



CARACTERIZAÇÃO PRELIMINAR POR GC-MS DO EXTRATO ETANÓLICO DE FOLHAS, GALHOS E FRUTOS DE *XYLOPIA AROMATICA* (LAM.) MART.

Efraim C. Pereira¹, Mohama P. de M. Silva¹, Anderson A. de Jesus¹, Rayane S. C. dos Santos², Livia V. L. Vieira², José S. C. Vieira³, Makson R. de M. Rodrigues⁴, Agostinho R. Pereira⁵

¹ UFMA-Centro de Ciências de Balsas, Maranhão, Brasil, CEP 65800-000. E-mail: efraim.costa@ufma.br

² Escola Municipal Padre Ângelo de Lassalandra, Balsas, Maranhão, Brasil, CEP 65800-000.

³ IFMA-Campus São Luis/Monte Castelo, Departamento Acadêmico de Química

⁴ IFMA-Campus Zé Doca Departamento de Desenvolvimento Educacional

⁵ IFMA-Campus Maracanã Departamento de Desenvolvimento de Ensino

Palavras chave: *Xylopi aromatic*; Perfil químico; GC-MS.

Introdução

A biodiversidade vegetal brasileira constitui uma importante fonte de substâncias naturais com potencial interesse químico, farmacológico e biotecnológico. Entre as famílias botânicas de relevância nesse contexto destaca-se Annonaceae, que reúne espécies reconhecidas pela diversidade de metabólitos secundários presentes em diferentes órgãos vegetais. Nesse grupo, o gênero *Xylopi* apresenta ampla distribuição e expressiva diversidade química, despertando interesse para estudos de caracterização fitoquímica por constituir uma fonte potencial de substâncias biologicamente ativas (MENDES; XIMENES, 2025).

Nesse contexto, um aspecto relevante a ser considerado é a variabilidade da composição química das espécies vegetais, a qual pode estar relacionada à origem geográfica, às condições ambientais e ao órgão vegetal analisado. Estudos realizados com *Xylopi aromatic* demonstram variação na composição química do óleo essencial das folhas, evidenciando a influência da origem do material vegetal sobre o perfil químico obtido (VIEIRA et al., 2023). Dessa forma, a caracterização da composição química do material vegetal constitui uma etapa importante para ampliar o conhecimento sobre a sua diversidade metabólica e subsidiar a investigação de constituintes de interesse.

Nesse sentido, a cromatografia gasosa acoplada à espectrometria de massas (GC-MS) constitui uma importante ferramenta analítica para a separação e caracterização de constituintes voláteis e semivoláteis presentes em matrizes vegetais. A técnica combina a separação cromatográfica dos componentes da amostra com a obtenção de seus respectivos espectros de massa, permitindo a comparação dos padrões de fragmentação com bibliotecas espectrais de referência e a atribuição preliminar da identidade de determinados constituintes. Entretanto, a identificação baseada exclusivamente na correspondência com bibliotecas espectrais deve ser interpretada com cautela, sendo recomendável considerar outros parâmetros analíticos para a



confirmação estrutural dos compostos (SADGROVE; PADILLA-GONZÁLEZ; PHUMTHUM, 2022).

Nesse contexto, o emprego de álcool de cereais na obtenção do extrato de frutos, folhas e galhos de *X. aromatica* possibilita uma abordagem exploratória da composição química da espécie. A eficiência e a seletividade do processo de extração dependem das propriedades físico-químicas do solvente e das características dos metabólitos presentes na matriz vegetal. Desse modo, diferentes condições de extração podem favorecer a recuperação de diferentes classes de compostos (LEFEBVRE; DESTANDAU; LESELLIER, 2021). Além disso, a utilização conjunta de folhas, galhos e frutos pode resultar em um perfil químico distinto daqueles obtidos em estudos realizados exclusivamente com folhas, frutos, cascas ou óleos essenciais. Assim, a caracterização química do material vegetal utilizado é necessária para estabelecer um perfil preliminar dos constituintes presentes no extrato e fornecer subsídios para estudos posteriores de isolamento, identificação estrutural e avaliação de atividade biológica.

Dessa forma, o presente estudo teve como objetivo caracterizar preliminarmente, por cromatografia gasosa acoplada à espectrometria de massas (GC-MS), a composição química do extrato obtido por maceração de folhas, galhos e frutos de *Xylopiia aromatica*, com ênfase na tentativa de identificação e na abundância relativa dos constituintes detectados.

Material e Métodos

As folhas, os galhos e os frutos de *Xylopiia aromatica* foram coletados em uma área de mata nativa do Campus São Luís-Maracanã, do Instituto Federal do Maranhão (IFMA), no estado do Maranhão, Brasil. Após a coleta, o material vegetal foi seco e posteriormente triturado, sendo utilizados 300 g para a extração por maceração. Como solvente extrator, foi empregado álcool de cereais, na proporção de 3:5 (m/v). Após a extração, o material obtido foi concentrado sob pressão reduzida em evaporador rotatório (Q344M, Quimis), à temperatura de 45 °C. Ao final do processo, o extrato foi seco e armazenado até a realização das análises.

Análise da composição química por cromatografia gasosa acoplada à espectrometria de massas (GC-MS)

O procedimento foi realizado de acordo com as recomendações de Sadgrove; Padilla-González; Phumthum (2022) com adaptações. A caracterização química preliminar dos extratos obtidos com etanol a partir de folhas, galhos e frutos de *Xylopiia aromatica* (Lam.) Mart. foi realizada por cromatografia gasosa acoplada à espectrometria de massas (GC-MS). As análises foram conduzidas em sistema Shimadzu GCMS-QP2020, equipado com cromatógrafo a gás GC-2010 e amostrador automático AOC-20i.

As amostras foram analisadas por injeção automática de 1,0 µL, utilizando o modo *splitless*. A temperatura do injetor foi estabelecida em 250 °C, sob pressão de 100 kPa. O fluxo total do sistema foi de 50,0 mL min⁻¹, enquanto o fluxo da coluna foi de 1,39 mL min⁻¹,



correspondente à velocidade linear de $43,7 \text{ cm s}^{-1}$. O fluxo de purga foi mantido em $3,0 \text{ mL min}^{-1}$.

O forno cromatográfico foi inicialmente mantido a $90 \text{ }^{\circ}\text{C}$ e submetido ao seguinte programa de temperatura: aquecimento de 90 a $120 \text{ }^{\circ}\text{C}$ a uma taxa de $4,0 \text{ }^{\circ}\text{C min}^{-1}$, permanecendo por $2,0 \text{ min}$; posteriormente, aquecimento até $180 \text{ }^{\circ}\text{C}$ a $3,5 \text{ }^{\circ}\text{C min}^{-1}$, com permanência de $2,0 \text{ min}$; em seguida, aquecimento até $220 \text{ }^{\circ}\text{C}$ a $3,5 \text{ }^{\circ}\text{C min}^{-1}$, mantendo-se por $4,0 \text{ min}$; e, finalmente, aquecimento até $250 \text{ }^{\circ}\text{C}$ a $3,5 \text{ }^{\circ}\text{C min}^{-1}$, permanecendo nessa temperatura por $6,0 \text{ min}$. O tempo de equilíbrio do sistema foi de $3,0 \text{ min}$.

A detecção foi realizada por espectrometria de massas, com temperatura da fonte de ionização de $210 \text{ }^{\circ}\text{C}$ e temperatura da interface de $220 \text{ }^{\circ}\text{C}$. O tempo de corte do solvente foi estabelecido em $2,0 \text{ min}$. A aquisição dos dados foi realizada no modo de varredura (*scan*), no intervalo de razão massa/carga (m/z) de 40 a 700 , com tempo de evento de $0,30 \text{ s}$ e velocidade de varredura de 2500 . O ganho do detector foi ajustado para $1,02 \text{ kV}$, conforme os parâmetros de calibração (*tuning*) do equipamento.

Os constituintes detectados foram submetidos à identificação preliminar mediante comparação dos espectros de massas obtidos experimentalmente com espectros disponíveis em bibliotecas espectrais de referência, considerando-se os respectivos tempos de retenção e os padrões de fragmentação. Quando disponíveis, parâmetros cromatográficos adicionais, como os índices de retenção, foram considerados como critérios complementares para a atribuição dos constituintes. A utilização combinada de dados espectrais e parâmetros cromatográficos constitui uma estratégia mais robusta para a identificação preliminar de constituintes analisados por GC-MS.

A composição relativa dos constituintes detectados foi estimada pela porcentagem da área de cada pico em relação à área total dos picos registrados no cromatograma de íons totais (TIC), utilizando o método de normalização de área. Os valores obtidos representam abundâncias relativas dos constituintes detectados e não correspondem à quantificação absoluta dos compostos.

As análises foram realizadas com as amostras identificadas como OLCIX_R, mediante injeção de $1,0 \text{ } \mu\text{L}$ e fator de diluição de 1 . Os constituintes apresentados nos resultados foram considerados tentativamente identificados, uma vez que a comparação com bibliotecas espectrais, isoladamente, não constitui confirmação estrutural definitiva. A confirmação dos compostos poderá ser realizada mediante comparação com padrões analíticos autênticos, determinação dos respectivos índices de retenção e, quando necessário, utilização de técnicas analíticas complementares.

Para fins de interpretação dos resultados, a análise foi considerada uma caracterização química preliminar dos constituintes voláteis e semivoláteis detectáveis por GC-MS nos extratos obtidos de folhas, galhos e frutos de *Xylopia aromatica*.

Resultados e Discussão



Composição química preliminar do extrato por GC-MS

A análise por cromatografia gasosa acoplada à espectrometria de massas (GC-MS) do extrato obtido de folhas, galhos e frutos de *Xylopia aromatica* permitiu a detecção de nove constituintes tentativamente identificados, com diferentes proporções relativas no cromatograma de íons totais (TIC). A identificação foi realizada mediante comparação dos espectros de massas obtidos experimentalmente com espectros disponíveis em bibliotecas espectrais de referência. A composição relativa foi estimada pela normalização das áreas dos picos, sendo os resultados expressos como porcentagem da área total dos picos detectados (Tabela 1).

Tabela 1 – Constituintes químicos tentativamente identificados no extrato etanólico de folhas, galhos e frutos de *Xylopia aromatica* por GC-MS.

Nº	Compostos identificados	Tempo de retenção (min)	Área (%)
1	1,4,7-Ciclononatrieno, 1,5,9,9-tetrametil-, Z,Z,Z-	13,973	41,42
2	α -Farneseno	15,609	3,61
3	Naftaleno, 1,2,3,5,6,8a-hexahidro-4,7-dimetil-1-(1-metiletil)-, (1S-cis)-	16,180	6,19
4	Óxido de cariofileno	18,378	22,55
5	(1R,3E,7E,11R)-1,5,5,8-Tetrametil-12-oxabicyclo[9.1.0]dodeca-3,7-dieno	19,177	3,92
6	Cariofila-4(12),8(13)-dien-5 α -ol	20,077	2,60
7	1H-Ciclopropa[e]azulen-4-ol, decahidro-1,1,4,7-tetrametil-, [1aR-(1a α ,4 β ,4a β ,7 α ,7a β ,7b α)]-	20,770	2,42
8	(1R,7S,E)-7-Isopropil-4,10-dimetilenociclodec-5-enol	21,217	3,43
9	Ácido 1,4-benzenodicarboxílico, bis(2-etil-hexila) éster (ftalato de bis(2-etil-hexila))	53,843	13,86
Total			100,00

Os resultados apresentados na Tabela 1 evidenciam um perfil químico constituído predominantemente por compostos tentativamente atribuídos à classe dos terpenoides, especialmente sesquiterpenoides e derivados oxigenados. Esse perfil é compatível com estudos anteriores que demonstram a ocorrência de monoterpenos e sesquiterpenos em diferentes órgãos de *Xylopia aromatica*. Andrade et al. (2004) observaram diferenças na composição dos



óleos essenciais de folhas, frutos e flores da espécie, evidenciando que o órgão vegetal analisado pode influenciar o perfil químico dos constituintes detectados.

O óxido de cariofileno merece destaque por ser um sesquiterpenoide oxigenado frequentemente relatado em materiais vegetais e já descrito em estudos envolvendo *X. aromatica*. A ocorrência de compostos terpênicos na espécie é consistente com estudos anteriores sobre sua composição química, particularmente aqueles realizados com óleos essenciais. Vieira et al. (2023), por exemplo, demonstraram que a composição química do óleo essencial das folhas de *X. aromatica* apresenta variações entre diferentes populações, evidenciando a influência da origem geográfica e das condições ambientais sobre o perfil químico.

O composto 1,2,3,5,6,8a-hexahidro-4,7-dimetil-1-(1-metiletil)naftaleno, (1S-cis) apresentou 6,19% da área relativa, enquanto o α -farneseno e outros derivados terpênicos apresentaram valores inferiores a 4%. A ocorrência simultânea desses constituintes reforça a presença de uma diversidade de compostos de natureza terpênica no extrato analisado. Esse resultado encontra respaldo em estudos anteriores realizados com *Xylopia aromatica*, nos quais foram identificados constituintes voláteis, com predominância de sesquiterpenos. Junqueira et al. (2021), por meio de HS-SPME/GC-MS, identificaram 77 compostos voláteis em flores de *X. aromatica*, sendo os sesquiterpenos responsáveis por aproximadamente 61,04% dos constituintes identificados. Entretanto, os resultados do presente estudo foram obtidos por normalização da área dos picos cromatográficos; portanto, os valores percentuais devem ser interpretados como abundância relativa dos constituintes detectados, e não como concentração absoluta.

A composição química observada no presente estudo deve ser comparada com os dados disponíveis na literatura, considerando as diferenças entre o material vegetal analisado e os métodos de extração empregados. Estudos anteriores com *X. aromatica* concentram-se, principalmente, na caracterização de óleos essenciais, enquanto o presente trabalho avaliou um extrato obtido por maceração em etanol. Essa diferença metodológica pode influenciar significativamente o perfil químico detectado, uma vez que o processo de extração determina quais constituintes são preferencialmente solubilizados e posteriormente analisados. Nesse contexto, Jaramillo e Martínez (2004), ao estudarem frutos de *X. aromatica*, demonstraram que diferentes métodos de extração e técnicas de amostragem podem resultar em variações na composição e nas proporções relativas dos constituintes voláteis identificados por cromatografia gasosa. Além disso, estudos envolvendo diferentes órgãos da espécie evidenciaram variações na composição química de folhas, frutos e flores, reforçando a influência do órgão vegetal sobre o perfil químico obtido (ANDRADE et al., 2004).

Nesse sentido, a composição obtida no presente estudo não deve ser diretamente comparada, em termos quantitativos, com a composição de óleos essenciais de *X. aromatica*. A literatura demonstra que diferentes órgãos vegetais da espécie podem apresentar perfis químicos distintos e que também podem ocorrer variações associadas à origem geográfica das amostras. Dessa forma, a composição observada neste trabalho representa especificamente o



perfil dos constituintes detectáveis por GC-MS nas condições analíticas utilizadas para o extrato estudado (NASCIMENTO et al., 2018).

Um resultado que requer atenção especial é a presença do 1,4-benzenodicarboxilato de bis(2-etil-hexila), correspondente ao ftalato de bis(2-etil-hexila), que representou 13,86% da área total. Embora a biblioteca espectral tenha permitido sua atribuição preliminar, esse resultado não deve ser interpretado automaticamente como evidência de que o composto seja um metabólito natural de *X. aromatica*. A literatura demonstra que ftalatos, incluindo o ftalato de bis(2-etil-hexila) (DEHP), são contaminantes frequentes em procedimentos analíticos e podem ser introduzidos durante diferentes etapas de amostragem, preparo e análise, inclusive por materiais laboratoriais, solventes, ambiente e componentes associados ao sistema cromatográfico (OCA et al., 2016). Logo, a confirmação de sua origem na amostra demanda maior controle analítico e confirmação por técnicas complementares.

A elevada área relativa atribuída ao composto 1,4,7-ciclotrundecatrieno, 1,5,9,9-tetrametil-, Z,Z,Z- também requer confirmação. A identificação baseada exclusivamente na similaridade dos espectros de massas com bibliotecas de referência constitui uma atribuição preliminar, não sendo suficiente para estabelecer inequivocamente a estrutura de um composto. Assim, é apropriada a utilização de informações complementares, especialmente índices de retenção determinados experimentalmente e comparados com dados de referência, além da análise de padrões autênticos nas mesmas condições cromatográficas. A análise de GC-MS realizada neste estudo deve, portanto, ser compreendida como uma caracterização química preliminar dos constituintes voláteis e semivoláteis detectáveis nas condições empregadas (BICCHI et al., 2018).

De modo geral, a presença predominante de constituintes tentativamente classificados como sesquiterpenoides e derivados, com destaque para o óxido de cariofileno e para o composto atribuído a 1,4,7-ciclotrundecatrieno, 1,5,9,9-tetrametil-, Z,Z,Z-, é compatível com a diversidade química descrita para *X. aromatica*. Estudos anteriores demonstraram a predominância de sesquiterpenoides nos óleos essenciais da espécie e diferenças expressivas entre os perfis químicos de diferentes órgãos vegetais (NASCIMENTO et al., 2018). No entanto, considerando que os constituintes majoritários do presente estudo foram determinados por atribuições tentativas em GC-MS e que a amostra analisada compreendeu conjuntamente folhas, galhos e frutos, a confirmação individual desses compostos e a realização de análises separadas serão importantes para determinar a contribuição específica de cada órgão vegetal para o perfil químico observado.

Conclusão

A análise por GC-MS permitiu caracterizar preliminarmente o perfil químico do extrato de folhas, galhos e frutos de *Xylopia aromatica*, evidenciando nove constituintes tentativamente identificados e predominância de compostos terpênicos. Entre os constituintes majoritários, destacaram-se 1,4,7-ciclotrundecatrieno, 1,5,9,9-tetrametil-, Z,Z,Z- (41,42%) e óxido de



cariofileno (22,55%). O ftalato de bis(2-etil-hexila) (13,86%) deve ser interpretado com cautela, devido à possibilidade de origem exógena ou contaminação durante o procedimento analítico. Assim, o estudo contribui para o conhecimento inicial da composição química de *X. aromatica* e fornece dados de referência para investigações posteriores. Como próximos passos, recomenda-se a análise individualizada de folhas, galhos e frutos, a determinação experimental dos índices de retenção, a realização de análises de branco e a utilização de padrões analíticos autênticos para confirmação dos constituintes majoritários.

Agradecimentos

Os autores desejam agradecer ao CCBL/UFMA, SEMED/Balsas

Referências

ANDRADE, Eloisa Helena A. et al. Essential oil composition from leaf, fruit and flower of *Xylopia aromatica* (Lam.) Mart. **Journal of Essential Oil Bearing Plants**, v. 7, n. 2, p. 151-154, 2004.

BICCHI, Carlo; CHAINTREAU, Alain; JOULAIN, Daniel. Identification of flavour and fragrance constituents. **Flavour & Fragrance Journal**, v. 33, n. 3, p. 201, 2018.

JUNQUEIRA, João GM et al. In Vivo and in Vitro Volatile Constituents of the Flowers of *Xylopia aromatica* by HS-SPME/GC-MS. **Journal of the Brazilian Chemical Society**, v. 32, n. 5, p. 1111-1119, 2021.

LEFEBVRE, Thibault; DESTANDAU, Emilie; LESELLIER, Eric. Selective extraction of bioactive compounds from plants using recent extraction techniques: A review. **Journal of Chromatography A**, v. 1635, p. 461770, 2021.

MENDES, Raudiney Franklin Vasconcelos; XIMENES, Rafael Matos. Composição química e potencial farmacológico de espécies brasileiras do gênero *Xylopia* L.(Annonaceae): uma revisão sistemática. **Cuadernos de Educación y Desarrollo**, v. 17, n. 7, p. 8903, 2025.

NASCIMENTO, M. N. G. et al. Chemical composition and antimicrobial activity of essential oils from *Xylopia aromatica* (Annonaceae) flowers and leaves. **Revista Virtual de Química**, v. 10, n. 5, p. 1578-1590, 2018.

OCA, M. L. et al. Dealing with the ubiquity of phthalates in the laboratory when determining plasticizers by gas chromatography/mass spectrometry and PARAFAC. **Journal of Chromatography A**, v. 1464, p. 124-140, 2016.

SADGROVE, Nicholas J.; PADILLA-GONZÁLEZ, Guillermo F.; PHUMTHUM, Methee. Fundamental chemistry of essential oils and volatile organic compounds, methods of analysis and authentication. **Plants**, v. 11, n. 6, p. 789, 2022.

SANTOS, Raquel M.; RODRIGUES, Melissa B.; CHAPLA, Vanessa M. Chemical composition, antioxidant potential, and toxicity of essential oils from *Xylopia aromatica* (lam) mart. and *Eugenia dysenterica* (mart.) DC from the Brazilian Cerrado. **Natural Product Research**, p. 1-8, 2026.

STASHENKO, Elena E.; JARAMILLO, Beatriz E.; MARTINEZ, Jairo René. Analysis of volatile secondary metabolites from Colombian *Xylopia aromatica* (Lamarck) by different extraction and headspace methods and gas chromatography. **Journal of Chromatography A**, v. 1025, n. 1, p. 105-113, 2004.



VIEIRA, Maria Aparecida Ribeiro et al. Geographical influences on the chemical composition and antifungal activity of *Xylopia aromatica* (Lam.) Mart. leaf essential oil. **South African Journal of Botany**, v. 160, p. 209-218, 2023.