

Teor e composição do óleo essencial de *Origanum majorana* em diferentes horários de colheita

Andreza Carolina Bitencourt¹; Dalva Paulus¹; Dener Fasolo¹, Iara Emanuely Francio².

¹Acadêmica do Curso de Agronomia da Universidade Tecnológica Federal do Paraná (UTFPR) - Campus Dois Vizinhos, Estr. para Boa Esperança, km 04, 85660-000
Email: andrezacbitencourt@gmail.com

¹Professora do Curso de Agronomia da Universidade Tecnológica Federal do Paraná (UTFPR) - Campus Dois Vizinhos, Estr. para Boa Esperança, km 04, 85660-000
Email: dalvapaulus@utfpr.edu.br

¹Acadêmico do Curso de Agronomia da Universidade Tecnológica Federal do Paraná (UTFPR) - Campus Dois Vizinhos, Estr. para Boa Esperança, km 04, 85660-000
Email: fasolo@utfpr.alunos.edu.br

²Mestranda do Curso de Pós-Graduação em Agroecossistemas da Universidade Tecnológica Federal do Paraná (UTFPR) - Campus Dois Vizinhos, Estr. para Boa Esperança, km 04, 85660-000
Email: iarafrancio@hotmail.com

RESUMO

A manjerona (*Origanum majorana*), da família Lamiaceae tem alto valor medicinal, significativa importância no mercado econômico e terapêutico, pois possui metabólitos secundários, de interesse para indústria, como aromatizantes, e na culinária. Assim, o objetivo deste trabalho foi analisar o teor e a composição do óleo essencial da massa fresca e seca de manjerona. Os estudos foram realizados na área experimental do setor de Olericultura da Universidade Tecnológica Federal do Paraná - Campus Dois Vizinhos, Paraná, no período de dezembro de 2017. O delineamento utilizado foi blocos ao acaso em esquema fatorial, 2 x 3, sendo massas fresca e seca e três horários de colheita (8:00 h, 12:00 h e 17:00h), com três repetições. A desidratação de manjerona foi realizada em estufa de secagem a 40 °C, até atingir massa constante. A extração do óleo essencial (OE) de massa fresca e seca de manjerona foi realizada em três diferentes horários (08h, 12h e 17h) utilizando o método de hidrodestilação, em sistema do tipo Clevenger com 60 gramas de amostra da massa fresca e seca, colhidas da parte aérea da planta, no final da floração. A composição química do óleo essencial foi determinada por CG-EM. A massa seca apresentou maior rendimento, teor e produtividade de óleo essencial no horário de colheita das 12:00 horas. Para os componentes do óleo essencial não se observou influência dos horários de colheita. O componente majoritário em todos os horários foi o timol, seguido de γ -terpineno.

Palavras-chave: Manjerona, horário de colheita, Rendimento do óleo essencial, Timol.

ABSTRACT

The marjoram (*Origanum majorana*) of the family Lamiaceae has high medicinal value, significant importance in the economic and therapeutic market, because it has secondary metabolites, of interest for industry, as flavorings, and in cooking. Thus, the objective of this work was to analyze the content and composition of the essential oil of fresh and dry mass of marjoram. The studies were carried out in the experimental area of the Olericultura sector of the Universidade Tecnológica Federal do Paraná - Campus Dois Vizinhos, Paraná, during the period of December 2017. The experimental design was a randomized complete block design, 2 x 3, with fresh and dry and three harvest times (8:00 a.m., 12:00 p.m. and 5:00 p.m.), with three replicates. Marjoram dehydration was carried out in a drying oven at 40 ° C until reaching a constant mass. The extraction of fresh and dry mass of marjoram was carried out at three different times (08h, 12h and 17h) using the hydrodistillation method in a Clevenger type system with 60 grams of fresh and dry mass sample, harvested from the aerial part of the plant at the end of flowering. The chemical composition of the essential oil was determined by GC-MS. The dry mass presented higher yield, content and productivity of essential oil at the time of harvest of 12:00 hours. For the essential oil components, no influence of harvest times was observed. The major component at all times was thymol, followed by γ -terpinene.

Key words: Marjoram, Harvest Time, Essential Oil Yield, Thymol.

INTRODUÇÃO

A partir de estudos com plantas medicinais, podem ser analisados os constituintes químicos dos óleos essenciais, assim, classificados a um grande grupo e diversificado dentro dos produtos naturais, com grande importância terapêutica e econômica (SILVA et al., 2003). Nas últimas décadas, pode-se analisar a importância do potencial terapêutico, alimentício, farmacológico e interesse econômico das plantas medicinais (YUNES et al., 2001).

Os óleos essenciais estão presentes nas plantas aromáticas e são misturas complexas de compostos voláteis, geralmente odoríferos, líquidos em temperatura ambiente, sendo responsáveis pela interação entre os vegetais e o meio no qual habitam, desempenhando funções ecológicas importantes (SAITO et al., 2000).

A manjerona é uma planta medicinal muito utilizada na culinária e na indústria. É uma planta perene, na parte subterrânea está formada por um sistema de raízes fibrosas, o caule tem cor meio avermelhada, que pode atingir de 30 a 60 cm de altura. Podem ser encontrados no óleo essencial de manjerona, isômeros terpênicos, e compostos fenólicos, incluindo carvacrol, timol, triacontano, sitosterol, ácido oleanólico e rosmarínico, hidroquinonas e taninos (FELTROW et al., 2000).

Segundo Porte et al., (2001) a família Lamiaceae envolve plantas aromáticas, sendo possível extrair óleo essencial, que apresenta em sua composição química, complexa mistura de hidrocarbonetos, álcoois e compostos carboxílicos.

Segundo Reis et al., (2003), mesmo sendo extraído da mesma planta, mesma espécie vegetal e do mesmo órgão, a composição química do óleo essencial pode variar significativamente em função de épocas específicas, podendo esta variação ocorrer tanto no período de um dia, como em épocas do ano. Fatores ambientais podem causar alterações nas plantas ao longo do dia, o que leva a acreditar que a concentração do óleo essencial seja maior em determinado horário, assim, demonstrando que o horário de coleta da planta pode ser um fator importante para a produção de óleos essenciais (NASCIMENTO et al., 2006).

Neste sentido, o presente trabalho teve como objetivo determinar o melhor horário de colheita e a caracterização da biomassa das plantas de manjerona (*Origanum majorana*), e sua influência no teor e composição do óleo essencial.

MATERIAIS E MÉTODOS

O experimento foi conduzido no período de dezembro de 2017 no Setor de Olericultura da Universidade Tecnológica Federal do Paraná - Campus Dois Vizinhos, Paraná, na região eco climática do Sudoeste do Paraná (25°24'2" S, 53° 20'6" O, altitude média 520 m) (INMET, 2012). Os solos predominantes do Sudoeste do Paraná são classificados como Latossolo e Nitossolo (EMBRAPA, 2018).

A exsicata da espécie foi depositada no Herbário da Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Campus Dois Vizinhos, sob registro DVPR 5510.

O delineamento experimental utilizado foi blocos ao acaso em esquema fatorial, 2 x 3, sendo massas fresca e seca e três horários de colheita (8:00 h, 12:00 h e 17:00 horas), com três repetições.

A coleta foi realizada na área experimental, da parte aérea de plantas com três anos de idade no período de 10 a 15 de dezembro de 2017, nos horários das 8:00 h, 12:00 h e 17:00h. As plantas estavam no estágio final da floração. Para obtenção da massa fresca, a parte aérea foi pesada em balança digital de precisão. Em seguida, as amostras foram levadas a estufa de secagem com temperatura de 40°C até massa constante, na sequência pesada para extração do óleo essencial.

A massa do óleo essencial foi obtida em escala de precisão (0,01g) e o teor, calculado pela seguinte fórmula: $T\% = \text{massa do óleo (g)} / 60 \text{ g} \times 100$.

O método utilizado foi o de hidrodestilação, em sistema do tipo Clevenger, com 60 gramas da parte aérea da planta fresca e seca, em balão de fundo redondo com capacidade de 2000 mL, sendo adicionados 1000 mL de água destilada. Os balões foram acoplados aos destiladores e aquecidos com mantas até que ocorresse ebulição, por um período de 1h20min.

Uma amostra de óleo essencial de cada parcela foi diluída em clorofórmio (1%) e 1 µl de cada solução foi injetado em modo split (1:50). Utilizou-se Cromatografia Gasosa de Alta Resolução (CG-FID), com cromatógrafo a Gás HP 7820A (Agilent). Coluna: Rxi-1MS 30m x

0,25mm x 0,25 µm (Restek). Temp.: Coluna: 50°C (0min), 5°C /min, até 220°C. Injetor: 200°C Split (1:30). Detector FID: 220°C. Gás de arraste: H₂ a 4 ml/min. Vol. de injeção: 1.0 ul. Software de aquisição de dados: OpenLab (Agilent).

As análises com a cromatografia gasosa acoplada a espectrometria de massas (CG-EM) foram realizadas em um equipamento GCMS-QP2010 ULTRA (Shimadzu). Coluna: Rxi-1MS 30m x 0,25mm x 0,25 µm (Restek). Temp coluna: 50°C (3min), 3°C /min, até 220°C. Injetor: 220°C Split (1:20), Interface CG-MS a 240°C. Detector MS (Impacto eletrônico a 70eV) a 240°C. Gás de arraste: Hélio a 3.0 ml/min. Vol. de injeção: 1.0 ul. Software de aquisição de dados: GCMS Solution (Shimadzu).

Os compostos foram identificados comparando-se: padrões de fragmentação de espectros de massa com os de uma biblioteca computacional (Adams, 2007; NIST, 2011) e índices lineares de retenção (RI), baseados em séries homólogas de n-alcenos C8-C32 de produtos autênticos incluídos na base de dados do laboratório e / ou dados da literatura (Adams, 2007). Quantidades relativas de componentes individuais foram calculadas com base em áreas de pico de GC sem correção do fator de resposta FID.

Os resultados foram obtidos através da análise de variância e teste de Duncan a 5 % para análise de rendimento de óleo essencial, e para a análise de composição do óleo essencial, os resultados foram obtidos através da análise de variância e teste de Scott Knott com o uso do programa SISVAR, (FERREIRA, 2011).

RESULTADOS E DISCUSSÃO

Os dados meteorológicos de temperatura média de 23,5° C, radiação de 976,9 kJ/m², umidade relativa do ar de 84,2 %, e precipitação de 216 mm no mês de dezembro de 2017 foram adequados para cultura no período de condução do experimento.

O rendimento de óleo essencial de manjerona apresentou diferenças significativas, sendo o horário das 12:00 horas e a massa seca, que apresentaram os melhores rendimentos de óleo essencial (Tabela 1). Podemos levar em consideração essa resposta devido ao horário de colheita, o qual apresentava-se em temperaturas favoráveis para síntese do metabolismo secundário. A temperatura e a luminosidade apresentam papel relevante na fotossíntese, pois as interações destes fatores garantem um ambiente ideal para o processo fisiológico (SOUZA et al., 2008).

Tabela 1- Rendimento de óleo essencial de manjerona em função de diferentes horários de colheita e massas fresca (MF) e seca (MS). UTFPR- Campus Dois Vizinhos, 2018.

Rendimento de óleo essencial (g planta ⁻¹)		
Horários/ Massa	MF (g planta ⁻¹)	MS (g planta ⁻¹)
8:00 h	0,22 Ba*	0,39 Ba

12:00 h	0,42 Ab	0,67 Aa
17:00 h	0,26 Ba	0,30 Ba
Média	0,30	0,45
CV%	19,54	18,36

*Médias seguidas de letras iguais maiúsculas nas colunas e minúsculas nas linhas não diferem pelo Teste de Duncan a 5% de probabilidade.

O horário de colheita das 12:00 horas resultou em maior teor e produtividade de óleo essencial utilizando a massa seca (Tabela 2). Nesse horário, o maior teor e produção de óleo essencial, podem ser explicados como resposta adaptativa as condições ambientais favoráveis de temperatura e radiação solar.

Também, observou-se que as plantas colhidas no mês de dezembro apresentaram maior desenvolvimento e maior quantidade de tecidos jovens na porção terminal. Nos tecidos mais jovens possivelmente estava ocorrendo maior síntese de óleo essencial, o que justificaria o rendimento nesse período. Segundo Morais (2009) tecidos mais jovens geralmente apresentam grande atividade biossintética, aumentando a produção de vários compostos, inclusive os óleos essenciais.

Tabela 2- Teor e produtividade de óleo essencial de manjerona em função de diferentes horários de colheita e massas fresca (MF) e seca (MS). UTFPR- Campus Dois Vizinhos, 2018.

Horários/Massas	Teor de óleo essencial (%)		Produtividade de óleo essencial (L ha ⁻¹)	
	MF (g planta ⁻¹)	MS (g planta ⁻¹)	MF (g planta ⁻¹)	MS (g planta ⁻¹)
8:00 h	0,37 Bb*	0,66 Ba	48,66 Bb	82,90 Ba
12:00 h	0,70 Ab	1,11 Aa	98,51 Ab	148,22 Aa
17:00 h	0,43 Ba	0,49 Ba	58,84 Ba	63,34 Ba
Média	0,5	0,75	68,67	98,15
CV (%)	20,3	19,5	22,7	20,4

*Médias seguidas de letras iguais maiúsculas nas colunas e minúsculas nas linhas não diferem pelo Teste de Duncan a 5% de probabilidade.

Os metabólitos secundários representam uma interface química entre as plantas e o ambiente. Os estímulos decorrentes do ambiente, no qual a planta se encontra, podem redirecionar a rota metabólica, ocasionando a biossíntese de diferentes compostos. Dentre estes fatores, podem-se ressaltar as interações planta/ microrganismos, planta/ insetos e planta/ planta; idade e estágio de desenvolvimento, fatores abióticos como luminosidade, temperatura, pluviosidade, nutrição, época e horário de coleta, bem como técnicas de colheita e pós – colheita (MORAIS, 2009).

Os resultados analisados são diferentes aos de PEREIRA et al., (2004) com a extração de óleo essencial de manjerona coletada em diferentes horários (8:00,, 11:00, 14:00 e, 17:00 horas), os autores não verificaram diferenças significativas entre horários de colheita.

Por outro lado, Oliveira et al., (2012) verificaram que para o horário de colheita ocorreu variação significativa no teor de óleo essencial da menta (*Mentha x piperita var citrata*) ao longo do dia, sendo que a colheita realizada às 13:00 h resultou em maior teor de óleo essencial (1,33%).

No trabalho de Elizabete et al., (2010), o rendimento do óleo essencial de tomilho variou entre 1,04% (mL/100 g, base seca) para colheita a 13:00 h a 1,86% (mL/100g, base seca) para colheita as 15:00 h, demonstrando variação no rendimento em função do horário de colheita.

Conforme Mattos (2002), o óleo essencial de uma planta por ser proveniente de um metabólito secundário, sendo influenciado por fatores do meio ambiente. Por outro lado, Martins et al (2008), diz que os resultados não indicam um consenso em relação as respostas que as plantas medicinais apresentaram em relação a quantidade e teor de óleo essencial, sendo pelo motivo que cada espécie responde aos estímulos do ambiente em que vive de forma distinta.

Não houve diferença significativa dos componentes do óleo essencial em relação ao horário de colheita das plantas (Tabela 3). Segundo Moraes, (2009), a colheita torna-se o ponto crítico, pois se faz necessário que se defina o momento ideal para a mesma. Todas as pesquisas na área de metabólitos secundários de plantas medicinais deveriam ter como o principal objetivo, coincidir o momento de maior expressão de princípio ativo, neste caso, dos óleos essenciais, com o momento de maior rendimento de fitomassa.

O componente majoritário foi o timol encontrado em maior quantidade nos três horários de coleta. Os resultados analisados são semelhantes aos estudados por Rocha et al., (2012), sendo os componentes com maior concentração no óleo essencial do (*Thymus vulgaris*) o timol (60%) e o pcimeno (9,3%).

Tabela 3- Constituintes químicos do óleo essencial da biomassa seca da parte aérea de manjerona em diferentes horários de colheita, UTFPR- Campus Dois Vizinhos, 2018

Tratamentos	**RT (min)	***IK	8:00	12:00	17:00
Sabineno	6,565	953	0,15 c*	0,20 c	0,15 c
Acetato de terpin`la	20,577	1331	0,30 c	0,20 c	0,30 c
α -pineno	5,559	926	0,30 c	0,30 c	0,30 c
Oxido cariofileno	29,371	1567	0,40 c	0,35 c	0,40 c
β -cariofileno	23,678	1414	0,50 c	0,40 c	0,45 c
Fenchona	13,586	1145	0,50 c	0,40 c	0,50 c
β -pineno	6,675	956	0,50 c	0,50 c	0,55 c
α -thujeno	5,398	922	0,55 c	0,95 c	0,75 c
β -bisaboleno	27,297	1512	0,85 c	1,05 c	0,80 c
Mirceno	7,172	970	0,85 c	1,15 c	1,30 c

Cis-hidrato de sabineno	9,674	1037	1,25 c	1,40 c	1,45 c
α -terpineno	7,941	990	1,25 c	1,75 c	1,85 c
Metil timol	16,028	1208	1,70 c	2,45 c	2,05 c
Trans-hidrato de sabineno	10,69	1070	2,05 c	2,75 c	2,15 c
Z- β -ocimeno	8,695	1011	2,55 c	2,95 c	2,30 c
Germacreno d	25,98	1476	3,30 c	3,25 c	3,20 c
Metil carvacrol	16,435	1219	3,70 c	3,25 c	4,30 c
p-cimeno	8,05	993	4,45 c	4,70 c	4,55 c
γ -terpineno	9,403	1030	13,50 b	18,80 b	14,55 b
Timol	18,759	1282	67,75 a*	51,65 a*	56,8 a*
Outros			1,5	1,7	1,2
Média			5,30	4,91	4,93
CV%			18,15	16,54	16,73

* Médias seguidas de letras iguais nas linhas não diferem pelo Teste de Scott Knott.

** RT min= tempo de retenção

*** IK= índice de Kovats

Em *Ocimum basilicum* não foi verificada qualquer variação na composição química do óleo essencial durante o dia (Silva et al., 2003).

Em contrapartida, segundo Adilson (2004), o carvacrol é o componente majoritário presente em todas as amostras de *Origanum majorana*, tanto obtido das folhas frescas quanto das secas, o que difere do presente estudo.

Para Moraes (2009), os resultados obtidos demonstraram que houve interferência na composição do óleo essencial de alfavaca-cravo (*Ocimum gratissimum*) função da variação climática, apresentando as folhas como componente majoritário, o eugenol no verão, e o b-selineno e trans-cariofileno no inverno. As inflorescências apresentaram o 1,8-cineol como principal composto, com níveis baixíssimos de eugenol, sendo o teor do primeiro, menor no outono.

CONCLUSÃO

Conclui-se que o horário de colheita das 12:00 horas e a massa seca resultaram em maior rendimento, teor e produtividade de óleo essencial. Para composição não houve diferença significativa entre os horários de colheita. O componente majoritário do óleo essencial de manjerona foi o timol.

REFERÊNCIAS

ADAMS RP, 2007. Identification of essential oil components by gas chromatography/mass spectrometry, 4 ed. Allured Publishing Corporation, Carol Stream , IL, USA. 698 p.

ADILSON S.; ANA L. M. M.; CAMILA D.; GLYN M. F.; MARTA C. T. D.; VERA L. G. Composition and antimicrobial activity of essential oils from aromatic plants used in Brazil Braz. J. Microbiol. vol.35 no.4 São Paulo Oct./Dec. 2004.

ELIZABETE A. R. J.; AGNES D. P. S.; JUAREZ S. D. O.; LILIAN C. C.; CARLOS I. Y.; CÍCERO D. Study of composition and yield of *Thymus vulgaris* L. oil essential. Semina: Ciências Agrárias, Londrina, v. 31, n. 3, p. 683-688, jul./set. 2010.

EMBRAPA - Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária. *Sistema Brasileiro de Classificação de Solos*. 5. ed. Rio de Janeiro. 2018

INMET: Estação meteorológica A843 de Dois Vizinhos, PR. 2012. Disponível em <http://www.inmet.gov.br/sonabra/sonabra.html>.

MATTOS F. J. A. Plantas medicinais: guia e seleção de emprego de plantas usadas em fitoterapia no Nordeste do Brasil. 2. Ed. Fortaleza: UFC, 2002.

MORAIS, L. A. S. Influência dos fatores abióticos na composição química dos óleos essenciais. Horticultura Brasileira 27: S4050- S4063. Embrapa Meio Ambiente, e-mail:lilia@cnpma.embrapa.br. Rodovia SP 340, Km 127,5 s/n, Bairro Tanquinho Velho, Jaguariúna – SP; 2009.

NASCIMENTO I. B.; INNECO R.; MATOS S. H; BORGES N. S. S; MARCO C. A. Influência do horário de coleta na produção de óleo essencial de capim santo (*Andropogum sp.*). Revista Caatinga 19: 123-127, 2006.

National Institute of Standards and Technology (NIST). 2011. Available at <http://webbook.nist.gov/chemistry/name-ser.html> (accessed 15 december, 2014)

OLIVEIRA A. R. M. F; JEZLER C. N; OLIVEIRA R. A; MIELKE M. S; COSTA L. C. B. Determinação do tempo de hidrodestilação e do horário de colheita no óleo essencial de menta. Horticultura Brasileira 30: 155-159, 2012.

PEREIRA D. F; BERTOLUCCI V. S; PINTO B. J; SILVA G. F; RODRIGUES A. H; ROSADO S. L; REIS S. E; CORREA M. R; SOUZA R. R. Teor de óleo essencial em manjerona coletados em diferentes horários. Lavras-MG: UFLA, 2004.

REIS M.S; MARIOT A; STEENBOCK W. Diversidade e domesticação de plantas medicinais. In: SIMÕES, C.M.O et al. **Farmacognosia**: da planta ao medicamento. 5.ed. Porto Alegre/Florianópolis: Editora UFRGS/Editora UFSC, 2003. p.43-74.

ROCHA R. P; MELO E. C; BARBOSA L. C. A; CORBÍN J. B; BERBET P. A. Influência do processo de secagem sobre os principais componentes químicos do óleo essencial de tomilho Rev. Ceres, Viçosa, v. 59, n.5, p. 731-737, set/out, 2012.

SAITO M. L; SCRAMIN S. Plantas aromáticas e seu uso na agricultura. Jaguariúna: Embrapa Meio Ambiente. 45p, 2000.

SILVA F; SANTOS R. H. S; DINIZ E. R; BARBOSA L. C. A; CASALI V. W. D; LIMA R. R. Teor e composição do óleo essencial de manjeriço (*Ocimum basilicum* L.) Revista Brasileira de Plantas Mediciniais 6: 33-38, 2003.

SILVA S. R. S. et al. Análise de constituintes químicos e da atividade antimicrobiana do óleo essencial de *Melaleuca alternifolia* Cheel. Revista Brasileira de Plantas Mediciniais, v.6, n.1, p.63-70, 2003.

SOUZA J. R. P; MORAIS H; CARAMORI P. H; JOJANSSON L. A. P. S; MIRANDA L. V. Desenvolvimento da espinheira-santa sob diferentes intensidades luminosas e níveis de poda. Horticultura Brasileira 26: 40-44. 2008

YUNES R. A; PEDROSA R. C; CECHINEL FILHO V. Fármacos e fitoterápicos: A necessidade do desenvolvimento de fitoterápicos e fitofármacos no Brasil. Química Nova.v. 24, n. 1, p. 147-152, 2001.