

PERFIL QUÍMICO, TOXICOLÓGICO E TERMOGRAVIMÉTRICO DE ÓLEO FIXO DA *Elaeocarpus serratus* L.

Janaína Magalhães C. do Vale^{1,2}; Robson Almeida Silva^{1,2}; Ademir Evangelista do Vale^{1,3};
Erika Maria de O. Ribeiro⁴; Ivana Patrícia dos Santos⁴.

¹ Laboratório de Pesquisa de Produtos Naturais – Faculdade de Farmácia – Universidade Federal da Bahia (UFBA), Salvador – BA, Brasil.

² Programa de Pós-graduação em Biotecnologia (PPGBiotec) – Instituto de Ciências da Saúde – Universidade Federal da Bahia (UFBA), Salvador – BA, Brasil.

³ Departamento do Medicamento – Faculdade de Farmácia – Universidade Federal da Bahia (UFBA), Salvador – BA, Brasil.

⁴ Departamento de Ciências da Vida – Universidade do Estado da Bahia (UNEB), Salvador – BA, Brasil.

E-mail: robsonalmeida@ufba.br/robsonalmeida74@gmail.com

Palavras-Chave: Espectrometria de Massas; Soxhlet; Caracterização TGA;

Introdução

A espécie *Elaeocarpus serratus* L., conhecida popularmente como azeitona-do-Ceilão, azeitona-brava e azeitona-do-mato, embora não seja nativa do Brasil, adaptou-se de forma notável às condições climáticas e de solo do país. Sua versatilidade agrônômica permite que a planta prospere em solos férteis, bem drenados e livres de geadas, o que reflete no elevado rendimento de seus frutos (ÁRVORES DO BRASIL, 2016). Tradicionalmente, diversas partes de *E. serratus*, como cascas e folhas, são utilizadas na medicina popular para o tratamento de uma ampla gama de condições, incluindo estresse, ansiedade, depressão, dores nervosas, epilepsia, enxaquecas, asma, hipertensão, artrite e doenças hepáticas (BARUAH et al., 2018).

As folhas dessa espécie são ricas em compostos bioativos, como ésteres de ácidos graxos, álcoois, hidrocarbonetos e aldeídos, que justificam seu uso extensivo em práticas tradicionais de medicina (GEETHA et al., 2013). Os frutos, por sua vez, são empregados no tratamento de distúrbios gastrointestinais como diarreia e disenteria (GHANI; AMIN, 1988). Estudos in vitro demonstram que extratos de suas folhas e casca possuem propriedades antioxidantes, antibacterianas, antifúngicas e até inseticidas (PARVIN et al., 2009; INDHIRAMUTHU et al., 2014). Além disso, análises fitoquímicas realizadas por Biswas et al., (2012) identificaram substâncias como alcaloides, glicosídeos, taninos, saponinas, flavonoides e carboidratos, evidenciando a rica composição química dessa espécie.

Entre os compostos presentes em *Elaeocarpus serratus*, os ácidos graxos presentes no óleo fixo merecem destaque devido à sua ampla relevância bioquímica e terapêutica (MAZAHARI et al., 2019). Os óleos fixos, caracterizados principalmente pela presença de ácidos graxos essenciais, desempenham um papel crucial na manutenção da saúde, atuando em funções estruturais e metabólicas, além de exibirem propriedades anti-inflamatórias, antioxidantes e emolientes (BELLOU et al., 2014; BADALAMENTI et al., 2022). No caso específico de *E. serratus*, os ácidos graxos presentes no óleo fixo, como os ácidos oleico, linoleico e palmítico, possuem potencial para aplicações cosméticas e farmacológicas, dada sua capacidade de promover a regeneração cutânea, proteger contra o estresse oxidativo e manter a integridade das membranas celulares.

Em adição à sua atividade biológica, a análise termogravimétrica (TGA) surge como uma ferramenta relevante no estudo do óleo fixo de *E. serratus*, fornecendo informações cruciais sobre sua composição e estabilidade térmica. O método avalia as variações de massa da amostra em função da temperatura ou do tempo, permitindo a caracterização de produtos intermediários e resíduos formados sob condições atmosféricas controladas (CHEN et al., 2015; JAMEEL et al., 2017).

Combinando essas abordagens, o presente trabalho visa fornecer uma caracterização abrangente do perfil químico por cromatografia gasosa acoplada à espectrometria de massas (CG-EM), bem como avaliar a toxicidade do óleo por meio do ensaio de letalidade em *Artemia salina* e seu comportamento térmico através de TGA do óleo fixo de *E. serratus*.

Material e Métodos

Obtenção de Amostras

O material vegetal de *E. serratus* foi identificado e registrado sob a exsicata de número ALCB036769, depositada no Herbário Alexandre Leal Costa, pertencente ao Instituto de Biologia da Universidade Federal da Bahia (UFBA). Para a obtenção do óleo fixo, utilizou-se 30 g do material vegetal seco, acondicionado em cartucho de papel de filtro ou similar, que foi inserido em um extrator do tipo Soxhlet. O sistema foi acoplado a um balão de fundo chato previamente tarado, após secagem a 105°C. Inseriu-se 250 mL de hexano como solvente extrator, volume adequado para uma extração contínua em Soxhlet e meio. O conjunto foi mantido sob aquecimento constante em uma chapa elétrica para garantir a extração contínua do óleo fixo. Ao término da extração, o cartucho foi removido, e o solvente foi destilado. O resíduo obtido no balão foi transferido para uma estufa, onde permaneceu a 105°C por aproximadamente uma hora para eliminação de resíduos de solvente. O balão foi resfriado em dessecador até atingir a temperatura ambiente, garantindo a obtenção de uma amostra livre de umidade e solventes para posterior análise.

Teste Toxicológico de Letalidade da *Artemia salina*

O método de Meyer *et al.*, (1982), adaptado por Nascimento *et al.*, (2002), foi utilizado para avaliar a toxicidade aguda em *Artemia salina*. Os cistos de *A. salina* foram eclodidos em uma cuba dividida, com um compartimento iluminado para atrair as larvas eclodidas. O pH foi mantido entre 8,0 e 9,0, e a temperatura entre 27 °C e 30 °C, com agitação e aeração contínua por 48 horas. Após esse período, as larvas foram coletadas e expostas ao extrato testado, preparado a 1 mg/mL. Dez náuplios foram transferidos para ampolas contendo 5 mL de água do mar artificial. A sobrevivência foi avaliada após 6 e 24 horas, e a taxa de letalidade foi calculada utilizando a fórmula: % morte = [(teste-controle) / controle] x 100 (Meyer *et al.*, 1982). A LC₅₀ foi determinada com base nas contagens de 24 horas.

Perfil Químico por Espectrometria de Massas (CG-EM)

A análise de CG-EM foi realizada no cromatógrafo gasoso da Shimadzu, modelo QP2010, acoplado a um espectrômetro de massas, equipado com uma coluna capilar de sílica fundida DB- 5ms (30 Mx025mmX 0,25 um). As temperaturas do injetor e detector foram

respectivamente ,60 °C e 280 °C. Usou-se o nitrogênio como gás de arraste, a uma vazão 18.2 mL/min; o programa de temperatura da coluna foi 50 °C (1 minuto) até °C a °C/min; °C até °C a °C/min. Os espectros de massas foram obtidos com um impacto eletrônico de 1.18 kV, 0.00 kV scan/sec de m/z 45 a 550.

Análise Termogravimétrica (TGA)

A análise TGA foi realizada n Central Analítica da Universidade de São Paulo (USP – Butantã) utilizando o equipamento TA *instruments* de modelo Q500. As curvas da amostra de óleo fixo foram obtidas nas seguintes condições experimentais de faixa de temperatura de 0 a 800 °C. com fluxo de nitrogênio de razão de aquecimento de 10 °C min⁻¹ utilizando cadinho de platina contendo cerca de 2,3620 mg de amostra empregando uma termo-balança.

Resultados e Discussão

Visando destacar o potencial de ativos oriundos do óleo fixo da *Elaeocarpus serratus*, a tabela 1 destaca o perfil de rendimento das amostras pelo método de soxhlet.

Tabela 1 - Rendimento dos óleos fixos obtidos da *E. serratus*.

Partes da espécie	Massa do pó	Total do óleo	Rendimento do óleo (Soxhlet)
Fruto e semente	128,40 g	1,35g	1,05%
Fruto	201,55 g	1g	0,49%
Semente	134,94 g	2,30g	1,71%

Fonte: Autores (2024).

Os rendimentos do óleo fixo extraído variaram entre as diferentes partes da planta, conforme mostrado na tabela a seguir. O frutosemente apresentou o maior rendimento, de 1,05%, indicando que essa parte é uma fonte relativamente eficiente de óleo. As sementes também demonstraram um bom rendimento, com 1,71%, enquanto o fruto isoladamente apresentou o menor rendimento, de 0,49%.

Essas variações no rendimento do óleo fixo têm implicações significativas para a exploração da planta, pois partes com maior rendimento podem ser mais valorizadas em processos industriais de extração de óleos essenciais e bioativos. Além disso, o rendimento pode refletir a concentração de compostos bioativos presentes em cada parte da planta, o que justificaria a utilização de partes específicas em aplicações biotecnológicas (BARCELOS et al., 2020).

No teste de toxicidade pelo método de inibição de *Artemia salina*, os óleos de *E. serratus* foram realizados na concentração de 1,0 mg/mL a qual, apresentaram uma porcentagem elevada de morte dos náuplios, conforme a tabela 2.

Tabela 2 - Atividade toxicológica de óleos fixos frente *Artemia salina*.

Extratos avaliados 1,0mg/ml	Percentual de Letalidade
Controle	0 %
Fruto da <i>E. serratus</i>	73 %
Semente da <i>E. serratus</i>	76 %
Fruto e/ semente da <i>E. serratus</i>	76%

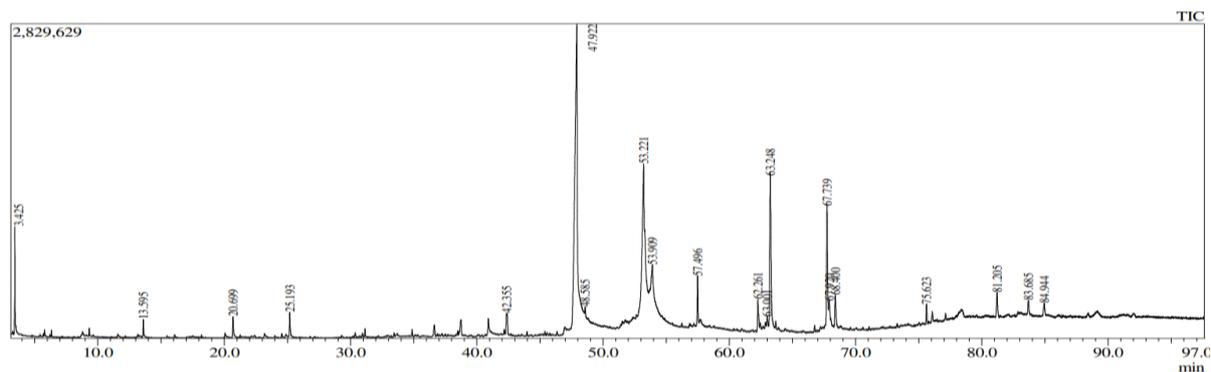
Fonte: Autores (2024).

Os dados evidenciam uma alta letalidade das artêmias frente aos óleos fixos do fruto e da semente, destacando efeitos da sua composição química que estejam promovendo mecanismos tóxicos. Estudos comprovam a ação tóxica de várias substâncias naturais ao crustáceo Artêmia (RIOS, 1995; NASCIMENTO et al., 2008). Os compostos bioativos são tóxicos frente as larvas da *A. salina*. Com isso a letalidade ao microcrustáceo é um teste que pode ser utilizado de forma rápida e simples no decorrer do isolamento dos produtos naturais (NTUNGWE et al., 2020; RANGEL et al., 2023).

Parvin et al., (2009), analisou a letalidade da *A. salina* no extrato metanólico da *E. serratus* em amostras de sulfato de Vincristina, extrato solúvel de éter, tetracloreto de carbono solúvel e extrato solúvel de clorofórmio desencadeando a mortalidade dos náuplios em todos os grupos e com os respectivos L50 ($\mu\text{g/mL}$) de 0,812; 14,94; 3,288; 0,831. Em decorrência do aumento da concentração das amostras, a taxa de mortalidade dos náuplios foram crescentes. Testes de citotoxicidade da amostra vegetal do extrato de etanol das folhas da *E. serratus* realizados através de bioensaios para analisar a letalidade do camarão salmoura mostrou mortalidade contra os náuplios de camarão salgado em valores LC50 141,25 e LC90 870,96 $\mu\text{g/mL}$, indicando que o extrato de etanólico da *E. serratus* possuem propriedades antibacterianas e citotóxicas significativas (BISWAS et al, 2012).

O perfil químico do óleo fixo extraído de sementes de *Elaeocarpus serratus* é representado no cromatograma da figura 1, onde exhibe os constituintes separados do óleo, enquanto a Tabela 3 apresenta a identificação dos compostos majoritários.

Figura 1 – Perfil cromatográfico do óleo fixo da semente de *E. serratus* por CG-EM.



Fonte: Autores (2024).

O ácido palmítico se destaca representando 38,73% de área total, reconhecido por sua versatilidade e ampla aplicação em diversos setores industriais (ZHANG et al., 2018; MACHADO et al., 2023). O ácido palmítico é comumente utilizado como aditivo alimentar, fortificante, suplemento e emoliente em formulações cosméticas, além de desempenhar um papel estabilizante em diferentes produtos. Sua presença significativa no óleo de *Elaeocarpus serratus* sugere um potencial promissor para aplicações futuras nas indústrias alimentícia, farmacêutica e de cosméticos.

Além disso, o ácido oleico, presente na concentração de 21,79%, é um ácido graxo essencial amplamente reconhecido por seus benefícios à saúde, contribuindo para uma alimentação equilibrada e saudável. Sua presença na amostra indica um importante componente para a qualidade nutricional do óleo. O perfil desses ácidos graxos, rico em ácido palmítico e ácido oleico, sugere também a viabilidade de utilização do óleo de *Elaeocarpus serratus* na produção de biodiesel, destacando-se como uma alternativa renovável e sustentável para a indústria de biocombustíveis. Essa diversidade de aplicações potenciais ressalta a importância e o valor do óleo de *Elaeocarpus serratus* como uma fonte versátil e multifuncional de ácidos graxos.

Tabela 2 – Principais ácidos graxos anotados no perfil cromatográfico da semente de *E. serratus* via CG-EM.

Tempo de Retenção (min.)	Fórmula Molecular	Massa (m/z)	Composto Anotado	Área (%)	Conjugação Δ
47.92	C ₁₆ H ₃₂ O ₂	256,0	Ácido Palmítico	38.73	16:0
53.22	C ₁₈ H ₃₄ O ₂	282,0	Ácido oleico	21.79	18:1
53.90	C ₁₈ H ₃₆ O ₂	284,5	Ácido esteárico	6.77	18:0
63.24	C ₁₉ H ₃₈ O ₄	330,5	2- Palmitoilglicerol	8.93	19:1
67.73	C ₂₁ H ₄₀ O ₄	356,5	2- Oleoilglicerol	6.63	21:1

Fonte: Autores (2024).

O perfil cromatográfico do fracionamento do óleo fixo de revelou a presença de diversos ácidos graxos, cada um com potenciais aplicações em diferentes campos, incluindo a indústria cosmética. Entre os ácidos graxos identificados, o ácido palmítico é um dos mais prevalentes.

Este ácido graxo saturado de cadeia longa é amplamente reconhecido na literatura por suas propriedades emolientes e estabilizadoras (DAGA et al., 2022; CALDEIRA et al., 2023).

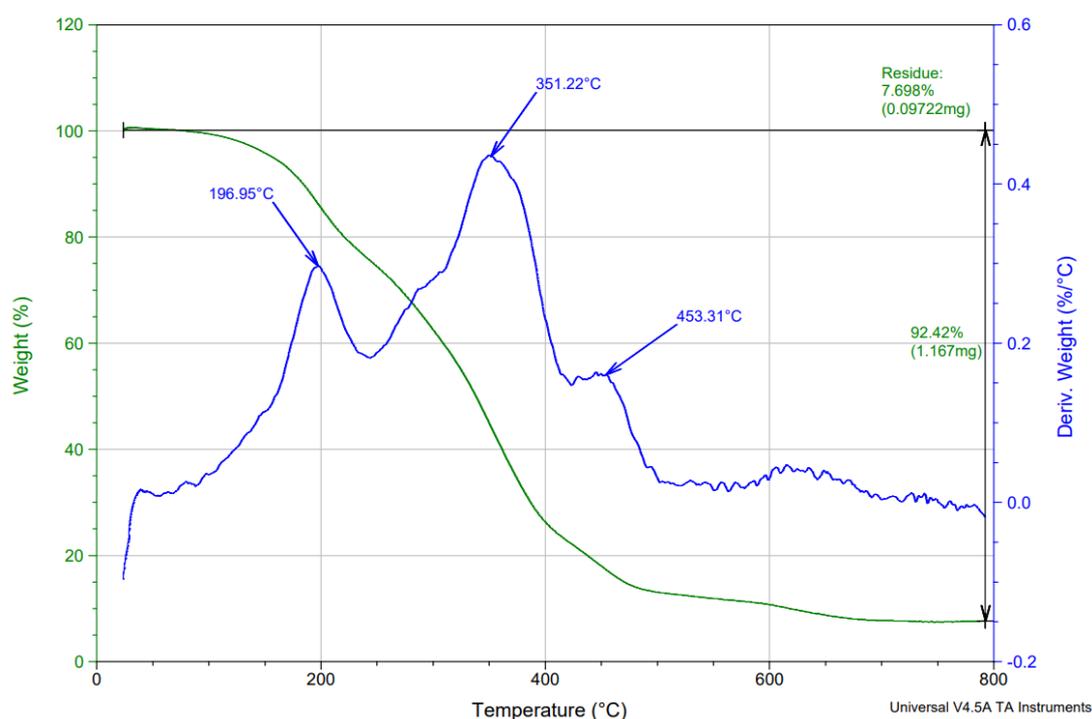
Em conjunto, a presença desses ácidos graxos no sugere um vasto potencial para sua utilização na indústria cosmética. No entanto, estudos adicionais são necessários para explorar completamente suas propriedades e desenvolver formulações específicas que possam aproveitar ao máximo os benefícios desses compostos naturais (GIARDINIERI et al., 2019).

Desse modo, visando-se avaliar a tendência de estabilidade térmicas dos principais compostos do óleo fixo, a figura 2 vislumbra o perfil termogravimétrico da amostra sob condições de controle e análise. O gráfico de termogravimetria (TGA) do óleo fixo de *Elaeocarpus serratus* fornece informações sobre a estabilidade térmica e a composição química da amostra.

O eixo esquerdo do gráfico representa a variação do peso da amostra em porcentagem, enquanto o eixo direito mostra a taxa de perda de peso em relação à temperatura, expressa em porcentagem por grau Celsius. O eixo horizontal indica a temperatura da amostra durante o experimento. Na região inicial (0-200 °C), observa-se uma perda de peso gradual, atribuída à evaporação de umidade e compostos voláteis. Em torno de 196,95 °C, ocorre uma diminuição acentuada do peso, indicando a degradação térmica de componentes mais pesados, como ácidos graxos e compostos fenólicos.

Essa degradação se intensifica entre 350 °C e 453,31 °C, onde a taxa de perda de peso é máxima, refletindo a decomposição significativa dos constituintes do óleo. Ao final do experimento, um resíduo de 7,698% (0,09722 mg) permanece, sugerindo a presença de substâncias não voláteis ou compostos de alta estabilidade térmica, como ceras e resinas. A partir desses dados, infere-se que a degradação significativa do óleo fixo se inicia acima de 200 °C, o que é relevante para determinar as condições ideais de armazenamento e utilização.

Figura 2 – Curvas de TGA do óleo fixo de *E. serratus*.



As temperaturas de degradação indicam a presença de diferentes grupos de compostos no óleo, o que é relevante para investigações farmacológicas e cosméticas. O resíduo remanescente pode ser avaliado quanto ao seu potencial bioativo, podendo ter aplicações em formulações cosméticas ou farmacêutica (LIU, 2021; FABRE; MURSHED, 2021). Portanto, o gráfico TGA é uma ferramenta valiosa para compreender as propriedades termofísicas do óleo fixo de *E. serratus*, contribuindo para sua avaliação em diversas áreas de aplicação.

Conclusões

O estudo do óleo fixo da *Elaeocarpus serratus* revela um significativo potencial para aplicações industriais, farmacêuticas e cosméticas. Os rendimentos variados de óleo, com destaque para o frutosemente (1,05%) e sementes (1,71%), indicam a viabilidade econômica da exploração de partes específicas da planta. A toxicidade observada em *Artemia salina* sugere que os compostos bioativos presentes têm efeitos adversos, corroborando a necessidade de investigações mais profundas sobre a segurança e eficácia desses extratos. A composição química do óleo, rica em ácidos graxos como o ácido palmítico (38,73%) e ácido oleico (21,79%), destaca suas potencialidades na indústria alimentícia e na produção de biodiesel, além de sua função como emoliente e estabilizante em cosméticos. Os dados de termogravimetria (TGA) indicam que a estabilidade térmica do óleo é adequada, com degradação significativa iniciando-se acima de 200 °C. Portanto, a pesquisa futura deve focar na caracterização detalhada dos efeitos bioativos e na aplicação prática desses extratos.

Agradecimentos

Agradecimentos ao Laboratório de Pesquisa de Produtos Naturais – LPPN, Faculdade de Farmácia (UFBA), a CAPES e a FAPESB.

Referências

- ÁRVORES DO BRASIL E AMÉRICA DO SUL. Guia de Referência de Árvores do Brasil e da América do Sul. *C. brasiliensis*: Sapucainha. Disponível em: <https://arvoresdobrasileamerica.wordpress.com/2014/05/09/C-brasiliensis-brasiliensissapucainha/>. Acesso em: 05 jan. 2021
- BADALAMENTI, Natale et al. The ethnobotany, phytochemistry, and biological properties of *Nigella damascena*—A review. *Phytochemistry*, v. 198, p. 113165, 2022.
- BARCELOS, Mayara CS et al. Current status of biotechnological production and applications of microbial exopolysaccharides. *Critical Reviews in Food Science and Nutrition*, v. 60, n. 9, p. 1475-1495, 2020.
- BARUAH, P. S. et al. Habitat distribution modelling and reinforcement of *Elaeocarpus serratus* L.-a threatened tree species of Assam, India for improvement of its conservation status. *Acta Ecologica Sinica*, v. 39, n. 1, p. 42-49, 2019.
- BELLOU, Stamatia et al. Microalgal lipids biochemistry and biotechnological perspectives. *Biotechnology advances*, v. 32, n. 8, p. 1476-1493, 2014.
- BISWAS, S. K. et al. Phytochemical investigation with assessment of Cytotoxicity and Antibacterial activities of the ethanol extract of *Elaeocarpus serratus*. *American journal of plant physiology*, v. 7, n. 1, p. 47-52, 2012.

- CALDEIRA, Vanessa Ferreira et al. Chemistry and fatty acid profile of new fixed oils from two *Cenostigma* species: Different promising raw material for use in cosmetic emulsions. *Industrial Crops and Products*, v. 196, p. 116451, 2023.
- CHEN, Jianbiao et al. Pyrolysis of oil-plant wastes in a TGA and a fixed-bed reactor: thermochemical behaviors, kinetics, and products characterization. *Bioresource technology*, v. 192, p. 592-602, 2015.
- DAGA, Palak et al. Extraction, fatty acid profile, phytochemical composition and antioxidant activities of fixed oils from spices belonging to Apiaceae and Lamiaceae family. *Journal of Food Science and Technology*, p. 1-14, 2022.
- FABRE, Elaine; MURSHED, SM Sohel. A review of the thermophysical properties and potential of ionic liquids for thermal applications. *Journal of Materials Chemistry A*, v. 9, n. 29, p. 15861-15879, 2021.
- GEETHA, D. H. et al. Perfil químico de *Elaeocarpus serratus* L. por GC-MS. *Jornal de biomedicina tropical do Pacífico Asiático*, v. 3, n. 12, p. 985-987, 2013
- GHANI, A-S.; AMIN, R. *Journal of ethnopharmacology*, Elsevier, 1988.
- GIARDINIERI, Alessandra et al. Fixed oil from seeds of narrow-leaved ash (*F. angustifolia* subsp. *angustifolia*): Chemical profile, antioxidant and antiproliferative activities. *Food Research International*, v. 119, p. 369-377, 2019.
- INDHIRAMUTHU J.; GEETHA D. H.; RAJESWARI M. Evaluation of antimicrobial potential of *Elaeocarpus serratus* L. *International Journal of Pharmaceutical Sciences and Research*, v. 5, p. 3467-3472, 2014.
- JAMEEL, Abdul Gani Abdul et al. Heavy fuel oil pyrolysis and combustion: Kinetics and evolved gases investigated by TGA-FTIR. *Journal of analytical and applied pyrolysis*, v. 127, p. 183-195, 2017.
- LIU, Ziru. Review and prospect of thermal analysis technology applied to study thermal properties of energetic materials. *FirePhysChem*, v. 1, n. 3, p. 129-138, 2021.
- MACHADO, Bruno Roswag et al. Industrial Lipases Production Using Agri-Food Wastes Through Microbial Applications. In: *Microbial Bioprocessing of Agri-food Wastes*. CRC Press, 2023. p. 187-207.
- MAZAHERI, Yeganeh et al. A comprehensive review of the physicochemical, quality and nutritional properties of *Nigella sativa* oil. *Food reviews international*, v. 35, n. 4, p. 342-362, 2019.
- MEYER, B. N. et al. Brine Shrimp - a convenient general bioassay for active-plant constituents. *Planta Medica*, v. 45, p. 31-34, 1982.
- NASCIMENTO, J. E. et al. Estudo fitoquímico e bioensaio toxicológico frente a larvas de *Artemia salina* Leach. de três espécies medicinais do gênero *Phyllanthus* (Phyllanthaceae). *Journal of Basic and Applied Pharmaceutical Sciences*, v. 29, n. 2, p. 143-148, 2008.
- NTUNGWE N, Epole et al. *Artemia* species: An important tool to screen general toxicity samples. *Current Pharmaceutical Design*, v. 26, n. 24, p. 2892-2908, 2020.
- PARVIN, M. N. et al. In-vitro Cytotoxicity and Antioxidant studies of *Elaeocarpus serratus*. *Stamford Journal of Pharmaceutical Sciences*, v. 2, n. 2, p. 86-90, 2009.
- RANGEL, L. S. et al. Bioactivity of substances isolated from natural products on mollusks *Biomphalaria glabrata* (Say, 1818)(Planorbidae): a review. *Brazilian Journal of Biology*, v. 83, p. e266526, 2023.
- RIOS, F. J. B. Digestibilidade in vitro e toxicidade de lectinas vegetais para náuplios de *Artemia*. 1995. Dissertação (Mestrado em Bioquímica) – Universidade Federal do Ceará, Fortaleza, 1995.
- ZHANG, Nan et al. Latent heat thermal energy storage systems with solid-liquid phase change materials: a review. *Advanced Engineering Materials*, v. 20, n. 6, p. 1700753, 2018.