares da <i>Piper nigrum</i>	15
Tabela 2 – Principais componentes e teores encontrados nos grãos da <i>Piper nigrum</i>	16
Tabela 3 – Teor de umidade das pimentas.....	34
Tabela 4 – Rendimento do óleo essencial obtido por destilação de arraste a vapor	36
Tabela 5 – Rendimento do óleo essencial obtido pela extração por ultrassom	38
Tabela 6 – Compostos identificados no óleo essencial da Pimenta Bragantina branca	40
Tabela 7 – Compostos identificados no óleo essencial da Pimenta Kottanadan branca	41
Tabela 8 – Compostos identificados no óleo essencial da Pimenta Kottanadan preta	42
Tabela 9 – Compostos identificados no óleo essencial da Pimenta Bragantina preta.....	43
Tabela 10 – Quadro ANOVA para análise estatística das variáveis	45

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	11
2 OBJETIVOS	13
2.1 Geral.....	13
2.2 Específicos.....	13
3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	14
3.1 Pimenta-do-reino.....	14
3.2 Subprodutos da Pimenta.....	16
3.3 Métodos de Extração.....	18
3.3.1 Hidrodestilação.....	18
3.3.2 Destilação por arraste de vapor.....	19
3.3.3 Extração Líquido-Líquido (ELL).....	20
3.3.4 Ultrassom.....	20
3.3.5 Soxhlet.....	21
3.4 Constituintes Químicos.....	22
3.5 Cromatografia Gasosa.....	24
4 METODOLOGIA	25
4.1 Obtenção da matéria-prima.....	25
4.2 Pré-processamento.....	26
4.3 Montagem do equipamento de extração.....	28
4.4 Extração por destilação de arraste a vapor.....	29
4.5 Extração Líquido-Líquido.....	29
4.6 Extração por Ultrassom.....	31
4.7 Análise Cromatográfica.....	32
4.8 Análise Estatística.....	33
5 RESULTADOS E DISCUSSÕES	34
5.1 Teor de Umidade.....	34

5.2 Extração do óleo essencial	35
5.2.1 Extração por destilação de arraste a vapor	35
5.2.2 Extração Líquido-Líquido	36
5.2.3 Extração por Ultrassom.....	37
5.3 Identificação dos constituintes dos óleos essenciais.....	39
5.4 Análise Estatística	44
6 CONCLUSÃO	47
7 SUGESTÃO PARA TRABALHOS FUTUROS.....	48
REFERÊNCIAS	49
APÊNDICE	54

1. INTRODUÇÃO

A pimenta-do-reino (*Piper nigrum*), pertencente à família *Piperaceae*, também conhecida como pimenta-da-Índia, é uma planta trepadeira de grande produtividade e uma das mais valorizadas condimentares do mundo, com grande valor econômico, permitindo que essa atividade desenvolvida pelos pipericultores seja altamente rentável (ALMEIDA, 2017). No Brasil, a pimenta-do-reino foi introduzida por portugueses no século XVII, mas só se estabeleceu como cultivo nacional após a introdução da cultivar Cingapura por imigrantes japoneses, na década de 1930, e desde então, tem sido o suporte econômico de pequenos e grandes produtores da região amazônica (ALVES, 2015).

O ritmo de crescimento da produção brasileira atingiu uma de suas melhores atuações no mercado global, superando a Índia em 2017 e a Indonésia em 2018, tornando-se assim o 2º maior produtor no mundo, ficando nessa posição até 2020. O Vietnã é o maior produtor mundial de pimenta-do-reino. De acordo com os dados da FAO (2020), o país respondeu em 2018, por 36% da produção e por 37% do mercado global do produto. O Brasil ficou com 14% da produção mundial e o segundo maior produtor e exportador (AGRO ONLINE, 2023). O Brasil consolidou-se como o 2º maior exportador de pimenta do reino no mundo, ficando atrás apenas do Vietnã. Durante três décadas e meia (1980-2016), a produção de pimenta do reino esteve concentrada no estado do Pará, mais precisamente no município de Tomé-Açu, que foi o berço da produção brasileira desde a década de 1930. A partir de 2016, o Brasil testemunhou a ascensão da produção no estado do Espírito Santo, que de forma "inesperada" e surpreendente alcançou e superou a produção paraense, passando de 7.478 toneladas em 2018 para 60.555 toneladas em 2020 (PAES, 2022).

Com 41.346 hectares de área plantada, o Brasil produziu em 2022 cerca de 128 mil toneladas de pimenta-do-reino (IBGE/SIDRA, 2022). Atualmente, Índia, Brasil, Indonésia, Malásia, Vietnã, China e Sri Lanka são os maiores produtores de pimenta-do-reino (KHAN et al., 2020).

O Espírito Santo lidera a safra nacional de pimenta-do-reino, sendo responsável por 60% da produção brasileira. Em 2023, a expectativa foi de fechar o ano com produção estimada em 78.178 toneladas, um crescimento de 2,14% em relação ao ano de 2022. No último ano, a produção dessa especiaria no Estado foi de 76.533 toneladas, a maior já registrada na série

histórica. O Valor Bruto da Produção de pimenta-do-reino em 2022 foi de R\$ 976,9 milhões, que correspondeu a 4% do Valor Bruto da Produção Agropecuária Capixaba (VBPA) (INCAPER, 2023).

O clima mais adequado para o desenvolvimento das plantas de pimenta-do-reino é o quente e úmido. O solo deve ser bem drenado e com teor de argila suficiente para reter a umidade relativa durante o período mais seco do ano (DUARTE et al., 2006). O Brasil se situa em posição privilegiada para a ciência de produtos naturais, em decorrência de ser um dos países mega-biodiversos e ter constituído um grande corpo de pesquisadores de química de produtos naturais (BERLINCK et al., 2017).

A pimenta-do-reino é vendida no mercado externo como pimenta preta, pimenta branca e pimenta verde, ao passo que no mercado interno, ela é comercializada como pimenta preta e branca, pimenta em pó e misturada a outros condimentos, principalmente cominho. Subprodutos como piperina e oleorresina, extraídos de grãos chochos de pimenta, são utilizados nas indústrias de embutidos, perfumaria e farmacêutica, cujos preços podem atingir até três vezes o valor obtido do produto comercializado na forma de grãos (EMBRAPA, 2006).

As caracterizações químicas de alimentos ou de matérias-primas são de grande importância para a ciência de alimentos e bioquímica, uma vez que através destas que se pode compreender a natureza dos diferentes constituintes dos alimentos, os processos químicos e bioquímicos envolvidos com suas transformações bem como seus atributos de qualidade. Comumente, nos extratos obtidos a partir de pimenta-do-reino estão presentes alcalóides, flavonoides, taninos e terpenos, substâncias com reconhecidas atividades biológicas (BENDAOU et al. 2010). As principais características de um óleo essencial são sua fragrância e suas atividades antimicrobianas e antioxidantes, portanto, é largamente utilizado em indústrias de perfume, indústrias farmacêuticas, indústrias de cosméticos, dentre outras (SILVEIRA et al., 2012).

Nesse contexto, objetivou-se neste trabalho estudar a influência dos tipos de pimenta e dos métodos no rendimento da extração, bem como identificar e quantificar os constituintes químicos mais importantes e majoritários encontrados nos óleos essenciais extraídos da pimenta-do-reino (*Piper nigrum*), visando sua aplicação mais eficaz.

2. OBJETIVOS

2.1 Geral

Com base no exposto, o objetivo geral deste trabalho é estudar e analisar as cultivares Bragantina e Kottanadan, com ênfase na obtenção de seus respectivos óleos essenciais através de métodos de extração sólido-líquido, como a destilação por arraste de vapor e ultrassom, investigando e identificando os constituintes químicos presentes e o efeito das variáveis de processo no rendimento da extração.

2.2 Específicos

- Obtenção dos óleos essenciais da *Piper nigrum*, das cultivares Bragantina e Kottanadan, pimentas branca e preta;
- Realizar a extração utilizando os métodos de ultrassom e arraste à vapor;
- Comparar rendimento, eficiência e qualidade dos óleos essenciais obtidos para cada método de extração utilizado;
- Analisar estatisticamente o(s) efeito(s) das variáveis (tipo de pimenta e método), no rendimento de extração;
- Identificar e analisar os compostos presentes nos óleos essenciais por meio da Cromatografia Gasosa e fazer a comparação para as diferentes pimentas.

3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

3.1 Pimenta-do-reino

A Pimenta-do-reino tem alta importância comercial, econômica e medicinal. Economicamente, as Piperaceae são importantes para a pimenta nos mercados mundiais de especiarias. O fruto amadurecido de *Piper nigrum* é a fonte de pimenta branca, enquanto o fruto não maduro da mesma espécie é a fonte de pimenta preta. Originalmente da Índia, a pimenta-do-reino era importante no início da negociação entre a Europa e a Ásia; hoje é cultivada em todo o trópico úmido (ALMEIDA, 2017).

A cultura da pimenta-do-reino se adapta melhor em um clima quente e úmido, com temperaturas médias entre 23°C - 28°C e umidade relativa do ar variando de 70% a 88%. A precipitação deve ser em torno de 1.500 mm/ano, sendo que alguns autores colocam valores acima de 1800 mm/ano, porém a chuva deve ter boa distribuição durante o ano. Em relação a luminosidade, o recomendado é acima de 2000 horas anuais. Mas de maneira geral, a cultura tem se adaptado bem em regiões com menor quantidade de chuva, pois apresenta um mecanismo de resistência à seca, tal fato é observado na região norte do Espírito Santo. Em contrapartida, sol intenso ou chuvas fortes evidenciam uma baixa polinização, motivada pela seca ou a chamada “lavagem de pólen”, que originará espigas com frutos falhados. No entanto, um período seco próximo a maturação, pode favorecer na regularização e uniformidade da florada, porém o déficit hídrico não pode ser superior a 400 mm/ano (ALIXANDRE, 2023).

As características botânicas desta espécie se tratam de uma espécie vegetal perene, arbustiva e trepadeira. As folhas são sempre inteiras com disposição alternadas, o caule é frequentemente articulado e a inflorescência geralmente é do tipo espiga. A produção de frutos se dá na forma de pimenta preta, pimenta branca e pimenta verde. (HONORATO, 2021).

A colheita pode ser feita em diferentes estágios de maturação, a depender do destino final. As pimentas-do-reino do tipo verde são colhidas no momento em que o fruto atinge 2/3 do seu crescimento, e são então colocadas em salmoura por 24 horas. As do tipo preta são colhidas quando os frutos apresentam a coloração verde-clara ou amarelada. Depois de colhidos são expostos ao sol para secagem. Já as do tipo branca são colhidas quando os frutos apresentam as cores amarelada ou avermelhada. Após a colheita elas são maceradas com água corrente em tanques de alvenaria por 12 dias e depois são secas ao sol (LEMOS et al., 2014).

Figura 1 – Tipos de colheita da pimenta-do-reino.

Fonte: AGRICONLINE (2023).

As cultivares mais utilizadas pelos produtores de pimenta-do-reino são a Cingapura, Guajarina e Bragantina, mas as cultivares Apra, Iaçará, Kottanadan e Kuthiravally também são recomendadas. Segundo Lemos et al. (2014), é importante que haja diversificação de cultivares plantadas, para evitar a uniformidade genética.

Tabela 1 - Principais características das cultivares da *Piper nigrum*.

Cultivar	Tamanho da espiga	Tamanho do fruto	Produção de pimenta preta kg/planta	Tolerância a períodos curtos de estiagem
Apra	Longa	Graúdo	3 a 4	Tolerante
Bragantina	Extra-longa	Graúdo	2 a 3	Pouco tolerante
Kottanadan	Longa	Graúdo	2 a 3	Tolerante
Cingapura	Média	Miúdo	1,5 a 2	Tolerante
Guajarina	Longa	Graúdo	2 a 3	Pouco tolerante
Iaçará	Média	Médio	1,5 a 2	Tolerante
Kuthiravally	Longa	Graúdo	2,5 a 3	Tolerante

Fonte: Adaptado de DUARTE et al (2006); ALIXANDRE (2023).

As cultivares do tipo Bragantina, conhecida também como Panniyur, denominação da cultivar original na Índia, apresenta plantas com folhas largas, em forma de coração, espigas muito longas, com comprimento médio de 14 cm, flores 100% hermafroditas, que favorecem o enchimento das espigas, frutos graúdos e coloração verde-clara dos brotos novos dos ramos de crescimento. As cultivares do tipo Kottanadan, aos 3 anos de idade, em cultivo a pleno sol, apresenta formato cilíndrico e ramos ortotrópicos vigorosos, emitindo raízes de sustentação

bem desenvolvidas. As plantas adultas, após sofrerem podas nos ramos ortotrópicos, demoram a lançar novas brotações. As espigas apresentam comprimento médio de 13 cm, com boa formação de frutos e enchimento de espiga. Os frutos apresentam-se em forma esférica de tamanho médio (EMBRAPA, 2014).

Sabe-se que esta é uma planta rica em retinol (pró-vitamina A), ácido ascórbico (vitamina C), e em minerais como ferro e potássio entre outros compostos, por isso seu forte uso culinário. Porém, nas últimas décadas, seu consumo além do grão seco ou moído, diversificou-se através da obtenção do óleo essencial, resina e oleorresina, devido a quantidade de compostos isolados encontrados na espécie tornando os compostos da pimenta-preta alvo de estudos para avaliar sua atividade (MELO, 2021).

3.2 Subprodutos da Pimenta

Subprodutos são extraídos dos grãos, como a piperina e a oleorresina, que são utilizados na indústria em embutidos, perfumaria e na farmacêutica, alcançando preços até três vezes maiores do que o valor de grãos (DUARTE et al., 2006).

A composição química da cultivar bragantina varia até 4,75% de óleos essenciais, 14,01% de oleorresina, 10,06% de resina, 41,56% de piperina e 29,62% de outros compostos. Já a cultivar kottanadan varia até 5,33% de óleos essenciais, 12,70% de oleorresina, 7,37% de resina, 56,16% de piperina e 28,44% de outros compostos, a depender do tipo de extração utilizado, e das condições das cultivares (EMBRAPA, 2014).

Tabela 2 - Principais componentes e teores encontrados nos grãos da *Piper nigrum*.

Componente Químico	Teor encontrado nos grãos (%)
Amido	22 – 48
Cinza	5 – 6
Fibra crua	10 – 18
Óleo-resina	10 - 15
Óleos essenciais	1 – 5
Piperina	40 - 60
Resina	5 - 10
Umidade	12 - 14

Fonte: Adaptado de EMBRAPA (2006).

Os óleos essenciais são compostos principalmente por terpenoides voláteis, que são produzidos pelo metabolismo secundário de plantas aromáticas. Os principais compostos que formam um óleo essencial pertencem às classes químicas dos monoterpenos oxigenados, monoterpenos, sesquiterpenos e sesquiterpenos oxigenados (MEIRELES, 2009).

Os óleos essenciais são compostos naturais complexos encontrados em várias partes das plantas, incluindo raízes, cascas, folhas, sementes e frutos. Esses óleos são sintetizados durante o metabolismo secundário das plantas e são conhecidos por seus aromas distintos, resultantes da presença de compostos voláteis em sua composição. Comparado à pimenta em grãos, o uso de óleo e oleorresina apresenta diversas vantagens significativas. Isso inclui custos reduzidos de transporte, necessidade de menos espaço para armazenamento, manuseio mais fácil e higiênico, além de propriedades organolépticas (sabor e aroma) consistentes. Além disso, o uso de óleo e oleorresina elimina preocupações relacionadas à contaminação por microorganismos e permite um controle preciso do sabor e aroma dos alimentos através de diluições adequadas. (BRUNI, 2014).

Os óleos essenciais são conhecidos pela fragrância e propriedades fortes pela sua atividade antisséptica, ou seja, bactericida, fungicida, antivirais e medicinais e podem ser utilizados como antimicrobianos na conservação de alimentos, além de analgésicos, sedativos e anti-inflamatórios. Por isso os óleos essenciais tornaram-se fonte de pesquisa, objetivando explorar a atividade realizada pelos compostos presentes nos vegetais, tornando-se uma alternativa natural, principalmente para conservação de alimentos, tendo em vista a atual procura por uma alimentação saudável e mais próxima do natural (MELO, 2021).

A oleorresina é extraída através de extração por solvente contém tanto pungência como componentes aromáticos e, por conseguinte, é utilizado como tal na indústria de processamento alimentar (ALVES, 2015).

A oleorresina é um líquido viscoso que varia da coloração verde oliva a verde escura, dependendo da qualidade da pimenta do reino. É constituído de óleos voláteis e de piperina, além de pequenas quantidades de clorofila, corantes, resinas, açúcares, óleos fixos e outros. A coloração verde é devida à presença de clorofila. A resina é obtida a partir do resíduo da extração do óleo, através da utilização de alguns solventes como acetona, álcool, éter e diclorometano (LOURINHO, 2014).

O principal componente responsável por seu sabor pungente é a piperina, alcalóide derivado da piperidina, sendo o componente majoritário dessa espécie. A piperina apresenta diversas atividades farmacológicas, entre elas podemos citar a ação anti-hipertensiva, antiagregante plaquetária, antioxidante, antiasmática, antipirética, analgésica, antidiarreica, antiespasmódica, ansiolítica, hepatoprotetora, imunomoduladora, antiapoptótica, espermicida, além da ação contra tumores e metástases.

Segundo CASSEL et al. (2009), dependendo do método de extração utilizado, a composição química do óleo pode variar significativamente.

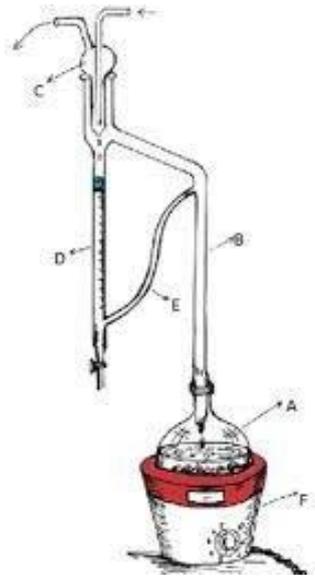
3.3 Métodos de Extração

Atualmente, com o considerável avanço tecnológico, existe uma ampla diversidade de métodos para extrair óleos essenciais. Entre os diversos processos empregados na obtenção de oleorresinas ou óleos essenciais de vegetais, a escolha pode ser influenciada pelo tipo desejado de produto ou pela sensibilidade a altas temperaturas ou ao uso de solventes, fatores que podem impactar na degradação do material.

A extração de óleos essenciais pode ser feita através de diferentes métodos, onde os mais conhecidos são os métodos de hidrodestilação, destilação por arraste a vapor, extração por solventes orgânicos, extração por ultrassom, extração por fluido supercrítico e prensagem a frio (SILVEIRA et al., 2012).

3.3.1 Hidrodestilação

Seu princípio base de separação dos componentes desejados é a diferença de pressão de vapor intrínseca do material e da água envolvida no processo. Essa separação ocorre uma vez que cada substância possui um ponto de ebulição e uma pressão de vapor específicos. Assim, o material vegetal a ser colocado em contato com a água aquecida é afetado pela pressão das moléculas de vapor d'água em ebulição que forçam a abertura das paredes celulares e levam a evaporação do óleo contido no interior da planta (SILVEIRA et al., 2012). Esse método é comumente realizado utilizando o aparelho Clevenger (Figura 2).

Figura 2 – Aparelho Clevenger.

Fonte: OLIVEIRA (2021).

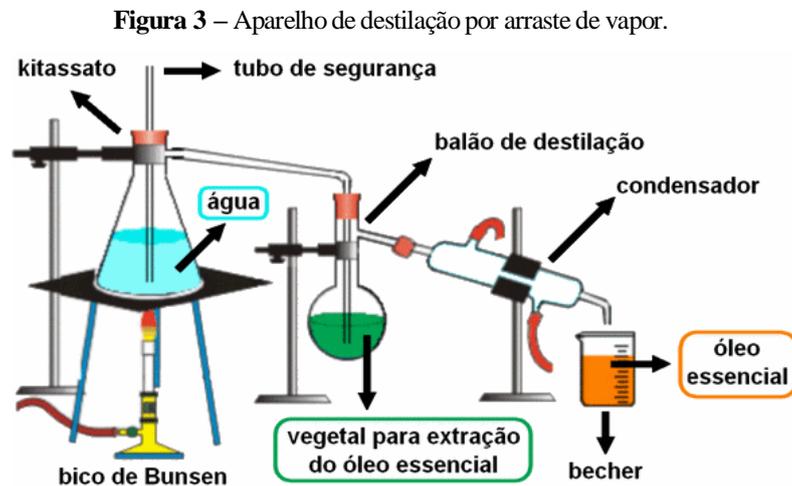
3.3.2 Destilação por arraste a vapor

Configura-se como o método mais utilizado para a extração de óleos essenciais. É um processo simples, cuja matéria vegetal é submetida à ação do vapor d'água, extraindo substâncias pelo arraste de vapor. O vapor d'água passa pela amostra vegetal, arrastando as moléculas de óleo essencial. Ao passar pela serpentina de condensação, o vapor se resfria e condensa. Em seguida, é possível a separação da água e do óleo obtido por extração com solvente (NASCIMENTO, 2015). Durante a destilação, os vapores de água e óleo essencial entram em contato antes que se condensam e gotejam nos receptores como duas fases separadas (DE OLIVEIRA, 2022).

Pode ser utilizado para extração de óleos de diversos vegetais, tais como: folhas, raízes, ramos, gramíneas, sementes e um pequeno grupo de flores. Existe uma condição no processo de arraste a vapor para extração de óleos essenciais, caso o vapor ultrapasse a temperatura ideal do processo as propriedades do óleo resultante são alteradas e a massa vegetal pode se desfazer dependendo do tipo da espécie da planta. O rendimento e a qualidade do produto dependem, em grande parte, da qualidade do equipamento e da correta técnica de operação, onde, as condições do vapor são fundamentais, devendo estar saturado (entre 100°C e 110°C), mas não superaquecido. O aumento da temperatura permite maior solubilidade e difusividade do óleo essencial e diminui sua viscosidade, porém deve ser limitado para evitar o risco de extração de compostos nocivos e degradação térmica da massa vegetal. Além disso, temperaturas muito

elevadas degradam os óleos essenciais, pois os mesmos contêm muitos compostos voláteis (DIAS, 2019).

A Figura 3 apresenta um exemplo do aparelho de destilação por arraste de vapor.



Fonte: ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE QUÍMICA - ABQ (2013).

3.3.3 Extração Líquido-Líquido

O processo de extração líquido-líquido, também conhecido como processo de extração por solvente ou partição, é um método para separar um componente ou componentes específicos de uma mistura heterogênea de líquidos baseado em suas diferentes solubilidades, em dois líquidos diferentes imiscíveis, normalmente água e um solvente orgânico. É um processo de separação que objetiva a extração de uma substância de uma fase líquida em outra fase líquida (ALMEIDA, 2017).

A escolha adequada do solvente desempenha um papel crucial no processo de extração. O solvente deve ser capaz de dissolver seletivamente o componente desejado da mistura a ser extraída e, ao mesmo tempo, ser imiscível com a fase inicial da mistura. Alguns solventes comuns utilizados na extração líquido-líquido incluem éter etílico, diclorometano, hexano, acetona e etanol. A escolha do solvente ideal depende das propriedades específicas do componente a ser extraído, das condições de processo e das considerações de segurança e custo.

3.3.4 Ultrassom

A extração ultrassônica é uma técnica alternativa à extração por solvente a quente e tem sido aplicada para extração de compostos orgânicos de material particulado. A eficiência de

recuperação encontrada usando esta técnica, tem sido igual, ou melhor, do que a obtida na extração por solvente a quente. O método de ultrassom tem sido aplicado com resultados promissores, por exemplo, na indústria farmacêutica, apresentando como vantagens a simplicidade do equipamento, economia do custo inicial, bem como diminuição do tempo necessário para realização (BRUNI, 2014).

O ultrassom é uma tecnologia baseada na aplicação de ondas ultrassônicas, provocando um processo de cavitação, formação e colapso de bolhas na parede celular de matérias ricas em compostos de interesse, aumentando a taxa de extração em curto espaço de tempo. Além dos fatores que interferem na extração, tais como temperatura, pressão, solvente e potência, uma melhor recuperação de compostos bioativos pode ser obtida por meio da otimização de parâmetros referentes ao funcionamento do ultrassom, tais como o tempo e distribuição das ondas ultrassônicas (GOMES, 2021).

A extração assistida por ultrassom, é uma metodologia em ascensão nas áreas de alimentos e bioprocessos nos últimos tempos, pelas vantagens de menor tempo de extração e menor consumo de energia (SILVA, 2022). Este método de extração de óleo essencial por ultrassom oferece várias vantagens em relação aos métodos tradicionais, incluindo uma maior eficiência na extração de compostos voláteis, uma redução no tempo de extração, uma diminuição no consumo de solventes e uma maior preservação das propriedades sensoriais e terapêuticas dos óleos essenciais. Além disso, o processo de ultrassom pode ser facilmente controlado e ajustado para otimizar a eficiência da extração (SIMÕES, 2014).

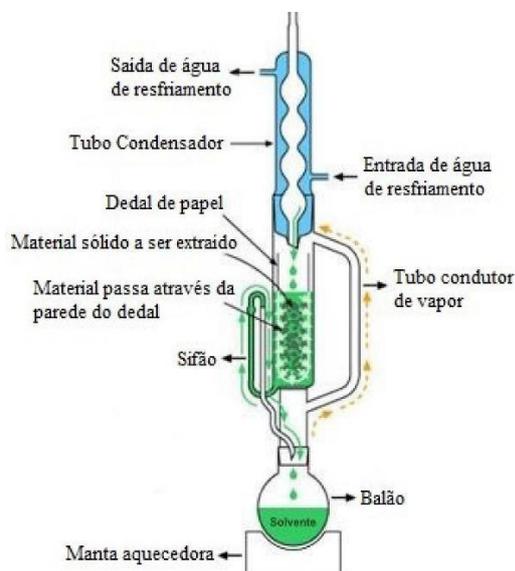
Alguns solventes comumente usados na extração por ultrassom incluem etanol, metanol, acetona, hexano, diclorometano e éter etílico. A escolha do solvente ideal depende das propriedades específicas dos compostos alvos, das considerações de segurança e custo, bem como das condições de processo.

3.3.5 Soxhlet

Consiste na inserção de amostra seca em papel filtro, este então é inserido no sistema de destilação com o solvente desejado. O solvente é aquecido e o vapor gerado é condensado, este por sua vez goteja sobre a amostra até atingir o ponto máximo, o que leva o extrato a transbordar e descer ao frasco de destilação. Enquanto o soluto permanece na câmara de destilação, o solvente permanece evaporando e gotejando sobre a amostra. Este processo continua até a extração se completar. O ponto favorável desse sistema de extração é que é de

fácil utilização, no entanto o longo tempo de extração leva a perda de solvente e danos ao meio ambiente (LIMA, 2021). A Figura 4 apresenta o aparelho Soxhlet.

Figura 4 – Aparelho Soxhlet.



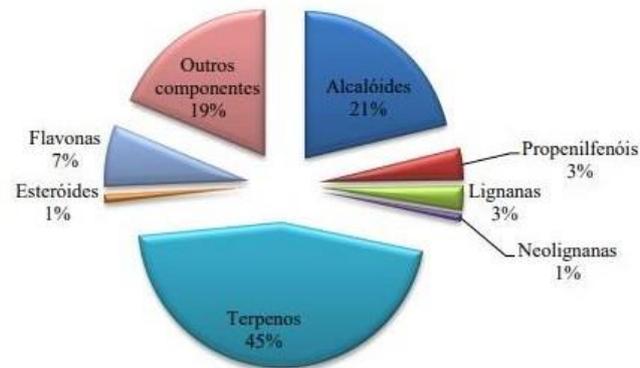
Fonte: COSTA (2017).

3.4 Constituintes Químicos

A fitoquímica do gênero *Piper* é rica em termos de números de compostos descobertos. Apenas cerca de 10% de todas as espécies do gênero *Piper* foram investigadas fitoquimicamente. Essas espécies apresentaram 667 compostos diferentes distribuídos da seguinte forma: 190 alcalóides/amidas, 49 lignanas, 70 neolignanas, 97 terpenos, 39 propenilfenóis, 15 esteróides, 18 kavapironas, 17 chalconas/dihidrochalconas, 16 flavonas, 6 flavanonas, 4 piperolídeos e 146 compostos diversos que não se enquadram nos principais grupos comuns de metabólitos secundários (WANG et al., 2014).

A eficácia de extratos de *Piper* como agentes anticancerígenos, antimalárgicos e antimicrobianos são bem documentadas. Amidas e alcalóides são os principais constituintes que suprimem o crescimento de linhas celulares de câncer. A Piperina, responsável pelo aroma pungente da *Piper nigrum*, foi relatada ser um inibidor do crescimento tumoral e metástase pulmonar em camundongos (MGBEAHURUIKE et al., 2017). A Figura 5 apresenta o gráfico da constituição percentual dos componentes químicos presentes na *Piper nigrum*.

Figura 5 - Gráfico da constituição percentual dos componentes químicos da *Piper nigrum*.

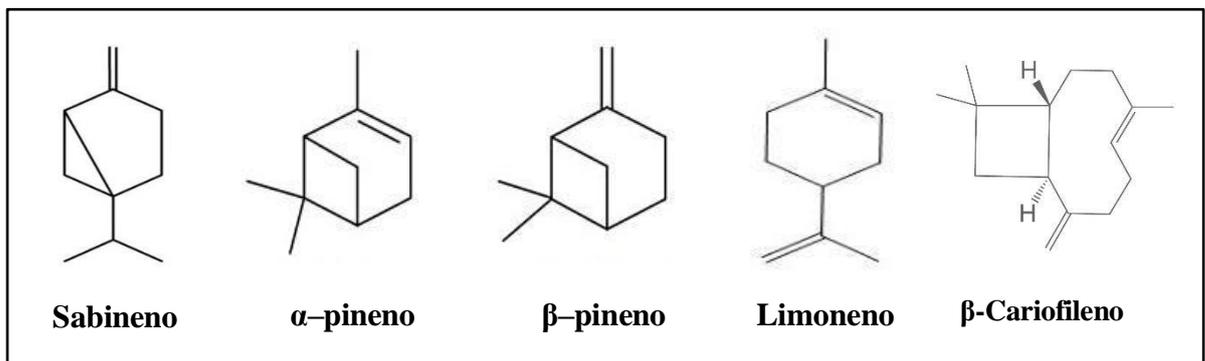


Fonte: ALMEIDA (2017).

O composto mais conhecido da *Piper nigrum* é a amida, a piperina. Ela é o metabólito secundário presente em maior concentração na semente da planta (SCOTT et al., 2008). A composição química do óleo essencial de uma planta é determinada geneticamente, geralmente específica para um determinado órgão, e característica para o seu estágio de desenvolvimento. Entretanto, as condições ambientais são capazes de causar variações significativas (COLE, 2008).

De acordo com MELO (2021), a partir da análise cromatográfica do óleo essencial da *Piper nigrum*, os constituintes químicos majoritários presentes são: sabineno (30,62%), limoneno (21,43%), β -Cariofileno (21,00%), β -pineno (9,62%) e α -pineno (5,31%). Esses constituintes químicos estão representados na Figura 6.

Figura 6 – Estrutura molecular dos constituintes químicos majoritários.



Fonte: Adaptado de IWAMOTO (2019).

Nos estudos conduzidos por MORSHED (2017), ANDRIANA (2019) e DOSOKY (2019), o constituinte químico majoritário identificado no óleo essencial da pimenta-do-reino foi o β -Cariofileno, correspondendo a 19,12%, 51,12% e 6,9%, respectivamente, em cada pesquisa.

3.5 Cromatografia Gasosa

A avaliação qualitativa dos óleos essenciais pode ser realizada com o uso de diversos métodos analíticos, que permitem avaliar a qualidade do óleo essencial garantindo, assim, a constância de seus constituintes químicos e a segurança de sua utilização. A cromatografia é um método de análise ou separação dos componentes de uma amostra entre duas fases, sendo uma móvel e outra estacionária. Durante a passagem da fase móvel através da fase estacionária, os componentes da amostra são distribuídos entre as duas, de tal forma que alguns compostos terão maior afinidade pela fase móvel, enquanto outros terão maior afinidade pela fase estacionária. Obtém-se desta forma uma separação dos compostos da amostra tendo-se migrações diferenciais destes pela fase estacionária (GABRIEL; SALVADOR, 2021). De maneira geral, a cromatografia gasosa é aplicável para a separação e análise de misturas cujos constituintes tenham pontos de ebulição de até 300°C e que sejam termicamente estáveis.

Em Cromatografia Gasosa vários detectores podem ser utilizados, mas a Espectrometria de Massas (EM) é a técnica mais utilizada para a identificação dos componentes de óleos essenciais. Na EM a amostra é ionizada e detectam-se o pico do íon molecular, bem como os fragmentos obtidos dessa ionização. O processo de ionização, geralmente, confere energia suficiente para quebrar a molécula numa variedade de fragmentos. Os métodos de ionização mais empregados em CG-EM são a ionização por impacto de elétrons (IE) e a ionização química (IQ) (NASCIMENTO, 2015).

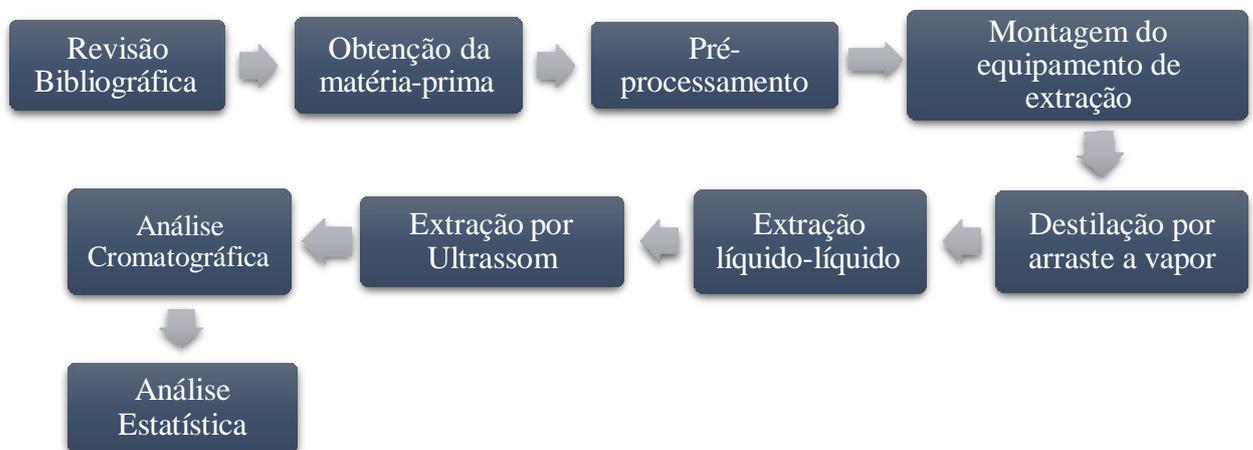
Um espectro de massa é um gráfico que mostra a abundância relativa de cada fragmento que atinge o detector do espectrômetro de massa. Um pico num cromatograma é identificado por meio do registro de seu espectro de massa assim que ele é eluído (STEFFENS, 2010).

4. METODOLOGIA

Os experimentos e estudos referentes ao presente trabalho foram realizados nos laboratórios que integram a Unidade Acadêmica do Centro de Tecnologia (CTEC) e o Instituto de Química e Biotecnologia (IQB), como o Laboratório de Sistema de Separação e Otimização de Processos (LASSOP) e o Laboratório de Pesquisa em Química dos Produtos Naturais (LPQPN).

A Figura 7 apresenta o fluxograma simplificado da metodologia utilizada para a execução do presente trabalho.

Figura 7 - Fluxograma das etapas de desenvolvimento do trabalho.



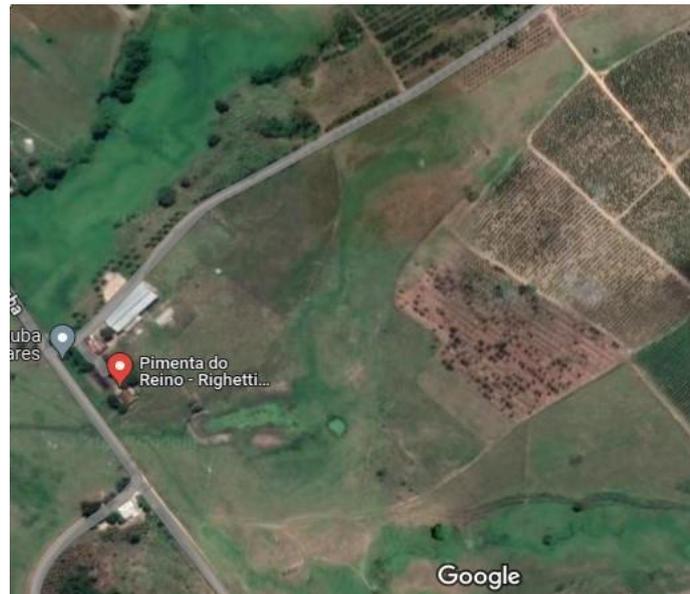
Fonte: Autora (2024).

Na etapa inicial deste estudo, foi conduzida uma revisão bibliográfica sobre a *Piper nigrum*, explorando suas cultivares, períodos de maturação, métodos de processamento, bem como seus respectivos subprodutos.

4.1 Obtenção da matéria-prima

A obtenção da matéria-prima foi realizada através da exploração das plantações de pimenta-do-reino na região do município de União dos Palmares, em Alagoas. A empresa Righetti Agrícola LTDA-ME está situada na Fazenda Sete Léguas, s/nº, Zona Rural, União dos Palmares - AL, 57800-000 (Figura 8). Foram coletadas amostras das cultivares Bragantina e Kottanadan, nas variações branca e preta, para posterior extração e análise (Figura 9).

Figura 8 – Localização geográfica da empresa Righetti Agrícola LTDA-ME.



Fonte: Google Maps (2024).

Figura 9 – Amostras coletadas de pimenta.



Fonte: Autora (2024).

4.2 Pré-processamento

Durante a etapa de pré-processamento, os frutos foram cuidadosamente debulhados, limpos, secos, triturados e pesados.

Para a obtenção da pimenta branca, as pimentas maduras foram submetidas a uma etapa de maceração para remover a película que envolve o grão (pericarpo). As amostras foram colocadas em béquers e cobertas com água (Figura 10), e deixando-as em maceração durante 6 dias. A cada 2 dias, foi realizada a troca da água, seguindo o procedimento padrão de tratamento convencional.

Figura 10 – Cultivares Bragantina e Kottanadan em maceração com água.



Fonte: Autora (2024).

Após a remoção da casca (pericarpo), tanto as amostras da pimenta branca quanto a preta, foram submetidas à estufa a 105°C por 24 horas, a fim de determinar o teor de umidade das cultivares. O cálculo do teor de umidade de cada cultivar foi realizado utilizando a Equação 1.

$$\text{Umidade (\%)} = \frac{m_{\text{inicial}} - m_{\text{final}}}{m_{\text{inicial}}} \times 100 \quad (\text{Equação 1})$$

Onde, m_{inicial} representa a massa da amostra antes da secagem em estufa e m_{final} representa a massa da amostra após secagem em estufa.

Após o processo de secagem, as pimentas foram trituradas (Figura 11), em um liquidificador industrial, com o intuito de aumentar a área de contato para a passagem de vapor na etapa de extração. Posteriormente à trituração, as amostras foram pesadas e separadas em duplicata.

Figura 11 – Cultivares Bragantina e Kottanadan preta e branca trituradas.



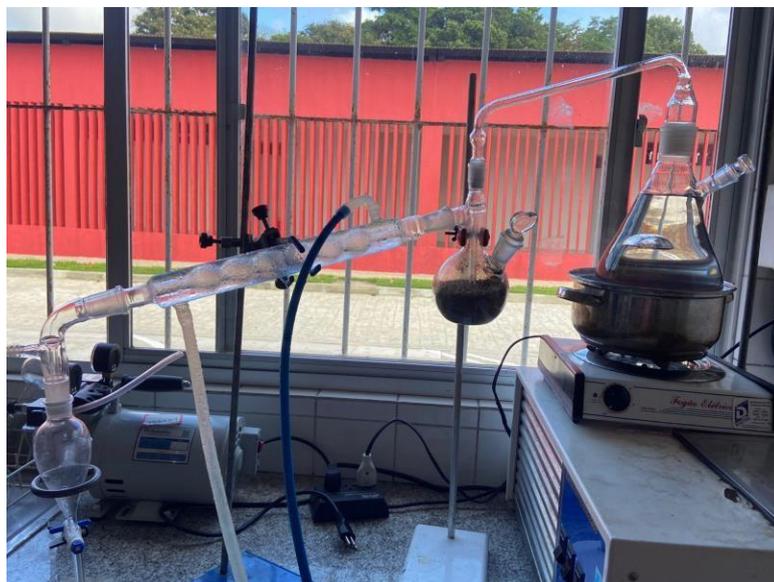
Fonte: Autora (2024).

4.3 Montagem do equipamento de extração

Para a montagem do equipamento utilizado na extração do óleo essencial, foi necessário selecionar vidrarias e equipamentos específicos para a montagem de um destilador por arraste a vapor (Figura 12).

Utilizou-se um kitassato de 2000 mL para a geração de vapor, enquanto como fonte de calor empregou-se um fogão elétrico de 1000 W, acompanhado de uma panela contendo óleo vegetal (óleo de coco) para o aquecimento. Para a amostra vegetal, utilizou-se um balão de fundo chato com um tubo de deslocamento do vapor na parte interna, conectado sequencialmente a um condensador de bolas e, por fim, a um funil de separação.

Figura 12 – Destilador por arraste de vapor montado.



Fonte: Autora (2024).

4.4 Extração por destilação de arraste a vapor

Para a extração dos óleos essenciais conduzida através do método de destilação por arraste de vapor, utilizou-se o equipamento construído durante o desenvolvimento do trabalho, e foi realizada de acordo com os estudos de BOTELHO; ARAUJO (2022). A amostra vegetal destinada à extração do óleo essencial foi adicionada ao balão de fundo chato, enquanto a água a ser aquecida para geração de vapor foi adicionada ao balão de fundo redondo. A fonte de calor foi ligada e após um tempo, a água entrou em ebulição, gerando vapor que foi direcionado para o balão contendo a amostra vegetal, extraíndo o óleo essencial. Seguindo os estudos de SILVA (2023), para o início do processo de ebulição a temperatura foi ajustada a 100°C, e foi controlada durante o processo.

O óleo essencial foi conduzido ao condensador para a etapa de condensação. Posteriormente, o condensado foi coletado em um funil de separação, onde ocorreu a decantação e a subsequente separação do óleo essencial da fase aquosa. O tempo de extração para todas amostras foi de 2 horas, contado a partir da primeira gota do hidrolato.

4.5 Extração Líquido-Líquido (ELL)

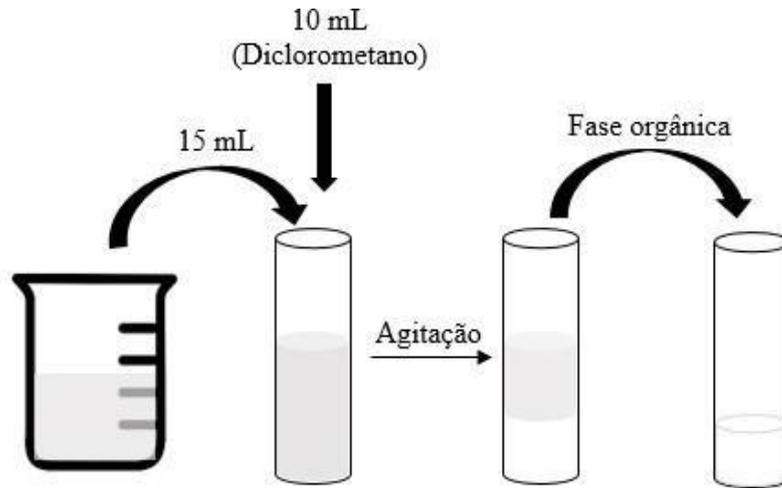
Para a extração do óleo essencial ainda dissolvido na fase aquosa, proveniente do processo de destilação por arraste de vapor, empregou-se a técnica de extração líquido-líquido (ELL), visando maximizar o rendimento da extração. Para esse processo, foi utilizado o diclorometano como solvente, por se tratar de um solvente orgânico eficiente na extração de compostos orgânicos voláteis, seguindo o mesmo procedimento adotado por BOTELHO; ARAUJO (2022).

O procedimento (Figura 13) iniciou-se transferindo a fase aquosa contendo óleo essencial para um béquer, obtida no processo de destilação por arraste a vapor. A extração foi realizada por partes, para aumentar a eficiência da separação. Para cada 15 mL de água com óleo, adicionou-se 10 mL de diclorometano. Após a adição do solvente, a mistura foi vigorosamente agitada em um agitador para garantir a distribuição homogênea dos componentes entre as fases aquosa e orgânica.

Após a agitação, as fases foram separadas devido à diferença de densidade. O óleo essencial, insolúvel em água e com alta afinidade pelo solvente orgânico, foi transferido para a fase orgânica (diclorometano). A fase orgânica, contendo os componentes extraídos, foi

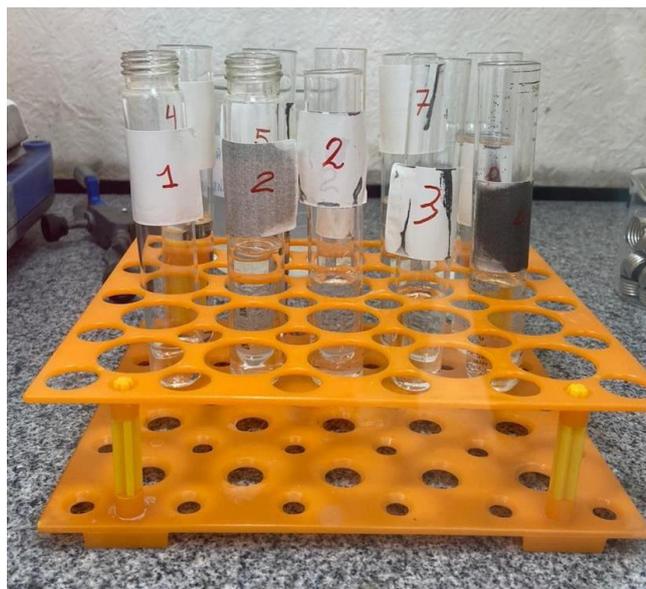
cuidadosamente coletada usando uma pipeta de vidro e transferida para tubos de ensaio. Em seguida, os tubos foram colocados em uma capela (Figura 14) para permitir a evaporação do diclorometano, resultando na recuperação do óleo essencial desejado.

Figura 13 – Procedimento extração líquido-líquido.



Fonte: Autora (2024).

Figura 14 – Tubos de ensaio contendo óleo e diclorometano na capela.



Fonte: Autora (2024).

Para calcular o rendimento dos óleos essenciais obtidos, foi utilizada a Equação 2. Esta

equação permite determinar o rendimento (% m/m) a partir da massa de óleo essencial extraída e da massa total da amostra vegetal utilizada nas extrações.

$$\text{Rendimento (\% m/m)} = \frac{m_{\text{óleo}}}{m_{\text{amostra}}} \times 100 \quad (\text{Equação 2})$$

Onde, $m_{\text{óleo}}$ refere-se a massa de óleo essencial extraída e m_{amostra} refere-se a massa total da amostra utilizada na extração.

4.6 Extração por Ultrassom

Baseando-se na metodologia utilizada por LONGO (2020), a extração pelo método de ultrassom foi conduzida utilizando um banho ultrassônico Unique (Modelo USC2800A), com frequência de 40kHz e potência ultrassônica de 154W (Figura 15).

Inicialmente, foram adicionados 10 g da amostra vegetal em um Erlenmeyer de 250 mL, seguido da transferência de 50 mL do solvente metanol para o Erlenmeyer contendo a amostra, resultando em uma proporção de amostra para solvente de 1:5. O tempo de extração foi padronizado em 1 hora e 30 minutos para todos os experimentos.

Figura 15 – Processo de extração por Ultrassom.



Fonte: Autora (2024).

Após a extração, a mistura foi filtrada para separar a fase líquida, que contém o óleo

essencial, do material vegetal sólido. Em seguida, a fração líquida, composta pelo solvente e pelo óleo essencial, foi concentrada através da evaporação do solvente na capela, permitindo assim a recuperação do óleo essencial.

Figura 16 – Filtração do material vegetal sólido.



Fonte: Autora (2024).

O rendimento (% m/m) dos óleos essenciais obtidos por ultrassom também foi calculado utilizando a Equação 2.

4.7 Análise Cromatográfica

Para a análise dos óleos essenciais foi realizada a identificação dos componentes químicos presentes por meio da cromatografia gasosa acoplada a um espectrômetro de massas (CG-EM). Essa análise foi conduzida no Laboratório de Pesquisa em Química dos Produtos Naturais (LPQPN), situado no Instituto de Química e Biotecnologia (IQB).

O equipamento utilizado foi o Cromatógrafo Gasoso acoplado a Espectrômetro de Massas do modelo Shimadzu QP2010 Ultra. A separação cromatográfica foi realizada usando uma coluna apolar (OV-5, 5% fenil – 95% metil silicone) com 30 m de comprimento, 0,25 mm de diâmetro interno e 0,25 μm de espessura (Ohio Valley Specialty Company, Marietta, Ohio, EUA).

Após a otimização das condições operacionais, 1 μL de uma solução do óleo em diclorometano foi injetada no modo Split no injetor a 250°C. O programa de aquecimento do forno do GC×GC iniciou em 40 °C por 2 minutos, sendo aquecido até 300°C a uma taxa de 5°C min^{-1} e o forno permaneceu nesta temperatura por 5 minutos. A interface e a fonte de íons foram mantidas a 220°C. As condições do espectrômetro de massas foram: energia de 0,85 kV,

ionização por impacto eletrônico (EI) com 70 eV, varredura do espectro de massas (modo SCAN) com taxa de 73,3 Hz em uma faixa de 45 a 550 Daltons. O processamento de dados do GC×GC/qMS foi realizado usando o software GC Solution (Shimadzu), e para a comparação dos compostos, foram consultadas as bibliotecas NIST-20, NIST-14 e NIST-08, sendo considerados identificados os compostos com similaridade maior que 80%.

Figura 17 – Cromatógrafo gasoso acoplado a um espectrômetro de massas.



Fonte: Autora (2024).

4.8 Análise Estatística

Para avaliar o impacto das variáveis de processo, especificamente as cultivares de pimenta e os métodos de extração empregados, no rendimento do processo extrativo, conduziu-se uma análise estatística detalhada dos dados coletados, de acordo com os estudos de NASCIMENTO (2015).

Utilizou-se o Software Statistica 7.0, onde foi elaborado um quadro de análise de variância (ANOVA). A partir deste quadro, foi possível identificar as contribuições relativas de cada fator para as variações observadas no rendimento extrativo. Ademais, para uma compreensão visual e comparativa mais abrangente, foram empregados gráficos representativos para destacar as diferenças entre os diferentes tipos de pimenta e os métodos de extração utilizados.

5. RESULTADOS E DISCUSSÕES

Por meio da implementação dos métodos detalhados na seção de metodologia, foi possível realizar a extração dos óleos essenciais das diferentes cultivares de pimenta-do-reino, utilizando dois métodos distintos. Além disso, foi possível a determinação do rendimento dessas extrações e a identificação dos compostos químicos presentes nos óleos essenciais obtidos.

5.1 Teor de umidade

As amostras de pimenta branca e preta, de ambas as cultivares (Bragantina e Kottanadan), passaram pela etapa de secagem para a determinação do teor de umidade. Foi utilizada a Equação 1 para esse fim, considerando uma massa inicial de 10 g para cada amostra, as quais foram submetidas a estufa de secagem a 105°C por 24 horas. Os resultados obtidos permitiram a determinação precisa do teor de umidade, como mostrado na Tabela 3.

Tabela 3 - Teor de umidade das pimentas.

Pimenta	Umidade (%)
Bragantina Preta	68
Bragantina Branca	42
Kottanadan Preta	74
Kottanadan Branca	46

Fonte: Autora (2024).

Com isso, é possível observar que, para a obtenção da pimenta preta, que mantém a casca (pericarpo), o teor de umidade geralmente ultrapassa os 60%. Em contrapartida, no processo de produção da pimenta branca, a casca é removida por meio de maceração em água, o que resulta na eliminação da maior parte da umidade. Isso ocorre porque a película que envolve o grão, responsável por reter boa parte da umidade, é retirada durante esse processo. Consequentemente, o teor de umidade da pimenta branca é consideravelmente inferior.

Por fim, a umidade residual das pimentas ficou em torno de 12 a 14%, sendo determinada utilizando a Equação 1, ficando de acordo com os padrões de qualidade exigidos pelo Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. Isso é crucial, pois o acúmulo excessivo de umidade pode propiciar o crescimento de fungos e a produção de micotoxinas, o

que afeta negativamente a qualidade do produto final.

5.2 Extração do óleo essencial

Os óleos essenciais das pimentas foram extraídos utilizando dois métodos distintos, com o objetivo de comparar o rendimento percentual e identificar os constituintes químicos presentes em cada amostra.

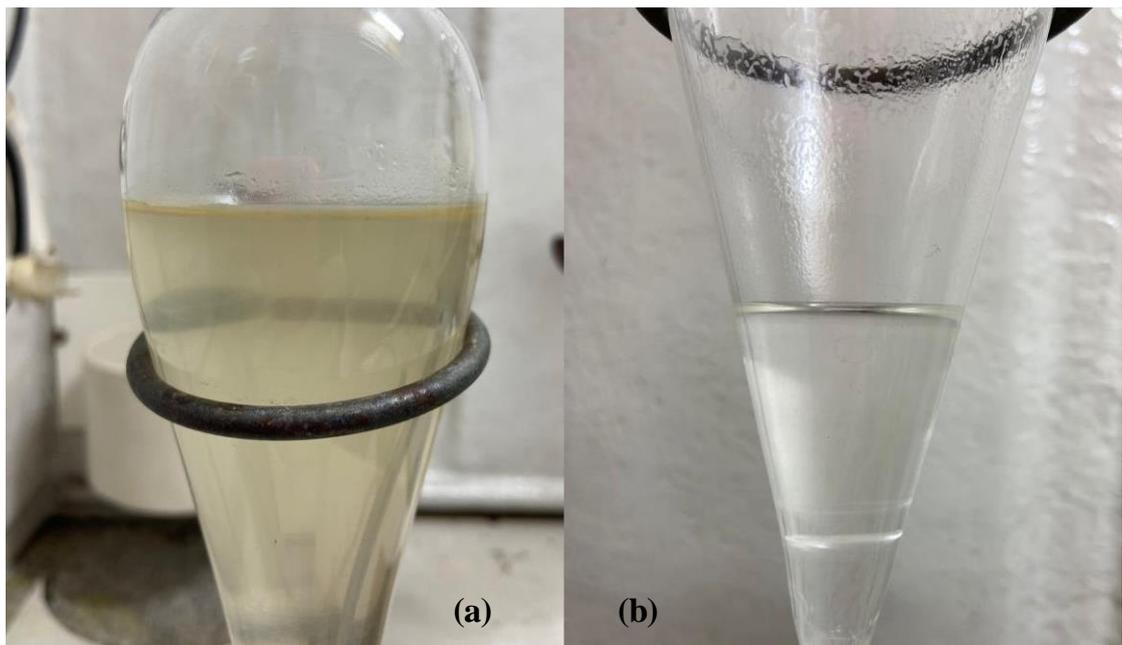
5.2.1 Extração por destilação de arraste a vapor

Na extração por destilação de arraste a vapor, conduzida utilizando o equipamento construído (Figura 12), foi possível obter o óleo essencial de cada amostra, coletado em um funil de separação (Figura 18).

Neste funil, após a decantação, foi possível observar uma mistura heterogênea de água e óleo essencial. No entanto, também notou-se que ainda havia óleo essencial presente na água, como indicado pela sua aparência turva na Figura 18 (a). Assim, para extrair esse óleo remanescente da água, foi empregada a técnica de extração líquido-líquido, utilizando um solvente.

Na Figura 18 (b), referente somente à extração da pimenta branca, obteve-se um hidrolato límpido, porém em menor quantidade.

Figura 18 – Mistura heterogênea de água e óleo essencial.



Fonte: Autora (2024).

5.2.2 Extração Líquido-Líquido

A técnica de extração líquido-líquido (ELL) foi empregada para extrair o óleo essencial ainda dissolvido na fase aquosa, proveniente do processo de destilação por arraste de vapor. Para esse processo, foi utilizado como solvente o diclorometano, escolhido devido à sua eficácia na extração de compostos orgânicos voláteis e à sua imiscibilidade com a água, o que facilita a separação de fases em processos de extração líquido-líquido. Além disso, o diclorometano é apolar, o que o torna ideal para extrair compostos pouco ou não polares.

Na Tabela 4, encontram-se os dados referentes à extração dos óleos essenciais das pimentas em estudo, realizada através da destilação por arraste de vapor completada com a extração líquido-líquido como métodos de extração.

Tabela 4 - Rendimento do óleo essencial obtido por destilação de arraste a vapor.

Pimenta	Rendimento médio (%)	Desvio Padrão (%)
Bragantina Preta	1,06	0,065
Kottanadan Preta	1,59	0,059
Bragantina Branca	0,04	0,004
Kottanadan Branca	0,12	0,013

Fonte: Autora (2024).

Os resultados da Tabela 4, obtidos por destilação por arraste de vapor e extração líquido-líquido utilizando diclorometano como solvente, revelam padrões distintos na extração do óleo essencial da pimenta-do-reino branca e preta. Como esperado, a quantidade de óleo essencial extraída da pimenta branca é mínima, devido à remoção da casca (pericarpo) durante o processo de maceração com água. No entanto, ainda há compostos aromáticos presentes no grão interno, os quais foram extraídos. Em contrapartida, na pimenta preta, a presença do pericarpo resulta em uma quantidade significativamente maior de óleo essencial, proporcionando um rendimento mais satisfatório.

É interessante notar que a cultivar Kottanadan apresenta maior rendimento em comparação com a cultivar Bragantina, o que está em consonância com os dados de composição química relatados pela Embrapa (2014). Além disso, o maior rendimento de extração (m/m), com uma média de 1,59% obtido para a pimenta preta Kottanadan, supera os resultados de Melo et al. (2021), que obtiveram um rendimento de 1,15% em seus estudos. Essa diferença pode ser atribuída a variações nas condições de extração e nas características das amostras.

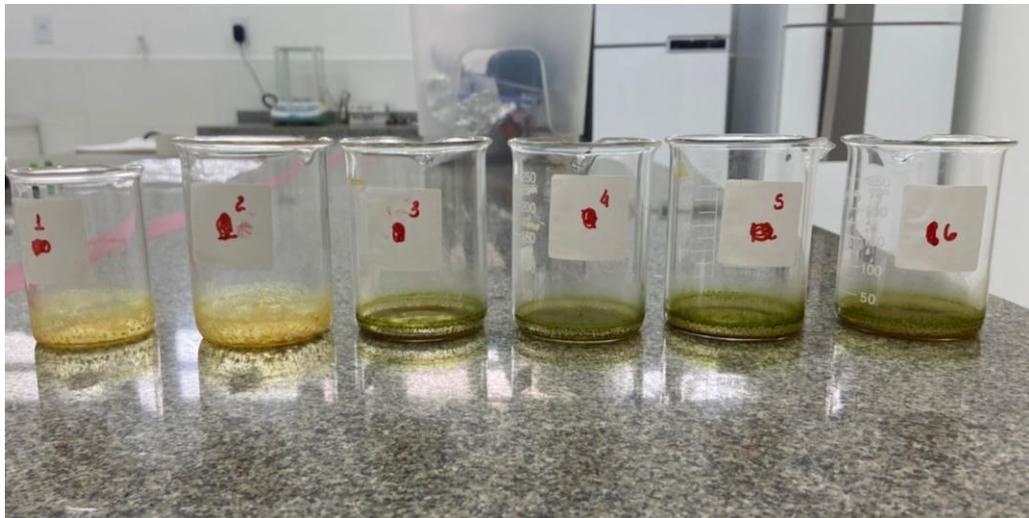
De maneira geral, os rendimentos obtidos para as pimentas pretas, tanto da cultivar Bragantina quanto da Kottanadan, estão em conformidade com a composição química apresentada na Tabela 2, apresentando entre 1 a 5% de óleo essencial. Essa consistência reforça a validade dos resultados e a influência das características genéticas das cultivares na extração do óleo essencial.

5.2.3 Extração por Ultrassom

Na extração por ultrassom, foram utilizados somente 10 g da amostra vegetal, com uma proporção de 1:5 (massa de amostra:volume de solvente), com metanol sendo o solvente escolhido.

É possível visualizar na Figura 19 a obtenção dos óleos essenciais, após a evaporação do solvente. Observa-se claramente a deposição desses óleos nas paredes dos béqueres, o que indica um rendimento significativo no processo de extração por ultrassom. É notável que a quantidade extraída por este método supera consideravelmente a quantidade obtida no processo de destilação por arraste a vapor.

Figura 19 – Óleos essenciais extraídos pelo método de ultrassom.



Fonte: Autora (2024).

Na Tabela 5, encontram-se os rendimentos dos óleos essenciais obtidos por meio do processo de extração por ultrassom, os quais foram calculados utilizando a Equação 2.

Tabela 5 - Rendimento do óleo essencial obtido pela extração por ultrassom.

Pimenta	Rendimento médio (%)	Desvio Padrão (%)
Bragantina Preta	5,48	0,458
Kottanadan Preta	6,70	0,396
Bragantina Branca	3,53	0,120
Kottanadan Branca	3,99	0,014

Fonte: Autora (2024).

É evidente que os rendimentos (m/m) dos óleos essenciais obtidos pelo método de extração por ultrassom são significativamente maiores. Assim como no processo de destilação por arraste de vapor, a quantidade de óleo essencial extraída para a pimenta branca é menor se comparada com a pimenta preta. No entanto, mesmo nesse cenário, o método de extração por ultrassom conseguiu alcançar um rendimento bastante satisfatório.

Além disso, para as cultivares Bragantina e Kottanadan, a cultivar Kottanadan apresentou os maiores rendimentos, com uma média de 6,70%, enquanto a Bragantina obteve 5,48%. Ambas as cultivares superaram a faixa de valores apresentados na Tabela 2. Acredita-se que no processo de extração por ultrassom utilizando metanol como solvente, outros compostos além dos óleos essenciais tenham sido extraídos. Isso ocorre devido à capacidade do metanol de solubilizar uma ampla gama de substâncias presentes na matriz vegetal, incluindo compostos polares e apolares. Assim, é provável que além dos óleos essenciais, outros constituintes também tenham sido extraídos durante o processo de extração por ultrassom.

Há diversos fatores que tornam o processo de extração por ultrassom ser recomendado. Primeiramente, ele pode ser realizado em temperatura ambiente ou levemente aquecido, resultando em maiores rendimentos e melhor qualidade do extrato. Em contrapartida, a destilação por arraste de vapor requer temperaturas mais elevadas para vaporizar os compostos voláteis. Ademais, devido à maior eficiência na transferência de massa proporcionada pelo ultrassom, o tempo necessário para a extração pode ser significativamente reduzido em comparação com a destilação por arraste de vapor. Isso não apenas aumenta a produtividade, mas também reduz os custos operacionais.

Entretanto, apesar dos resultados promissores e das vantagens mencionadas, a extração por ultrassom apresenta algumas desvantagens. Por exemplo, ela demanda o uso de alguns solventes orgânicos, o que pode ser prejudicial ao meio ambiente. Além disso, dependendo da

amostra vegetal, pode ser necessário um tempo maior de análise, juntamente com uma manipulação extensiva das amostras. Outra questão a ser considerada é que essa técnica extrai materiais semivoláteis e não voláteis, os quais podem desgastar e degradar partes do equipamento de cromatografia gasosa (GC).

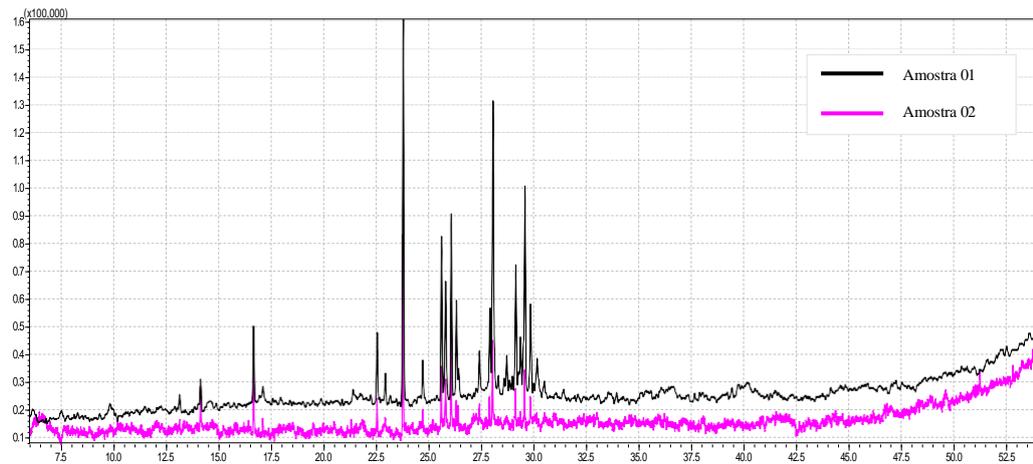
5.3 Identificação dos constituintes dos óleos essenciais

Através da cromatografia gasosa acoplada a um espectrômetro de massas (CG-EM), foram identificados os compostos presentes nos óleos essenciais da *Piper nigrum*. Os dados foram processados pelo Software GC Solution (Shimadzu), com consulta às bibliotecas NIST-20, NIST-14 e NIST-08 para comparação dos compostos.

Todos os cromatogramas apresentados correspondem às amostras obtidas por extração por arraste a vapor. A análise cromatográfica não foi conduzida para as amostras obtidas pelo método de ultrassom devido à presença de outros compostos além do óleo essencial. A injeção dessas amostras no cromatógrafo poderia causar danos, sendo necessário um processo de derivatização para torná-las adequadas para injeção.

A análise dos óleos essenciais obtidos para a pimenta Bragantina branca, realizada em duplicata, foi possível identificar a presença de 7 compostos majoritários, que estão apresentados na Tabela 6. A percentagem da área indica a área dos picos obtidos nos cromatogramas (Figura 20).

Para a pimenta Bragantina branca, os componentes mais presentes foram β -cariofileno (14,89%), Óxido de cariofileno (12,95%), τ -Muurolool (10,01%) e β -bisboleno (7,15%). Estudos anteriores conduzidos por MORSHED (2017), ANDRIANA (2019) e DOSOKY (2019) também destacaram o β -cariofileno como o composto majoritário, além da presença de outros compostos identificados neste estudo, embora com variações nas proporções relativas de área. Esses compostos são reconhecidos por suas propriedades biológicas e farmacológicas, que abrangem uma variedade de benefícios para a saúde humana.

Figura 20 – Cromatograma do óleo essencial da Pimenta Bragantina branca.

Fonte: Autora (2024).

Tabela 6 – Compostos identificados no óleo essencial da Pimenta Bragantina branca.

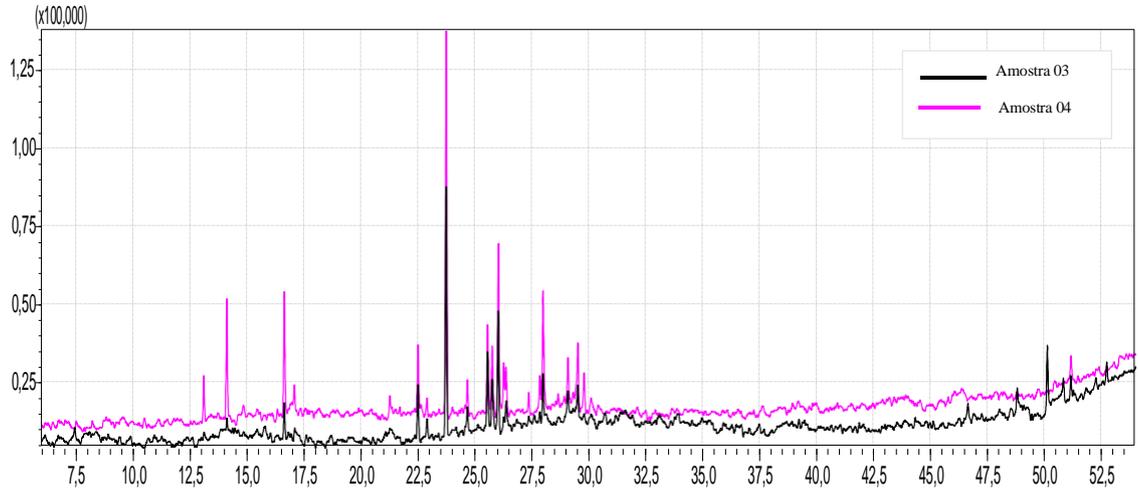
Composto	Tempo de retenção	Área (%)			
		AUTORA (2024)	MORSHED (2017)	ANDRIANA (2019)	DOSOKY (2019)
4-Terpeneol	16,624	4,8 ± 0,34	0,15	1,85	2,3
β-cariofileno	23,735	14,89 ± 0,2	19,12	51,12	6,9
α-Selineno	25,573	6,16 ± 0,57	-	-	-
β-bisboleno	26,01	7,15 ± 0,36	1,65	-	0,5
Hidrato de (Z)-β-Sesquisabineno	26,263	3,80 ± 0,73	-	-	0,2
Óxido de cariofileno	27,999	12,95 ± 0,38	1,78	1,51	0,5
τ-Muurolol	29,521	10,01 ± 0,43	-	-	0,3

Fonte: Autora (2024).

O óleo essencial da pimenta Kottanadan branca também revelou o β-cariofileno (22,33%) como o composto majoritário, seguido de β-Bisboleno (11,34%), Óxido de cariofileno (10,01%) e α-Selineno (7,77%). Na Tabela 7 é possível observar outros compostos identificados, os quais também estão presentes no óleo essencial da pimenta Bragantina branca, porém em proporções menores. Esses compostos não apenas conferem aroma e sabor característicos ao óleo essencial da pimenta Kottanadan branca, mas também oferecem uma série de benefícios à saúde que podem ser explorados em diversas aplicações industriais e terapêuticas.

Na Figura 21 é possível visualizar o cromatograma dos óleos essenciais obtidos para a pimenta Kottanadan branca, realizada em duplicata.

Figura 21 – Cromatograma do óleo essencial da Pimenta Kottanadan branca.



Fonte: Autora (2024).

Tabela 7 – Compostos identificados no óleo essencial da Kottanadan branca.

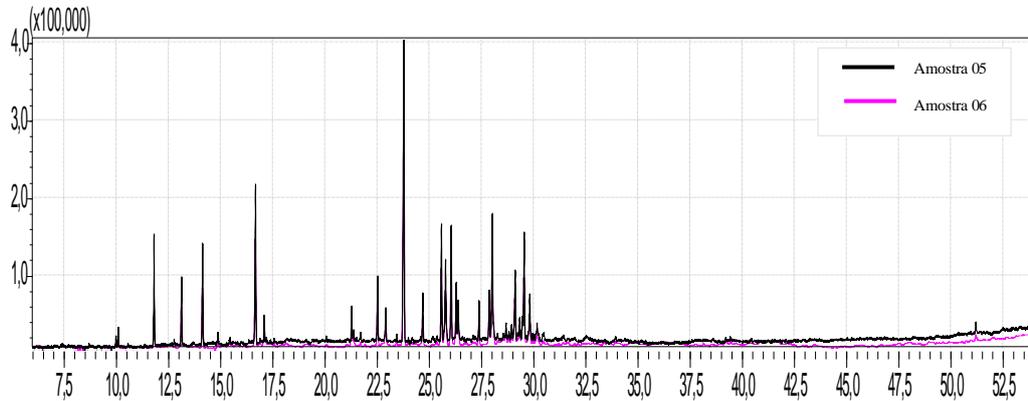
Composto	Tempo de retenção	Área (%)			
		AUTORA (2024)	MARSHED (2017)	ANDRIANA (2019)	DOSOKY (2019)
4-Terpeneol	16,625	3,13 ± 0,23	0,15	1,85	2,3
α-Copaeno	22,490	5,29 ± 0,41	0,70	4,79	0,4
β-cariofileno	23,725	22,33 ± 0,16	19,12	51,12	6,9
α-cariofileno	24,660	2,45 ± 0,54	1,83	-	-
α-Selineno	25,545	7,77 ± 0,65	-	-	-
β-Bisboleno	26,010	11,34 ± 0,36	1,65	-	0,5
δ-Cadineno	26,360	3,25 ± 0,71	0,32	2,04	0,4
Óxido de cariofileno	27,980	10,01 ± 0,27	1,78	1,51	0,5
τ-Muurolol	29,500	3,17 ± 0,45	-	-	0,3

Fonte: Autora (2024).

No que se refere ao óleo essencial da pimenta do reino preta, para a cultivar Kottanadan, identificou-se o composto β-cariofileno (18,41%) como majoritário, assim como para as demais pimentas, seguido do Óxido de cariofileno (8,83%), δ-Cadineno (7,22%), β-Bisboleno (5,99%) e α-Selineno (5,92%), enquanto o 4-Terpeneol (5,29%) e o Limoneno (4,74%) foram detectados

em quantidades menores. Esses resultados são apresentados na Tabela 8, e a Figura 22 ilustra o cromatograma correspondente ao óleo essencial da pimenta Kottanadan preta, também analisado em duplicata.

Figura 22 – Cromatograma do óleo essencial da Pimenta Kottanadan preta.



Fonte: Autora (2024).

Tabela 8 – Compostos identificados no óleo essencial da Kottanadan preta.

Composto	Tempo de retenção	Área (%)			
		AUTORA (2024)	MORSHED (2017)	ANDRIANA (2019)	DOSOKY (2019)
Limoneno	11,785	4,74 ± 0,42	9,74	-	38,1
4-Terpeneol	16,645	5,29 ± 0,19	0,15	1,85	2,3
β -cariofileno	23,755	18,41 ± 0,12	19,12	51,12	6,9
α -Selineno	25,56	5,92 ± 0,61	-	-	-
β -Bisboleno	26,025	5,99 ± 0,31	1,65	-	0,5
Óxido de cariofileno	27,98	8,83 ± 0,25	1,78	1,51	0,5
δ -Cadineno	29,525	7,22 ± 0,69	0,32	2,04	0,4

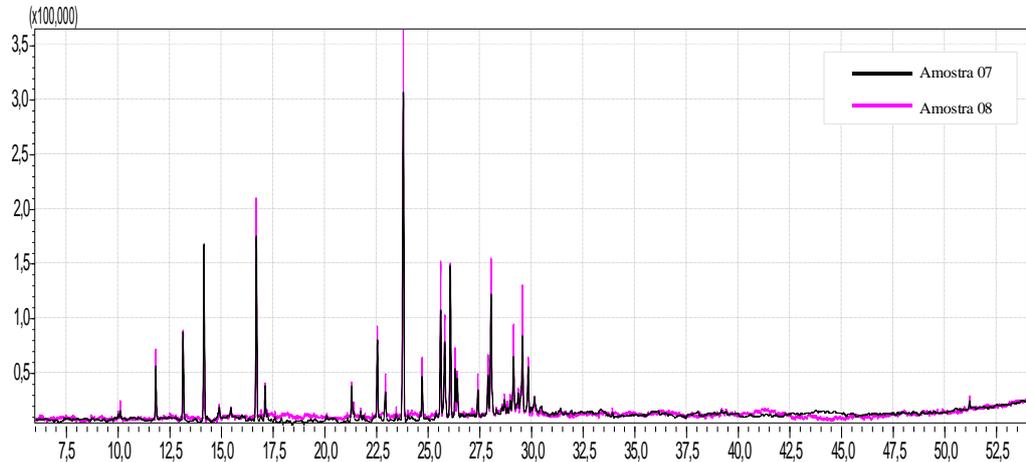
Fonte: Autora (2024).

O óleo essencial da pimenta Bragantina preta revelou o β -cariofileno (17,27%) como o seu composto majoritário, conforme observado também nas demais pimentas estudadas. Além disso, foram identificados o 4-Terpeneol (8,33%), o Óxido de cariofileno (7,48%), o Linalool (7,54%) e o β -bisboleno (6,69%), bem como em menores concentrações, o α -Selineno (5,83%), o β -Pineneno (4,37%) e o α -Copaeno (3,73%), conforme detalhado na Tabela 9.

Esses compostos identificados estão em concordância com os resultados obtidos por

Costa (2021) e Andriana (2019), porém, neste estudo, foram identificados outros compostos. A Figura 23 ilustra o cromatograma correspondente ao óleo essencial da pimenta Bragantina preta.

Figura 23 – Cromatograma do óleo essencial da Pimenta Bragantina preta.



Fonte: Autora (2024).

Tabela 9 – Compostos identificados no óleo essencial da Pimenta Bragantina preta.

Composto	Tempo de retenção	Área (%)			
		AUTORA (2024)	MORSHED (2017)	ANDRIANA (2019)	DOSOKY (2019)
β -Pinoeno	10,065	4,37 \pm 0,26	8,00	-	33,6
Linalool	14,115	7,54 \pm 0,55	0,15	-	0,6
4-Terpeneol	16,635	8,33 \pm 0,19	0,15	1,85	2,3
α -Copaeno	22,495	3,73 \pm 0,39	0,70	4,79	0,4
β -cariofileno	23,475	17,27 \pm 0,15	19,12	51,12	6,9
α -Selineno	25,555	5,83 \pm 0,63	-	-	-
β -bisboleno	26,025	6,69 \pm 0,31	1,65	-	0,5
Óxido de cariofileno	27,995	7,48 \pm 0,22	1,78	1,51	0,5

Fonte: Autora (2024).

A análise de GC/MS das amostras de óleo essencial deste estudo revelou os principais componentes como β -cariofileno, τ -Muurolol, β -Bisboleno, Óxido de cariofileno e 4-Terpeneol. Embora esses compostos estejam em linha com os resultados de Morshed (2017), Costa (2021) e Andriana (2019), foram observados também outros compostos distintos, além de variações nas concentrações e tempos de retenção.

Essas disparidades podem ser atribuídas a diversos fatores, como variações nos métodos de extração, processos de identificação dos compostos e características do material vegetal, incluindo local de coleta, clima, composição do solo, umidade relativa e presença de pragas. Esses fatores podem influenciar os mecanismos bioquímicos envolvidos na síntese dos compostos secundários, conseqüentemente impactando nas composições dos óleos essenciais.

O β -cariofileno, composto majoritário em todas as amostras de pimenta estudadas, possui um odor amadeirado e picante. Nos últimos anos, estudos têm destacado suas inúmeras atividades biológicas, o que o torna um potencial agente terapêutico em diversos distúrbios. Na literatura, diversas atividades farmacológicas foram descritas, incluindo atividade antiproliferativa, anestésica, antiviral, antifúngica, antibacteriana, anti-inflamatória, antioxidante, além de efeitos neuroprotetores em modelos de isquemia cerebral, convulsão, doença de Alzheimer e depressão (CARDOSO, 2018).

O óxido de cariofileno, também possui propriedades anti-inflamatórias e antioxidantes, sendo estudado pelo seu potencial no tratamento de doenças inflamatórias. O τ -Muurolool é reconhecido por suas propriedades antimicrobianas e anti-inflamatórias, podendo ser útil no tratamento de infecções e no alívio de inflamações. O β -Bisaboleno é conhecido por suas propriedades anti-inflamatórias e analgésicas, contribuindo para o alívio de dores e inflamações. Por sua vez, o composto 4-Terpeneol demonstrou propriedades anti-inflamatórias, antioxidantes e antimicrobianas, mostrando-se capaz de inibir o crescimento de certas bactérias e fungos, o que o torna útil no tratamento de infecções.

De forma geral, considerando as propriedades terapêuticas e farmacológicas dos compostos presentes no óleo essencial da pimenta do reino, é possível concluir que esse óleo essencial possui um grande potencial de aplicação em diversas indústrias, como por exemplo nas indústrias farmacêuticas, de cosméticos e alimentícia. Embora todas essas áreas ofereçam oportunidades de mercado significativas, a indústria farmacêutica se destaca devido à sua constante demanda por novos medicamentos e tratamentos para uma variedade de condições de saúde, o que torna essa indústria altamente lucrativa e a mais indicada para a aplicação dos compostos presentes no óleo essencial da pimenta do reino.

5.4 Análise Estatística

A partir dos dados coletados de rendimento do processo extrativo, realizou-se uma análise estatística utilizando o Software Statistica 7.0, o que permitiu a construção do quadro

ANOVA. A Tabela 10 exibe os resultados do teste da análise de variância (ANOVA), realizada para avaliar estatisticamente as variáveis dos dados de extração da *Piper nigrum*, considerando as cultivares Bragantina e Kottanadan, tanto para o tipo branca quanto para a preta.

Tabela 10 – Quadro ANOVA para análise estatística das variáveis.

Fator de Variação	GL	SQ	QM	F	p
Pimenta	3	14,4783	4,8261	28,2217	0,000000
Método	1	71,1914	71,1914	416,3088	0,000018
Resíduos	11	1,8811	0,1710		0,000000
TOTAL	15	87,5507			

Fonte: Autora (2024).

Com base na Tabela 10, que apresenta as somas dos quadrados, seus graus de liberdade, a variância do quadrado médio e a estatística p, considerando um nível de significância de 5%, verifica-se que, para a variável pimenta, $p < 0,05$, indicando uma diferença estatisticamente significativa. Assim, os tipos de pimentas demonstram diferenças estatísticas, implicando que esta variável tem impacto sobre o rendimento da extração. Além disso, ao analisar a Tabela 10, nota-se que a variável tipo de método de extração também influencia a variável resposta, com $p < 0,05$, com as duas metodologias de extração (destilação por arraste de vapor e ultrassom) apresentando diferenças estatisticamente significantes.

Esses resultados corroboram com os obtidos nos estudos de NASCIMENTO (2015), que utilizou métodos de extração como hidrodestilação e soxhlet, e também observou, com um nível de significância de 5%, que as variáveis "método", "tipo de pimenta" e a interação entre elas exercem efeito sobre o rendimento da extração. Portanto, com base nos resultados apresentados no quadro da ANOVA, é possível afirmar que o rendimento extrativo é influenciado significativamente pelo tipo de metodologia de extração e pelo tipo de pimenta. Isso é evidenciado pelos baixos valores de p obtidos, indicando uma relação estatisticamente significativa com a variável resposta.

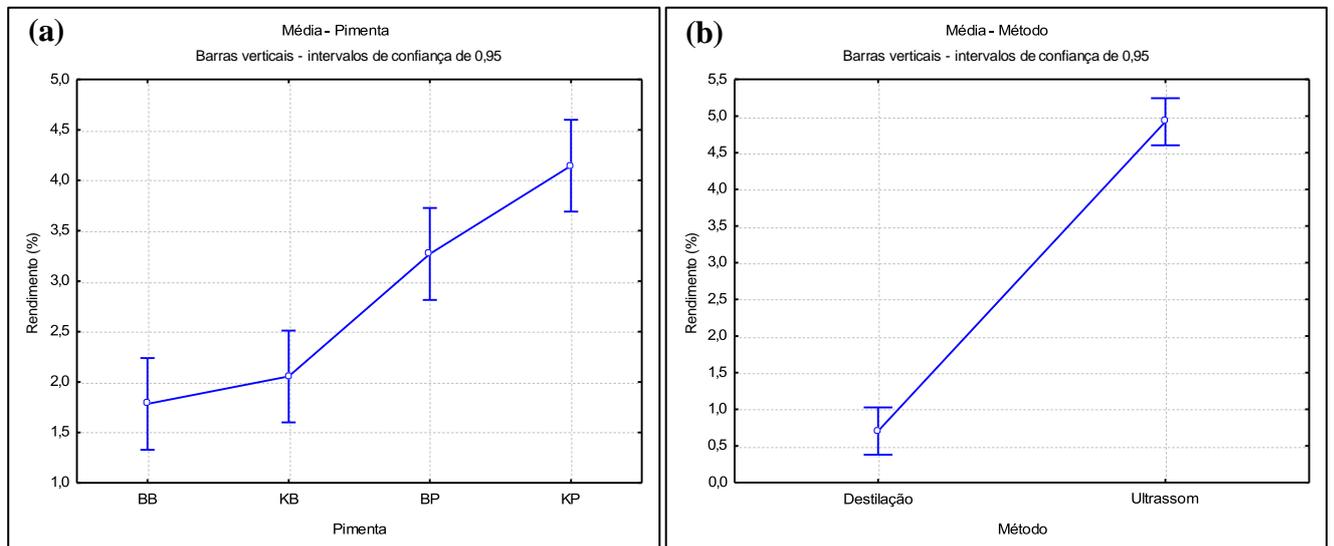
A Figuras 24 ilustra os gráficos dos rendimentos em função dos tipos de pimenta utilizados e das metodologias de extração empregadas.

Na Figura 24 (a), o eixo x do gráfico representa os diferentes tipos de pimenta, identificados pelas siglas BB, BP, KB e KP, que correspondem às pimentas Bragantina branca,

Bragantina preta, Kottanadan branca e Kottanadan preta, respectivamente. Nessa figura, observa-se que os maiores rendimentos foram obtidos nas extrações com pimenta do tipo preta, especialmente da cultivar Kottanadan, seguida pela pimenta preta da cultivar Bragantina. Isso sugere uma maior concentração de óleos essenciais nas pimentas pretas, sendo a cultivar Kottanadan a variedade com maior proporção de óleo.

Já na Figura 24 (b), nota-se que o método de extração por ultrassom apresentou os rendimentos mais altos em comparação com o método de destilação por arraste de vapor, para todos os tipos de pimenta analisados.

Figura 24 – Gráficos do rendimento em função das variáveis “pimenta” e “método”.



Fonte: Autora (2024).

6. CONCLUSÃO

Com base nos resultados deste estudo, é possível concluir que as pimentas do tipo preta apresentam teores de umidade significativamente maiores em comparação com as pimentas do tipo branca, devido à presença da casca (pericarpo). O método de destilação por arraste de vapor, combinada com extração líquido-líquido, resultou nos maiores rendimentos de óleo essencial para a cultivar Kottanadan, especialmente para o tipo preta. Por outro lado, a extração por ultrassom mostrou-se ainda mais eficiente, mas também com a cultivar Kottanadan apresentando o maior rendimento. A análise cromatográfica permitiu a detecção de vários compostos nos óleos essenciais da *Piper nigrum*, sendo o β -cariofileno o composto majoritário em todas as amostras, seguido de outros compostos que possuem as mesmas propriedades. Esses resultados indicam que a aplicabilidade do óleo essencial da pimenta-do-reino seria mais eficaz e rentável na indústria farmacêutica. Além disso, a análise estatística revelou diferenças estatisticamente significativas tanto para o tipo de pimenta quanto para o método de extração, indicando que ambos influenciam significativamente o rendimento da extração de óleo essencial, o que destaca a importância de considerar esses fatores na otimização dos processos de produção e qualidade dos óleos essenciais derivados de pimentas, fornecendo insights valiosos para a indústria e para futuras pesquisas no campo da fitoquímica e farmacologia. Assim, este estudo contribuiu significativamente para o avanço do conhecimento científico sobre os benefícios e potenciais aplicações dos óleos essenciais de pimenta-do-reino, fornecendo uma base sólida para o desenvolvimento de novos produtos na indústria farmacêutica.

7. SUGESTÃO PARA TRABALHOS FUTUROS

Para futuros trabalhos, sugere-se explorar diferentes métodos de extração, incluindo o uso de outros tipos de solventes, como solventes orgânicos alternativos e menos tóxicos, e suas influências nos perfis dos compostos e rendimentos dos óleos essenciais. Adicionalmente, seria interessante expandir o estudo para diferentes cultivares de *Piper nigrum*, permitindo uma análise comparativa de seus perfis químicos e potenciais aplicações industriais. Ademais, considerando a crescente demanda por produtos naturais na indústria farmacêutica, investigações sobre formas de otimizar e escalar a produção desses óleos essenciais, bem como a avaliação de sua segurança e eficácia, são áreas promissoras para futuras pesquisas.

REFERÊNCIAS

ALIXANDRE, Ricardo Dias et al. **Contextualização da cultura da pimenta-do-reino no Brasil**. 2023.

ALMEIDA, Luis Alves de. **Caracterização fitoquímica de *Piper nigrum L.*** 2017.

ALVES, Danilo Aparecido Serafim. **Secagem de pimenta-do-reino preta (*Piper nigrum L.*) em secador de leito fixo**. Dissertação (Mestrado em Engenharia Química) - Universidade Federal de São Carlos, 2015.

ANDRIANA, Yusuf et al. Biological activities and chemical constituents of essential oils from Piper cubeba Bojer and Piper nigrum L. **Molecules**, v. 24, n. 10, p. 1876, 2019.

BENDAOU, Houcine et al. Composição química e atividades anticancerígenas e antioxidantes dos óleos essenciais das bagas de Schinus molle L. e Schinus terebinthifolius Raddi. **Revista de Ciência Alimentar**, 2010.

BERLINCK, Roberto GS et al. A química de produtos naturais do Brasil do século XXI. **Química Nova**, v. 40, p. 706-710, 2017.

BOTELHO, Ana Beatriz Mestre; ARAUJO, Rayssa Medrado. ANÁLISE CROMATOGRÁFICA DO ÓLEO ESSENCIAL EXTRAÍDO DA CANELA COMERCIAL. **RECIMA21-Revista Científica Multidisciplinar-ISSN 2675-6218**, v. 3, n. 6, p. e361511-e361511, 2022.

Brasil é o 2º maior produtor e exportador de pimenta-do-reino no mundo. **Jornal do Agro Online**. Disponível em: <https://www.jornaldoagroonline.com.br/noticias/743/brasil-e-o-20-maior-produtor-e-exportador-de-pimenta-do-reino-no-mundo>. Acesso em: 30 de abril de 2024.

BRUNI, G. P. et al. Estudo do método de ultrassom para a extração de óleo de sementes de uva provenientes de rejeitos do processo vinícola. In: **XX Congresso Brasileiro de Engenharia Química. Universidade Federal do Pampa**. 2014.

BUSATO, Nathália Viégas et al. Estratégias de modelagem da extração de óleos essenciais por hidrodestilação e destilação a vapor. **Ciência Rural**, v. 44, p. 1574-1582, 2014.

CARDOSO, Nayara Araújo. **Efeitos comportamentais e neuroquímicos do beta-cariofileno em modelos experimentais de ansiedade e depressão em camundongos**. 2018.

CASSEL, E. et al. Steam distillation modeling for essential oil extraction process. **Industrial crops and products**, v. 29, n. 1, p. 171-176, 2009.

COLE, Eduardo Roberto. **Estudo fitoquímico do óleo essencial dos frutos da aroeira (Schinus terebinthifolius Raddi) e sua eficácia no combate ao dengue**. Vitória: Universidade Federal do Espírito Santo, 2008.

COSTA, Karoline Paulino et al. Atividade antioxidante dos extratos etanólicos e dos óleos essenciais de *Xylopia aromática* e *Piper nigrum*. **Brazilian Journal of Development**, 2021.

COSTA, Kíssila Ávila et al. Study of controlled leaching process of steel slag in soxhlet extractor aiming employment in pavements. **Instituto Militar de Engenharia**, Rio de Janeiro - RJ, 2017.

DE OLIVEIRA, Fabricia Alessandra Garcia Mello et al. Efeitos da extração verde assistida por ultrassom como pré-tratamento na obtenção do óleo essencial e hidrolato de aroeira vermelha (*schinus terebinthifolius raddi*). **Revista Gestão & Sustentabilidade Ambiental**, v. 11, p. 159-174, 2022.

DIAS, Gabriel Hiss. **Projeto de um equipamento para extração de óleos essenciais por arraste a vapor**. 2019. Trabalho de Conclusão de Curso. Universidade Tecnológica Federal do Paraná.

DUARTE, Maria. et al. **A cultura da pimenta-do-reino**. 2. ed. rev. e ampl. Brasília, DF: Embrapa Informação Tecnológica, 2006. 73 p. (Coleção Plantar, 55; Série vermelha Fruteiras).

EMBRAPA. Centro Nacional de Pesquisas de Solos. **Sistema brasileiro de classificação de Solos**. 2 ed. Rio de Janeiro: EMBRAPA Solos, 2006.

FIGUEIREDO, Yuri Gomes et al. Análise comparativa do perfil de compostos orgânicos voláteis de pimenta rosa e de aroeira do sertão. **Interação**, [S. l.], v. 21, n. 3, p. 187-200, 2021.

FIGUEIREDO, Yuri Gomes et al. Emprego da microextração em fase sólida em modo headspace para determinação do perfil dos compostos orgânicos voláteis da pimenta-do-reino. **Ciências Agrárias: O Avanço Da Ciência No Brasil-Volume 3**, v. 3, 2022.

GABRIEL, Jéssica Alves; SALVADOR, Lúcia Hernandez de Fontes. **Estudo de viabilidade técnica e econômica da extração de óleo essencial de pimenta rosa na comunidade Olivença/BA.** Trabalho de conclusão de curso (Bacharelado em Engenharia Química) – Escola de Química, UFRJ, Rio de Janeiro, 2021.

GOMES, Bruno Marques et al. Extração assistida por ultrassom de compostos Fenólicos da casca de bocaiuva (*Acrocomia aculeata*). **Revista Brasileira de Agrotecnologia**, v. 11, n. 2, p. 995-999, 2021.

HAMMOUTI, B. et al. Pimenta Preta, o “Rei das Especiarias”: Composição química para aplicações. **Árabe. J. Química. Meio Ambiente. Res** , v. 6, pág. 12-56, 2019.

HONORATO, Guilherme Martins. **Características morfofisiológicas da pimenta-do-reino (*Piper nigrum* L.) cultivada em diferentes sistemas de tutoramento.** 2021.

IBGE-Sistema IBGE de Recuperação Automática -SIDRA. **Produção Agrícola municipal.** Disponível em: <https://sidra.ibge.gov.br/pesquisa/pam/tabelas>. Acesso: 09 abr. 2024.

Instituto Capixaba de Pesquisa, Assistência Técnica e Extensão Rural (INCAPER). **Incaper.** Disponível em: <https://www.incaper.es.gov.br/>. Acesso em: 11 abr. 2024.

IWAMOTO, Hissashi. **Desulfurização de terebentina sulfatada utilizando carvão ativado: síntese de a-terpineol a partir da terebintina tratada em carvão,** 2019.

KHAN, Maryam et al. Black Piper. In: **Medicinal Plants of South Asia.** Elsevier, 2020. p. 75-86.

LEMOS, O. F. de; TREMACOLDI, C. R.; POLTRONIERI, M. C. (Ed.). **Boas práticas agrícolas para aumento da produtividade e qualidade da pimenta-do-reino no estado do Pará.** Embrapa Amazônia Oriental, 2014. 52 p. Disponível em: <https://ainfo.cnptia.embrapa.br/digital/bitstream/item/108261/1/Cartilha-Pimenta.pdf>. Acesso em: 03 jan. 2024.

LIMA, Paulo José Pereira et al. **Extração da piperina a partir da pimenta-do-reino: comparação de processos extrativos.** Revista Saúde em Foco – Ed 13, 2021.

- LIMA, Rafaela Karin et al. Composição química e toxicidade de óleos essenciais para o pulgão-verde *Schizaphis graminum* (Rondani, 1852). **Arquivos do Instituto Biológico**, v. 81, p. 22-29, 2014.
- LONGO, Isabela Andrade et al. Extração de óleo vegetal utilizando co-solvente em banho ultrassônico. **Brazilian Applied Science Review**, v. 4, n. 3, p. 1842-1847, 2020.
- LOURINHO, Marcela et al. Conjuntura da pimenta-do-reino no mercado nacional e na região norte do Brasil. **Enciclopédia Biosfera**, v.10, n.18, 2014.
- MARTINS, J. S. **Custo de Implementação de Lavoura de Pimenta-do-Reino (*Piper nigrum L.*) em Diferentes Sistemas de Produção no Norte do Espírito Santo**, 2018.
- MELO, Anely Maciel de et al. Extração, identificação e estudo do potencial antimicrobiano do óleo essencial de pimenta-preta (*Piper nigrum L.*), biomonitorado por *Artemia salina* Leach. **Holos**, v. 1, p. 1-16, 2021.
- MGBEAHURUIKE, E. E. et al. Bioactive compounds from medicinal plants: Focus on *Piper* species. **South African Journal of Botany**, 2017.
- MILENKOVIĆ, Aleksandra N.; STANOJEVIĆ, Ljiljana P. Pimenta preta: Composição química e atividades biológicas. **Tecnologias Avançadas**, v. 10, n. 2, pág. 40-50, 2021.
- MORSHED, S. et al. Physicochemical characteristics of essential oil of black pepper (*Piper nigrum*) cultivated in Chittagong, Bangladesh. **Journal of food quality and hazards control**, v. 4, n. 3, p. 66-69, 2017.
- NASCIMENTO, Gustavo Marcelo da Luz et al. **Extração e avaliação farmacológica de óleos essenciais de pimenta para fins tecnológicos**. Dissertação (Mestrado) – Universidade Federal do Triângulo Mineiro, Uberaba – MG, 2015.
- OLIVEIRA, Sonia Maria Marques de; JOSE, Vera Lucia Age. Processos de extração de óleos essenciais. Instituto de Tecnologia do Paraná – **TECPAR**, 2021.
- PAES, Raíssa Lopes; DA CRUZ, Benedito Ely Valente. Situação geográfica da produção pimenta do reino no Brasil. **Revista Comunicação Universitária**, v. 2, n. 3, p. 14-14, 2022.

SCOTT, I. M. et al. **A review of Piper spp. (Piperaceae) phytochemistry, insecticidal activity and mode of action**, 2008.

SEMINÁRIO INTERNACIONAL SOBRE PIMENTA -DO-REINO E CUPUAÇU, 1., 1996, Belém, PA. **Anais**. Belém: Embrapa Amazônia Oriental/JICA, 1997. 440p.

SILVA, Carolina Faustino da. **Extração do óleo essencial de alecrim (Rosmarinus officinalis L.): obtenção mediante arraste a vapor de água e uso na produção de velas aromáticas**, 2023.

SILVA, Heloisa Almeida Montes; PEIXOTO, Juliana Luna Bilheiro. Análise do rendimento de extração do óleo essencial da cascas frescas e secas da Laranja Pera Rio obtido pelo método de ultrassom: Analysis of the extraction yield of the Pera Rio Orange essential oil obtained from the fresh and dry peels by the ultrasound method. **Brazilian Journal of Health Review**, v. 5, n. 6, p. 22568-22575, 2022.

SILVEIRA, Jeniffer Cristina et al. Proposta de modelagem da extração de óleos essenciais utilizando modelo a parâmetros distribuídos na fase sólida. **Encontro Latino-Americano De Iniciação Científica**, v. 16, 2012, São José dos Campos, SP.

SIMÕES, Lívia de Souza. **Extração e caracterização de oleorresina de Capsicum obtida a partir de pimentas malagueta (Capsicum frutescens) e dedo-de-moça (Capsicum baccatum var. pendulum)**. Dissertação (Mestrado) – Universidade Federal de Viçosa, MG, 2014.

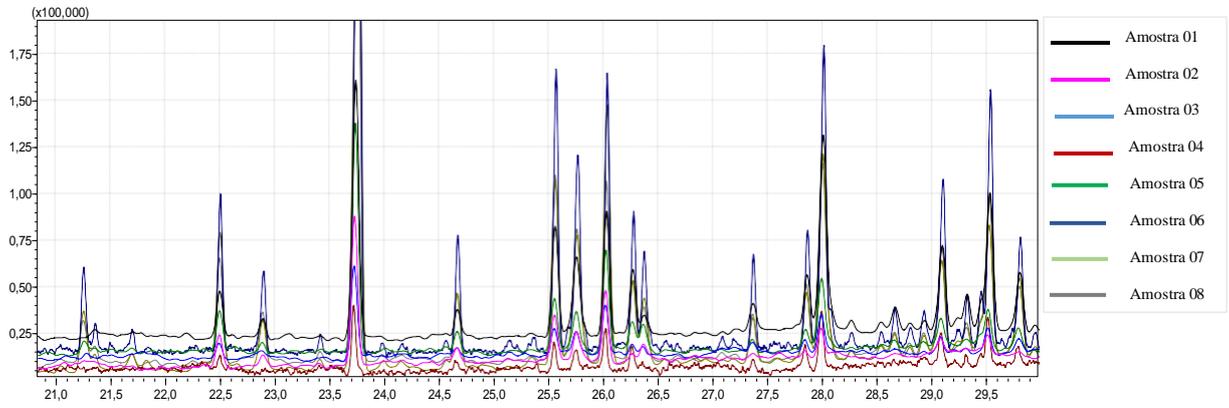
STEFFENS, Andréia Hoeltz. **Estudo da composição química dos óleos essenciais obtidos por destilação por arraste a vapor em escala laboratorial e industrial**. 2010. Dissertação de Mestrado. Pontifícia Universidade Católica do Rio Grande do Sul.

TOMÉ, Thaís Cattarine Henriques et al. Determinação das propriedades físicas da pimenta-do-reino (Piper nigrum L.). In: **Congresso Técnico Científico da Engenharia e da Agronomia, Maceió**. 2018.

VÉRAS, Antonio Onias Mesquita. **Secagem de pimenta dedo-de-moça (Capsicum baccatum var. pendulum) em secador convectivo horizontal**. Dissertação (Mestrado) – Universidade Federal de São Carlos, UFSCar, 2010.

APÊNDICE

APÊNDICE A - Cromatogramas dos óleos essenciais das cultivares Bragantina e Kottonadan.



Fonte: Autora (2024).