



CARACTERIZAÇÃO DE CURCUMINOIDES POR HPLC, GC-MS E FTIR: INVESTIGAÇÃO QUÍMICA DE COMPOSTOS DA *Curcuma longa*

SANTOS, Deboha Viegas Alves de Araújo dos¹; NICULAU, Edenilson dos Santos².

RESUMO

A pesquisa apresenta foco na química da *Curcuma longa* (açafrão-da-terra), com ênfase na proteção e caracterização da curcumina, um composto bioativo com propriedades antioxidantes, anti-inflamatórias e anticancerígenas. Foram realizadas duas extrações utilizando diferentes metodologias: uma com amostra *in natura* e outra com amostra desidratada. O processo incluiu a separação sólido-líquido utilizando acetona como solvente e posterior análise dos compostos extraídos. As amostras foram comprovadas por técnicas avançadas como Cromatografia Líquida de Alta Eficiência (HPLC-DAD), Cromatografia Gasosa acoplada à Espectrometria de Massas (GC-MS) e Espectroscopia no Infravermelho por Transformada de Fourier (FTIR). O objetivo foi identificar a curcumina e outros curcuminoides importantes. Os resultados demonstraram que os métodos utilizados permitiram a identificação e caracterização dos principais compostos presentes nos rizomas da *Curcuma longa*, fornecendo uma base sólida para a aplicação desses compostos em futuros desenvolvimentos farmacêuticos.

Palavras-chave: Curcuminoides. Curcumina. Produtos Naturais.

I. INTRODUÇÃO/JUSTIFICATIVA

Este trabalho aborda uma pesquisa relacionada à química dos produtos naturais, com foco na curcumina, um composto bioativo presente na *Curcuma longa* (ALI et al., 2017), que foi realizada na área de química orgânica, com ênfase na química de produtos naturais. A curcumina é amplamente conhecida por suas propriedades antioxidantes, anti-inflamatórias e anticancerígenas (DADUNGA et al.,

¹ Bolsista do Programa de Iniciação Científica (PIBIC/PIBITI). Universidade Federal do Norte do Tocantins (UFNT), Centro de Ciências Integradas. e-mail: deboha.dos@ufnt.edu.br

² Professor Pesquisador. Universidade Federal do Norte do Tocantins (UFNT), Centro de Ciências Integradas. e-mail edenilson.niculau@ufnt.edu.br



2020; SHOBA et al., 1998), o que a torna um alvo importante para o desenvolvimento de novos medicamentos e terapias. O estudo buscou explorar a extração, caracterização desse composto, utilizando técnicas analíticas como o GC-MS, HPLC-DAD e FTIR e para identificar suas principais propriedades químicas.

As atividades desenvolvidas na pesquisa são relevantes para o público-alvo, composto por profissionais da área de química e das ciências da saúde, já que o conhecimento gerado sobre a extração e caracterização da curcumina pode auxiliar no desenvolvimento de novos medicamentos e terapias. As técnicas analíticas aplicadas oferecem ferramentas práticas que podem ser utilizadas tanto em pesquisa quanto na indústria farmacêutica. Além disso, os resultados satisfatórios alcançados neste estudo criam oportunidades para exploração em futuras pesquisas, contribuindo para o aprofundamento acadêmico e visando à continuidade da formação em níveis mais avançados, como um mestrado na área de química de produtos naturais.

II. BASE TEÓRICA

O diferuloilmetano, mais conhecido como curcumina, é extraído da raiz da planta *Curcuma longa* (ALI et al., 2017), possui várias propriedades medicinais, tais como: tratamento inflamação, artrite, problemas digestivos, infecções, auxilia para melhor a imunidade e no combate infeções microbianas (AGGARWAL & HARIKUMAR, 2009). A curcumina é um polifenol classificado como 1,3-dicarbonil, que exibe tautomerismo ceto-enol (ALI et al., 2017).

A curcumina e outros curcuminoides podem ser isolados por técnicas cromatográficas, incluído a cromatografia líquida de alta eficiência (HPLC), partição com solventes, cristalização extração em fase sólida (SPE), cromatografia em coluna aberta (CC) e cromatografia em camada delgada (CCD). Para conhecer o perfil químicos de plantas podem ser empregadas diversas técnicas: microextração em fase sólida (SPME), cromatografia líquida de alta eficiência (HPLC), cromatografia a gás



acoplada à espectrometria de massas (GCMS), Espectroscopia no infravermelho por transformada de Fourier (FTIR), entre outras (SALAM et al., 2019).

III. OBJETIVOS

O objetivo geral deste estudo é isolar e identificar curcuminoides utilizando técnicas cromatográficas e espectroscópicas, como HPLC-DAD, GC-MS e FTIR. Os objetivos específicos incluem isolar a curcumina e outros curcuminoides empregando técnicas cromatográficas clássicas e modernas, além de identificar esses curcuminoides nas frações isoladas por meio de HPLC-DAD, GC-MS e FTIR.

IV. METODOLOGIA

Os rizomas da *Cúrcuma longa* (açafão-da-terra) utilizados neste estudo foram adquiridos em uma feira local na cidade de Araguaína, estado do Tocantins. A extração dos curcuminoides foi realizada no Laboratório Central de Análises (LabCrom) da Universidade Federal do Norte do Tocantins. Os experimentos foram conduzidos em diferentes etapas: uma com a amostra *in natura*, outra com a amostra desidratada.

Para preparar a amostra, inicialmente, o açafão foi descascado e macerado. Em seguida, 30g da curcumina triturado foi pesada e preparada para a extração sólido-líquido no aparelho Soxhlet. Para o processo, foram utilizados 250 mL de acetona como solvente, que entrou em ebulição após 15 minutos de aquecimento, dando início aos ciclos da extração que tiveram 5 horas de duração, resultando em um extrato rico em curcuminoides. Em seguida, esse extrato foi levado para o evaporador rotativo a vácuo. Por fim, o analito foi deixado em repouso por um período de 48h antes de ser submetido ao preparo para análise química. Para a segunda extração foi utilizada uma metodologia parecida com a primeira, com dessemelhança a etapa inicial. De início o açafão foi desidratado por 24 horas a 50°C e moído a pó.



Os analitos que foram preparados para serem analisados pela Cromatografia Gasosa acoplada à Espectrometria de Massas e pela Cromatografia Líquida de Alta Eficiência passaram pelo mesmo processo, mudando somente o solvente ou substância para método (Acetonitrila para o GC-MS; Metanol para o HPLC; Brometo de potássio para o FTIR). Para o material de teste a ser analisado pelo Espectroscopia no Infravermelho por Transformada de Fourier apenas misturou-se um pouco de extrato de curcumina com brometo de potássio. Todos os processos de preparação de analitos se repetiram em uma amostra de Curcumina isolada adquirida comercialmente da marca Natsvitta[®]. Na Cromatografia líquida de alta eficiência com detector de arranjo de diodos (HPLC-DAD), utilizou-se o cromatógrafo líquido da Shimadzu 20AT, contendo uma bomba SPDM20A, degaseificador da fase móvel DGU-20A5R, coluna Shim-pack VP-ODS C18 nas dimensões de 150 L x 4,6 e um detector de arranjo de diodos (DAD). A fase móvel constitui-se em dois solventes, o metanol como solvente B (grau de pureza HPLC, $\geq 99,9\%$) e água deionizada sendo o solvente A. O detector no modo varredura de 220 a 780 nm, composto por uma lâmpada de deutério e tungstênio (D2W). Na Cromatografia a gás acoplada à espectrometria de massas (GC-MS), o cromatógrafo operou com colunas capilares HP-5MS 5% Pheny Methyl Slox, L = 30m, DI = 250 μm e Filme = 0,25 μm , o gás de arraste utilizado foi o Hélio (99.999%) com fluxo de 1 mL/min. O CG-MS foi empregado com temperatura do injetor em 250°. O modo de análise foi o Split. O programa de temperatura do forno do GC foi definido inicialmente em 50°C por 1 min e aumentou em 5°C por minuto até 280°C. No total as corridas duraram 28 min. Na Espectroscopia no Infravermelho por Transformada de Fourier, os espectros de FT-IR em modo de refletância total atenuada (ATR) das amostras foram obtidos utilizando o equipamento AGILENT CARY 630, abrangendo a faixa de 650 cm^{-1} a 4000 cm^{-1} , com uma resolução de 2 cm^{-1} .



V. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Foi analisada a solução trabalho de metanol da amostra da desidratada no HPLC-DAD, da amostra *in natura* e da amostra da curcumina isolada obtida comercialmente. A varredura espectral da solução da curcumina isolada de 1mg/mL, adquirida comercialmente, apresenta comprimentos significativos de onda dos picos de absorção em 17,12 min e 17,63 min, que correspondem à piperina e à curcumina respectivamente, na varredura de 220 nm. No extrato de Curcuminoides, além da curcumina foi possível observar picos referentes a desmetoxicurcumina e a bis-desmetoxicurcumina, substâncias comumente encontradas em análises de HPLC (Yadav e Sarasija 2009). As análises por GC-MS permitiram a identificação dos compostos elencados na tabela 1.

Tabela 1 - Cromatografia a gás acoplada à espectrometria de massas (GC-MS) da *Curcuma longa*.

Nº	TR (min)	Composto	I.R	I.R lit	SI	Área %
1	13.097	Curcumeno	1488	1479	94	0,93
2	13.245	Zingibereno	1500	1493	89	1,16
3	13.610	β sesquiplellandreno	1531	1521	88	1,37
4	14.279	aR-turmenol	1589	1582	76	1,39
5	14.605	β atlantol	1616	1608	80	0,48
6	14.872	α acorenol	1636	1633	84	0,54
7	15.267	aR-turmerona	1673	1669	95	20,73
8	15.690	β -Turmerona	1711	1717	93	22,2
9	16.189	Bisabolona	1758	1748	77	0,94
10	16.320	Atlantona <(E)- α ->	1768	1826	73	1,24

TR = Tempo de retenção em minutos do composto; SI = Índice de similaridade com base no R.Match; I.R = Índice de retenção calculado usando a equação de Van den Dool e Kratz.; I.Rlit = Índice de retenção da literatura (Adams, R.P, 2007) baseada na equação de Van den Dool e Kratz.

A caracterização dos extratos de curcuminoides analisados no FTIR apresentam características semelhantes, mesmo sendo obtidos com metodologias diferentes. Apresentam um pico largo na região de 3500 cm^{-1} indicando a presença de estiramento de O-H, a intensidade dos picos nos espectros b e c podem sugerir



que a amostra contém uma quantidade significativa de água nas mesmas. Uma leve absorção na faixa um pouco abaixo de 300 cm^{-1} propõe a presença de ligação C-H.

Por volta de 2350 cm^{-1} foi detectado uma banda característica de absorção de CO_2 , que apesar de não fazer parte da molécula da curcumina, pode estar associado ao dióxido de carbono da própria atmosfera, tendo em vista que o experimento não foi realizado em um ambiente isolado. Um pico definido na região de $1700 - 1600\text{ cm}^{-1}$ sugere a presença de ligações de C=O. E na região de $1700 - 1600\text{ cm}^{-1}$ pode ser associado a vibração de anéis aromáticos C=C.

VI. CONCLUSÃO/CONSIDERAÇÕES FINAIS

O presente trabalho conseguiu atingir seus objetivos ao isolar e identificar curcuminoides presentes na *Curcuma longa* utilizando técnicas cromatográficas e espectroscópicas, como HPLC-DAD, GC-MS e FTIR. As análises realizadas confirmaram a presença da curcumina e de outros compostos bioativos relevantes, como desmetoxicurcumina e bis-desmetoxicurcumina. O estudo não apenas reafirma o valor desses compostos terapêuticos, como também contribui para o desenvolvimento de novos métodos de análise química mais precisos e eficientes.

VII. REFERÊNCIAS

ALI, NM, YEAP, SA, ABU, N. **et al.** 2017. The synthetic curcumin derivative DK1 possessed G2/M arrest and induced apoptosis through the accumulation of intracellular ROS in MCF-7 breast cancer cells. **Cancer Cell Internacional**, vol.17, não.30. <http://dx.doi.org/10.1186/s12935-017-0400-3> Pmid:28239299. <
<http://dx.doi.org/10.1186/s12935-017-0400-3>>

AGGARWAL, B. B.; HARIKUMAR, K. B. Potential therapeutic effects of curcumin, the anti-inflammatory agent, against neurodegenerative, cardiovascular, pulmonary, metabolic, autoimmune and neoplastic diseases. **The International Journal of Biochemistry & Cell Biology**, v. 41, n.1, p. 40-59, 2009. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.biocel.2008.06.010>.



DANDUGA, R. C. S. R.; KOLA, P. K.; MATLI, B. Anticancer activity of curcumin alone and in combination with piperine in Dalton lymphoma ascites bearing mice. **Indian Journal of Experimental Biology**, v. 58, p. 181-189, 2020.

SALAM, A.M.; LYLES, J.T.; QUAVE, C.L. **Methods in the Extraction and Chemical Analysis of Medicinal Plants**, 2019. In: ALBUQUERQUE, U.; DE LUCENA, R.; CRUZ DA CUNHA, L.; ALVES, R. (eds) *Methods and Techniques in Ethnobiology and Ethnoecology*. Springer Protocols Handbooks. Humana Press, New York, NY. DOI: https://doi.org/10.1007/978-1-4939-8919-5_17

SHOBA, G.; et al. Influence of piperine on the pharmacokinetics of curcumin in animals and human volunteers. **Planta Med.** V. 64, n. 4, p. 353-356, 1998. doi: <https://doi.org/10.1055/s-2006-957450>.

Yadav, V. R., & Sarasija, S. (2009). A sensitive reversed phase HPLC method for the determination of curcumin. **Pharmacognosy Magazine**, 5, 71–74.

VIII. AGRADECIMENTOS

Agradeço a UFNT, pelas acomodações que possibilitaram a pesquisa, e ao CNPq pelo financiamento.