

Efeitos da temperatura de secagem das folhas de *Piper divaricatum* G.Mey. sobre o perfil químico do óleo essencial

Effects of drying temperature of Piper divaricatum G. Mey. leaves on the chemical profile of the essential oil

Leonardo Souza da Costa¹
Cristiane Maria Leal²

RESUMO

Piper divaricatum G.Mey. é um arbusto nativo no Brasil, onde o quimiotipo predominante da planta produz óleo essencial rico em fenilpropanoides, especialmente eugenol e metileugenol. A secagem é a principal técnica de preservação pós-colheita aplicada a plantas aromáticas e medicinais, mas condições inadequadas podem impactar negativamente a qualidade de óleos essenciais. Neste trabalho, avaliou-se os efeitos da temperatura de secagem das folhas de *P. divaricatum* em secador de bandejas sobre a qualidade do óleo essencial. A análise experimental consistiu na submissão das folhas ao processo de secagem por 6 horas nas temperaturas de 50, 60 e 70°C. Os óleos essenciais foram obtidos por hidrodestilação, a composição química dos óleos foi realizada por cromatografia gasosa acoplada à espectrometria de massas (CG/EM) e a análise de agrupamento hierárquico (HCA) foi utilizada para avaliar possíveis diferenças entre os perfis químicos dos óleos essenciais. O modelo de Midilli foi o que melhor ajustou os dados de cinética de secagem. A análise das principais classes de compostos presentes nos óleos essenciais indicou similaridade entre os perfis químicos de óleos obtidos de folhas secas em diferentes temperaturas.

Palavras-chave: *Piper divaricatum*; fenilpropanoides; secagem.

ABSTRACT

Piper divaricatum G.Mey is a shrub native in Brazil, whose predominant chemotype produces an essential oil rich in phenylpropanoids, especially eugenol and methyl eugenol. Drying is the main post-harvest preservation technique applied to aromatic and medicinal plants; however, inappropriate drying conditions may negatively affect essential oil quality. In this study, the effects of drying temperature on the leaves of *P. divaricatum* in a tray dryer were evaluated with respect to essential oil quality. The experimental analysis consisted of subjecting the leaves to the drying process for 6 hours at temperatures of 50, 60, and 70 °C. Essential oils were obtained by hydrodistillation, and their chemical composition was analyzed by gas chromatography coupled to mass spectrometry (GC-MS). Hierarchical cluster analysis (HCA) was used to evaluate possible differences between the chemical profiles of the essential oils. The Midilli model provided the best fit to the drying kinetics data. Analysis of the main classes of compounds present in the essential oils indicated similarity among the chemical profiles of oils obtained from leaves dried at different temperatures.

Keywords: *Piper divaricatum*; phenylpropanoids; drying.

¹ Universidade Federal do Pará – UFPA. ORCID: <https://orcid.org/0009-0003-2853-4629> E-mail: Leonardo4souza@gmail.com

² Universidade Federal do Pará – UFPA. ORCID: <https://orcid.org/0009-0000-3528-710X> E-mail: cmlc@ufpa.br

1. INTRODUÇÃO

Óleos essenciais de diferentes espécies de *Piper* da região amazônica apresentam perfil químico rico em fenilpropanoides, classe de compostos conhecida por apresentar propriedades biológicas, como atividades antimicrobiana e anti-inflamatória, bem como forte potencial antioxidante (da Silva *et al.*, 2010; Maia; Andrade, 2009; Neelam; Khatkar; Sharma, 2020). A espécie *Piper divaricatum* é um arbusto nativo no Brasil, com ocorrência registrada nos domínios fitogeográficos da Amazônia, Cerrado, Caatinga e Mata Atlântica (de Oliveira *et al.*, 2022; Silva *et al.*, 2014). O quimiotipo eugenol/metileugenol é o mais comum da espécie, o qual pode ser encontrado em todos os estados da região amazônica (Maia; Andrade, 2009).

A secagem é a principal técnica de preservação aplicada a plantas aromáticas e medicinais após colheita, visando armazenamento seguro mediante diminuição da umidade para valores adequados, o que impede a proliferação de micro-organismos e a ação de enzimas específicas que podem levar à degradação química (Al-Hamdani *et al.*, 2022; De Santana *et al.*, 2014). Dentro desse contexto, a secagem convectiva em secador de bandejas é o método mais amplamente utilizado, sobretudo devido simplicidade e baixo custo de operação (Thamkaew; Sjöholm; Galindo, 2021).

Entretanto, a eficiência do método é constantemente questionada devido ao alto consumo energético requerido e à perda de compostos voláteis que pode ocorrer devido à prolongada exposição da planta a elevadas temperaturas (Nurhaslina; Bacho; Mustapa, 2022). Devido a isso, métodos mais modernos de secagem têm sido desenvolvidos, objetivando melhorar a qualidade do produto seco, principalmente pela otimização de propriedades físico-químicas e organolépticas (Calín-Sánchez *et al.*, 2020).

Porém, considerando que a secagem é uma operação extremamente complexa, na qual ocorre transferência simultânea de calor e massa, e plantas de diferentes gêneros e famílias apresentam características anatômicas, fisiológicas e morfológicas distintas, o método e as condições ótimos de secagem podem variar para diferentes tipos de plantas (Calín-Sánchez *et al.*, 2020; Vallino *et al.*, 2021; Welsh *et al.*, 2018).

Este trabalho teve como objetivo avaliar os efeitos da temperatura no processo de secagem convectiva das folhas de *Piper divaricatum* em secador de bandejas sobre a qualidade do óleo essencial, especialmente na concentração dos fenilpropanoides eugenol

e metileugenol, bem como analisar o impacto da temperatura sobre o rendimento de óleo essencial e comportamento cinético das folhas durante a secagem.

2. MATERIAIS E MÉTODOS

2.1 Coleta das folhas

Folhas de *Piper divaricatum* foram coletas no Parque de Ciência e Tecnologia (PCT) (1°27'51.0"S 48°26'45.1"W), no Guamá (Belém - PA), em setembro de 2025 às 7 horas da manhã.



Figura 1. Local de coleta da planta.

2.2 Secador convectivo de bandejas

As folhas foram secas em secador convectivo de bandejas de escala laboratorial por um período de 6 horas nas temperaturas de 50, 60 e 70°C. Os dados cinéticos obtidos durante a secagem foram ajustados aos modelos matemáticos da Tabela 1 por regressão não-linear, utilizando o método de Gauss-Newton com nível de significância de 5,0% ($\alpha = 0,05$). Os critérios para definição do melhor modelo de ajuste foram os seguintes parâmetros estatísticos: coeficiente de determinação (R^2), erro relativo médio (MRE) e erro padrão estimado (ESE), além da avaliação da distribuição dos resíduos resultantes da aproximação dos valores reais pelos modelos matemáticos.

Tabela 1. Modelos matemáticos para cinética de secagem.

Modelo	Equação	Dimensões dos parâmetros
Lewis (1921)	$R = \text{Exp}(-kt)$	R (adim.); k (min ⁻¹)
Page (1949)	$R = \text{Exp}(-kt^n)$	R (adim.); k (min ⁻¹); n (adim.)
Henderson e Pabis (1961)	$R = a\text{Exp}(-kt)$	R (adim.); k (min ⁻¹); a (adim.)
Midilli <i>et al.</i> (2002)	$R = a\text{Exp}(-kt^n) + bt$	R (adim.); k (min ⁻¹); n (adim.); a (adim.); b (min ⁻¹)

2.3 Obtenção e caracterização dos óleos essenciais

Os óleos essenciais foram obtidos das folhas frescas e secas por hidrodestilação em sistema de vidro do tipo Clevenger modificado, durante três horas. O rendimento foi calculado em base seca de acordo com a seguinte equação:

$$\text{Rend} \left(\frac{\text{mL}}{\text{g}} \right) = \frac{V_{\text{óleo}}}{m_{\text{ext}} - X_F m_{\text{ext}}} \times 100\% \quad (3)$$

em que $V_{\text{óleo}}$ é o volume de óleo essencial obtido da massa de folhas (m_{ext}) submetida à extração.

A composição química dos óleos essenciais foi obtida por cromatografia gasosa acoplada à espectrometria de massas (CG-EM) em sistema SHIMADZU QP Plus-2010. A identificação dos componentes voláteis foi baseada no índice de retenção linear (IR), e no padrão de fragmentação observado nos espectros de massas por comparação destes com amostras autênticas existentes nas bibliotecas do sistema de dados (NIST-11, FFNSC-2) e da literatura (ADAMS, 2007). Os IR foram obtidos utilizando a série homologa de *n*-alcanos.

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

A Tabela 2 apresenta os compostos majoritários (> 1,0%) do óleo essencial obtidos das folhas frescas.

Tabela 2. Majoritários (>1,0%) do óleo essencial das folhas frescas.

IR _c	Constituintes Químicos	Área (%)
1028	(E)-β-ocimeno	0,66
1275	Safrol	4,36
1316	δ-elemeno	1,19
1336	Eugenol	5,99
1376	β-elemeno	10,95
1393	Metileugenol	45,46
1406	(E)-cariofileno	6,72
1465	Germacreno D	3,89
1479	Biciclogermacreno	3,83

1504 Acetato de eugenila 12,94

Legenda: IR_c = índice de retenção calculado.

Além de eugenol e metileugenol, outras substâncias estiveram presentes entre os majoritários do óleo essencial das folhas frescas, incluindo alta concentração do fenilpropanoide acetado de eugenila (12,94%), o qual não esteve presente entre os majoritários dos óleos essenciais obtidos das folhas secas (Tabela 3). Em geral, o eugenol aparece como o segundo componente com maior concentração entre os voláteis de *P. divaricatum*, mas fatores como sazonalidade e horário de coleta da planta podem influenciar na composição química do quimiotipo eugenol/metileugenol, o que pode explicar a concentração menor do que a esperada para o eugenol no óleo das folhas frescas (de Oliveira *et al.*, 2019; Ferreira *et al.*, 2020). Além dos fenilpropanoides (69,24%), os hidrocarbonetos sesquiterpênicos (28,23%) também apareceram com alta concentração entre os voláteis do óleo essencial das folhas frescas.

Na Tabela 3, apresenta-se a composição química dos óleos essenciais obtidos de folhas secas nas temperaturas de 50, 60 e 70°C.

Tabela 3. Composição química dos óleos essenciais de amostras secas em diferentes temperaturas.

IR _c	Constituintes químicos	Concentração por corrida (%)		
		50°C	60°C	70°C
1316	δ-elemeno	1,84	1,94	1,37
1336	Eugenol	16,68	15,93	13,46
1359	α-copaeno	-	-	0,74
1376	β-elemeno	10,95	12,62	9,80
1393	Metileugenol	33,63	32,49	32,71
1406	(E)-cariofileno	6,73	6,44	6,09
1414	β-copaeno	0,60	0,61	1,15
1422	Aromadendreno	-	-	0,88
1439	α-humuleno	0,67	0,59	0,70
1465	Germacreno D	9,10	7,67	9,37
1471	β-selineno	0,35	0,77	3,11
1479	Biciclogermacreno	7,84	7,51	7,54
1489	α-bulneseno	0,54	1,23	0,44
1496	γ-cadineno	0,55	0,94	4,73
1504	Acetato de eugenila	-	0,57	-
1530	Elemicina	0,53	0,24	0,16
1544	(E)-nerolidol	0,59	0,77	1,23
1558	Espatuleno	1,94	2,70	1,48

1563	Óxido de cariofileno	0,42	0,59	0,21
1575	Viridiflorol	0,72	0,69	0,82
1623	α -muurolol	-	-	0,62
1626	epi- α -muurolol	0,50	-	-
1636	α -cadinol	1,33	2,11	1,86
1639	Posgotol	0,63	1,19	0,87
1650	epóxi-allo-aromadendreno	0,60	1,12	0,45

Legenda: IR_c = índice de retenção calculado.

Observa-se que a concentração de metileugenol permaneceu essencialmente a mesma, independentemente da temperatura de secagem aplicada às folhas, embora tenha havido diminuição linear na concentração de eugenol com o aumento da temperatura de secagem. Provenientes de uma mesma rota metabólica, a via biossintética dos fenilpropanoides, metileugenol e acetato de eugenila têm o eugenol como precursor (Chua *et al.*, 2024; Ilijeva; Buchbauer, 2016). Desse modo, o acetato de eugenila, um dos compostos majoritários das folhas frescas, e que não teve concentração significativa nos óleos essenciais obtidos das folhas secas, pode ter sido convertido nessas substâncias por meio de eventual ocorrência de reações químicas específicas, tais como hidrólise, oxidação e metilação, as quais podem ter sido favorecidas pelas altas temperaturas durante os processos de secagem e hidrodestilação (Lv *et al.*, 2024; Shende *et al.*, 2014).

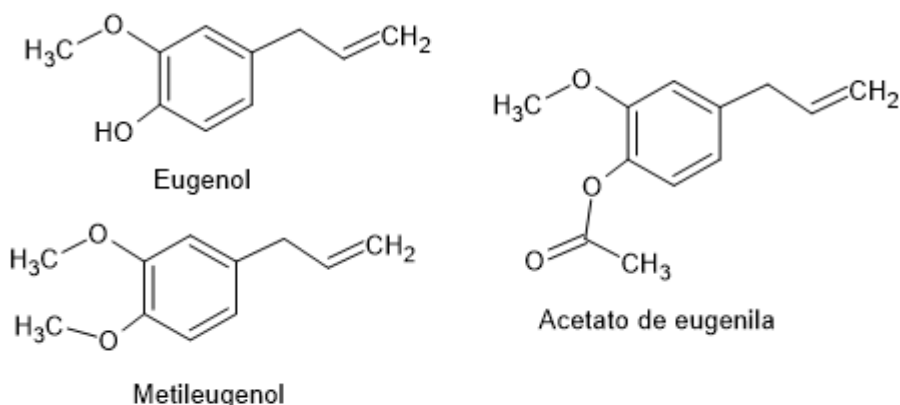


Figura 2. Principais fenilpropanoides presentes no óleo essencial de *Piper divaricatum*.

Além de metileugenol e eugenol, houve concentração significativa de hidrocarbonetos sesquiterpênicos nos óleos, sobretudo β -elemeno, (E)-cariofileno, germacreno D e biciclogermacreno, como observado na Tabela 2 e no Gráfico 1.

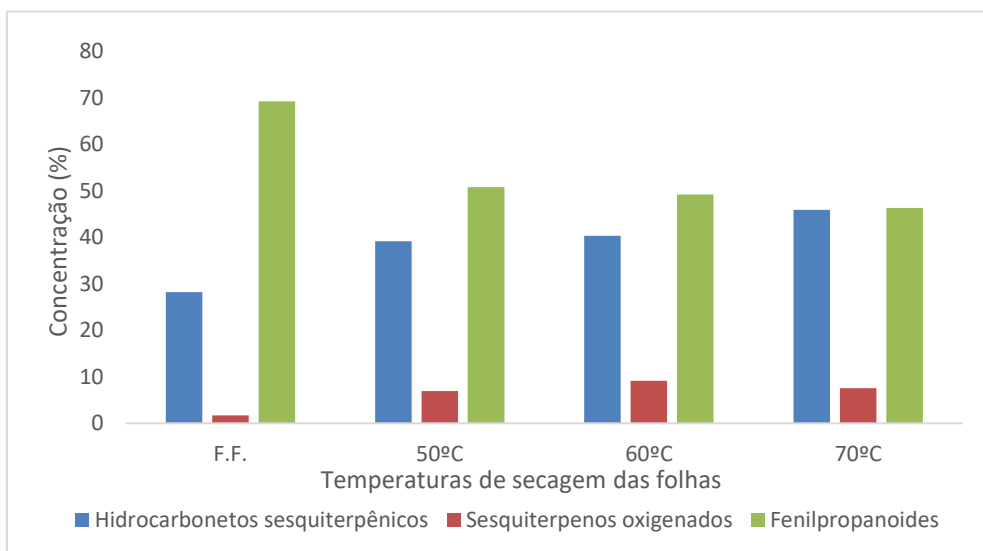


Gráfico 1. Classes de compostos nos óleos essenciais.

Como as substâncias são provenientes de rotas metabólicas distintas, a aplicação de uma determinada condição de secagem pode beneficiar, em termos de concentração absoluta na mistura, uma classe de compostos em específico (Trivedi *et al.*, 2025). No dendrograma abaixo, Gráfico 2, observa-se de que modo a secagem influenciou o perfil químico global dos óleos essenciais.

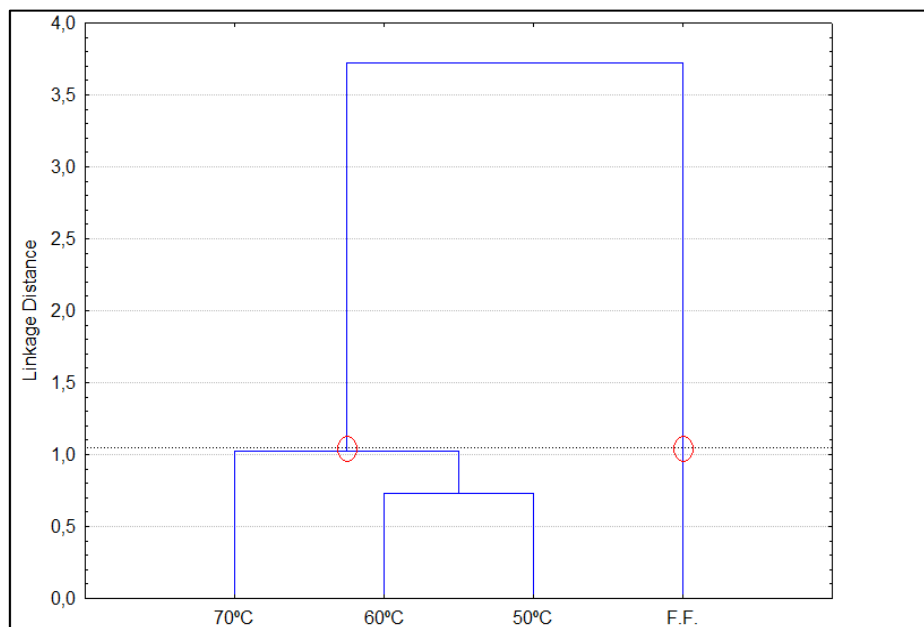


Gráfico 2. Similaridade entre os perfis químicos dos óleos essenciais obtidos de folhas secas em diferentes temperaturas.

As amostras de óleos essenciais formaram dois grupos de similaridade: um dos grupos foi constituído apenas pelo óleo essencial extraído das folhas frescas, o que está relacionado com a alta concentração de fenilpropanoides (69,24%), inflada pelo alto teor de

acetato de eugenila encontrado apenas nessa amostra. Os óleos essenciais obtidos das folhas secas nas três temperaturas formaram um único grupo de similaridade, resultado dos teores quase idênticos de fenilpropanoides nas diferentes amostras, um indicativo de que o aumento da temperatura de secagem das folhas de *P. divaricatum* não afetou significativamente o perfil químico do óleo essencial.

Conforme Tabela 4, o modelo de Midilli foi o que melhor ajustou os dados de cinética de secagem. O modelo apresentou, para as três temperaturas testadas, desvio pequenos em relação aos valores observados experimentalmente, tendência confirmada pelos parâmetros estatísticos considerados para definição do melhor modelo. Além disso, o modelo de Midilli foi o único que resultou em distribuição aleatória dos resíduos resultantes da aproximação dos valores observados pelos modelos matemáticos propostos.

Tabela 4. Parâmetros estatísticos usados para definição do melhor modelo cinético de ajuste.

Modelo	Temperatura	R ² (%)	MRE (%)	ESE	Resíduos
Lewis	50°C	99,82	1,145	0,009091	Tendenciosa
	60°C	96,48	15,35	0,06087	Tendenciosa
	70°C	97,37	4,13	0,43807	Tendenciosa
Henderson-Pabis	50°C	99,84	1,066	0,0084	Tendenciosa
	60°C	97,16	4,579	0,054661	Tendenciosa
	70°C	97,94	4,053	0,048204	Tendenciosa
Page	50°C	99,88	0,8911	0,007294	Tendenciosa
	60°C	97,15	4,311	0,0054811	Tendenciosa
	70°C	98,22	3,544	0,044739	Tendenciosa
Midilli	50°C	99,88	0,8861	0,007211	Aleatória
	60°C	99,44	2,01	0,024116	Aleatória
	70°C	99,63	8,41	0,020282	Aleatória

O Gráfico 3 mostra as curvas de cinéticas de secagem ajustadas ao modelo de Midilli.

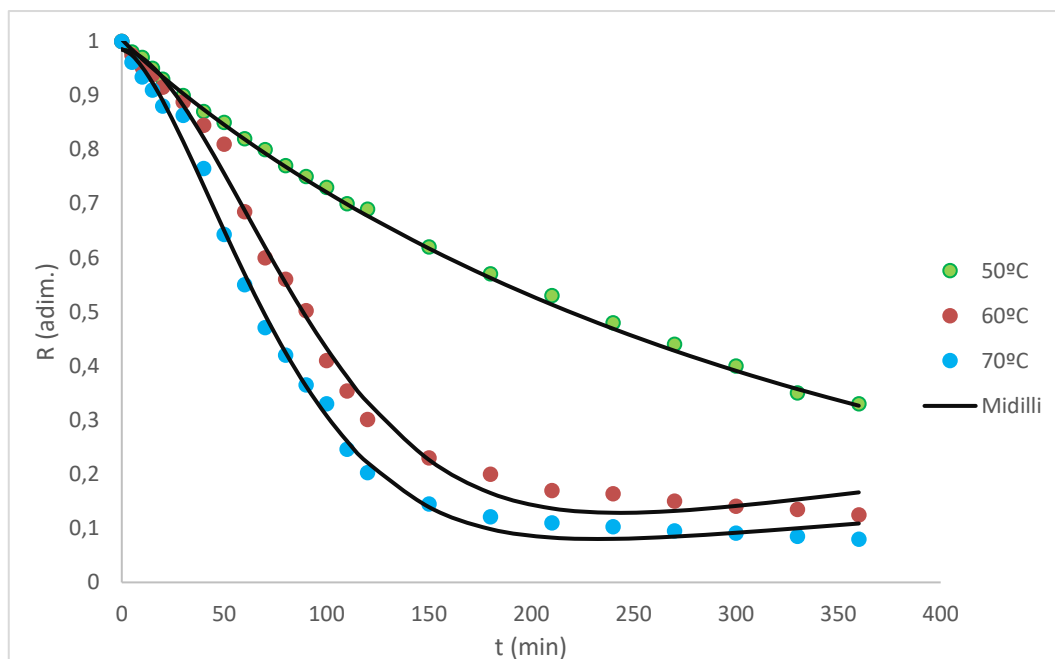


Gráfico 3. Curvas de cinética de secagem ajustadas ao modelo de Midilli.

A presença dos termos exponencial e linear no modelo de Midilli (Tabela 1) pode torná-lo capaz de capturar a dinâmica do processo de secagem tanto durante o período no qual a taxa de secagem é constante quanto no período de queda na taxa de secagem, na qual a difusão interna passa a ditar o comportamento da curva (Guo *et al.*, 2023, Midilli *et al.*, 2002).

4. CONSIDERAÇÕES FINAIS

- A secagem das folhas de *Piper divaricatum* na temperatura de 70°C foi a mais eficiente em termos da umidade final das folhas, capaz de ajustar a variável para valores adequados, de modo a impedir a proliferação de micro-organismos;
- O modelo de Midilli foi o mais adequado para ajustar os dados obtidos durante secagem das folhas;
- O óleo essencial das folhas frescas apresentou o maior teor de fenilpropanoides, classe de substâncias com maior valor agregado entre os voláteis da espécie;
- Diferentes temperaturas de secagem não alteraram significativamente o perfil químico do óleo essencial. Desse modo, a secagem a 70°C por um período de 6 horas em secador de bandejas mostrou-se adequada para garantir a preservação das folhas por maior tempo sem, contudo, acarretar perda de qualidade do óleo essencial.

REFERÊNCIAS

ADAMS, Robert P. **Identification of Essential Oil Components by Gas Chromatography/Mass Spectrometry**. Carol Stream: Allured Publishing Corporation, 2007.

CALÍN-SÁNCHEZ, Ángel; LIPAN, Leontina; CANO-LAMADRID, Marina; KHARAGHANI, Abdolreza; MASZTALERZ, Klaudia; CARBONELL-BARRACHINA, Ángel A.; FIGIEL, Adam. Comparison of Traditional and Novel Drying Techniques and Its Effect on Quality of Fruits, Vegetables and Aromatic Herbs. **Foods**, vol. 9, p. 1261–1288, 2020. <https://doi.org/10.1080/01496395.2020.1788595>.

CHUA, Jeremy; HANKO, Erik K.R.; YIAKOUMETTI, Andrew; STONEY, Ruth A.; CHROMY, Jakub; VALDEHUESA, Kris Niño G.; HOLLYWOOD, Katherine A.; YAN, Cunyu; TAKANO, Eriko; BREITLING, Rainer. Bioproduction of methylated phenylpropenes and isoeugenol in *Escherichia coli*. **Metabolic Engineering Communications**, vol. 18, no. February, 2024. <https://doi.org/10.1016/j.mec.2024.e00237>.

DA SILVA, Joyce Kelly do Rosário; ANDRADE, Eloisa Helena de Aguiar; GUIMARÃES, Elsie F.; MAIA, José Guilherme S. Essential Oil Composition, Antioxidant Capacity and Antifungal Activity of *Piper divaricatum*. **Natural product communications**, vol. 1, no. 4, p. 9–12, 2010.

DE OLIVEIRA, Joyce Solange; RAMOS, Nayara P.; JÚNIOR, Jair Leão; XAVIER, Luciana P.; ANDRADE, Eloisa Helena; MELLO, Andréa H.; SETZER, William N.; DA SILVA, Joyce Kelly R. Secondary Metabolism and Plant Growth of *Piper divaricatum* (Piperaceae) Inoculated with Arbuscular Mycorrhizal Fungi and Phosphorus Supplementation. **Agronomy**, vol. 12, no. 3, 2022. <https://doi.org/10.3390/agronomy12030596>.

DE OLIVEIRA, Mozaniel Santana; DA CRUZ, Jorddy Neves; GOMES SILVA, Sebastião; DA COSTA, Wanessa Almeida; DE SOUSA, Sérgio Henrique Brabo; BEZERRA, Fernanda Wariss Figueiredo; TEIXEIRA, Edinaldo; DA SILVA, Nayara Janaína Neves; DE AGUIAR ANDRADE, Eloisa Helena; DE JESUS CHAVES NETO, Antonio Maia; DE CARVALHO, Raul Nunes. Phytochemical profile, antioxidant activity, inhibition of acetylcholinesterase and interaction mechanism of the major components of the *Piper divaricatum* essential oil obtained by supercritical CO₂. **Journal of Supercritical Fluids**, vol. 145, no. December 2018, p. 74–84, 2019. <https://doi.org/10.1016/j.supflu.2018.12.003>.

FERREIRA, Greyce Kelly dos Santos; MARGALHO, Jéssica Ferreira; ALMEIDA, Lorena Queiroz; ANJOS, Tainá Oliveira dos; CASCAES, Márcia Moraes; NASCIMENTO, Lidiane Diniz do; ANDRADE, Eloisa Helena de Aguiar. Avaliação sazonal e circadiana do óleo essencial das folhas de *Piper divaricatum* G. Mey. (Piperaceae). **Brazilian Journal of Development**, vol. 6, no. 6, p. 41356–41369, 2020. <https://doi.org/10.34117/bjdv6n6-612>.

GUO, Hongyan; TAN, Zhiwei; LI, Haiying; LONG, Yue; JI, Aimin; LIU, Liangxu. Dynamic Characteristics Analysis of Metallurgical Waste Heat Radiative Drying of Thin Layers of Sewage Sludge. **Processes**, v. 11, no. 9, 2023. <https://doi.org/10.3390/pr11092535>

ILIJEVA, Radmila; BUCHBAUER, Gerhard. Biological properties of some volatile

phenylpropanoids. **Natural Product Communications**, vol. 11, no. 10, p. 1619–1629, 2016. <https://doi.org/10.1177/1934578x1601101041>.

LV, Mengwen; ZHANG, Ling; WANG, Yizhou; MA, Linlin; YANG, Yong; ZHOU, Xian; WANG, Liangsheng; YU, Xiaonan; LI, Shanshan. Floral volatile benzenoids/phenylpropanoids: biosynthetic pathway, regulation and ecological value. **Horticulture Research**, vol. 11, no. 10, 2024. <https://doi.org/10.1093/hr/uhae220>.

MAIA, José Guilherme S.; ANDRADE, Eloisa Helena A. Database of the amazon aromatic plants and their essential oils. **Quimica Nova**, vol. 32, no. 3, p. 595–622, 2009. <https://doi.org/10.1590/S0100-40422009000300006>.

MIDILLI, A.; KUCUK, H.; YAPAR, Z. A new model for single-layer drying. **Drying Technology**, v. 20, no. 7, p. 1503-1513, 2002. <https://doi.org/10.1081/DRT-120005864>.

NEELAM; KHATKAR, Anurag; SHARMA, Krishna Kant. Phenylpropanoids and its derivatives: biological activities and its role in food, pharmaceutical and cosmetic industries. **Critical Reviews in Food Science and Nutrition**, vol. 60, no. 16, p. 2655–2675, 2020. <https://doi.org/10.1080/10408398.2019.1653822>.

NURHASLINA, C.R.; BACHO, Sharlien Andi; MUSTAPA, A.N. Review on drying methods for herbal plants. **Materials Today: Proceedings**, p. 122–138, 2022. <https://doi.org/doi.org/10.1016/j.matpr.2022.02.052>.

SHENDE, Sneha; PATEL, Shriyash; ARORA, Sumit; SHARMA, Vivek. Oxidative stability of ghee incorporated with clove extracts and BHA at elevated temperatures. **International Journal of Food Properties**, vol. 17, no. 7, p. 1599–1611, 2014. <http://dx.doi.org/10.1080/10942912.2012.752382>.

SILVA, J. A.; OLIVEIRA, F. F.; GUEDES, E. S.; BITTENCOURT, M. A.L.; BITTENCOURT, R. A. Atividade antioxidante de *Piper arboreum*, *Piper dilatatum* e *Piper divaricatum*. **Revista Brasileira de Plantas Medicinais**, vol. 16, no. 3, p. 700–706, 2014. https://doi.org/10.1590/1983-084X/13_097.

THAMKAEW, Grant; SJÖHOLM, Ingegerd; GALINDO, Federico Gómez. A review of drying methods for improving the quality of dried herbs. **Critical Reviews in Food Science and Nutrition**, vol. 61, no. 11, p. 1763–1786, 2021. <https://doi.org/10.1080/10408398.2020.1765309>.

TRIVEDI, Vijay Laxmi; SINGH, Upendra; SATI, Pallavi; BHANDARI, Ujjwal; ATTRI, Dharam Chand; LOHANI, Hema. Drying-induced changes in terpenoid composition of *Rhododendron anthopogon* leaves. **Biochemical Systematics and Ecology**, v. 121, 2025. <https://doi.org/10.1016/j.bse.2025.105016>

WELSH, Zachary; SIMPSON, Matthew J.; KHAN, Md Imran H.; KARIM, M. A. Multiscale Modeling for Food Drying: State of the Art. **Comprehensive Reviews in Food Science and Food Safety**, vol. 17, no. 5, p. 1293–1308, 2018. <https://doi.org/10.1111/1541-4337.12380>.

