

**UNIVERSIDADE FEDERAL DE VIÇOSA**

**EFEITO DO PRÉ-TRATAMENTO COM ULTRASSOM ASSOCIADO À SECAGEM  
NA  
QUALIDADE DO ÓLEO ESSENCIAL DE CYPERUS ROTUNDUS E NA EFICÁCIA  
ANTIMICROBIANA DA FORMULAÇÃO ELABORADA**

Tatiany Ciriaco Ribeiro  
*Doctor Scientiae*

**VIÇOSA - MINAS GERAIS  
2024**

**TATIANY CIRIACO RIBEIRO**

**EFEITO DO PRÉ-TRATAMENTO COM ULTRASSOM ASSOCIADO À SECAGEM  
NA  
QUALIDADE DO ÓLEO ESSENCIAL DE CYPERUS ROTUNDUS E NA EFICÁCIA  
ANTIMICROBIANA DA FORMULAÇÃO ELABORADA**

Tese apresentada à Universidade Federal de Viçosa, como parte das exigências do Programa de Pós-Graduação em Engenharia Agrícola, para obtenção do título de *Doctor Scientiae*.

Orientador: Evandro de Castro Melo

Coorientadores: Antonio Jacinto Demuner  
Antonio P S Carneiro  
Luis Cesar da Silva  
Mariane B R de Ávila  
Maira C Marques  
Fonseca

**VIÇOSA - MINAS GERAIS  
2024**

**Ficha catalográfica elaborada pela Biblioteca Central da Universidade  
Federal de Viçosa - Campus Viçosa**

T

R484e  
2024  
Ribeiro, Tatiany Ciríaco, 1993-  
Efeito do pré-tratamento com ultrassom associado à  
secagem na qualidade do óleo essencial de *Cyperus rotundus* e  
na eficácia antimicrobiana da formulação elaborada / Tatiany  
Ciríaco Ribeiro. – Viçosa, MG, 2024.

1 tese eletrônica (123 f.): il. (algumas color.).

Inclui anexos.

Orientador: Evandro de Castro Melo.

Tese (doutorado) - Universidade Federal de Viçosa,  
Departamento de Engenharia Agrícola, 2024.

Inclui bibliografia.

DOI: <https://doi.org/10.47328/ufvbbt.2024.784>

Modo de acesso: World Wide Web.

1. *Cyperus rotundus*. 2. Plantas medicinais.  
3. Antibacterianos. 4. Antifúngicos. 5. Essências e óleos  
essenciais - Qualidade. I. Melo, Evandro de Castro, 1959-.  
II. Universidade Federal de Viçosa. Departamento de Engenharia  
Agrícola. Programa de Pós-Graduação em Engenharia Agrícola.  
III. Título.

CDD 22. ed. 584.84

**TATIANY CIRIACO RIBEIRO**

**EFEITO DO PRÉ-TRATAMENTO COM ULTRASSOM ASSOCIADO À SECAGEM  
NA  
QUALIDADE DO ÓLEO ESSENCIAL DE CYPERUS ROTUNDUS E NA EFICÁCIA  
ANTIMICROBIANA DA FORMULAÇÃO ELABORADA**

Tese apresentada à Universidade Federal de Viçosa, como parte das exigências do Programa de Pós-Graduação em Engenharia Agrícola, para obtenção do título de *Doctor Scientiae*.

APROVADA: 25 de outubro de 2024.

Assentimento:

---

Tatiany Ciriaco Ribeiro  
Autora

---

Evandro de Castro Melo  
Orientador

Essa tese foi assinada digitalmente pela autora em 26/11/2024 às 16:05:14 e pelo orientador em 26/11/2024 às 17:27:35. As assinaturas têm validade legal, conforme o disposto na Medida Provisória 2.200-2/2001 e na Resolução nº 37/2012 do CONARQ. Para conferir a autenticidade, acesse <https://siadoc.ufv.br/validar-documento>. No campo 'Código de registro', informe o código **B5JI.UFIJ.4248** e clique no botão 'Validar documento'.

*Aos meus pais Elisônia e Antônio por toda confiança e incentivo. As minhas irmãs Stefânia, Josiany e Mariany, por todo apoio e carinho. Ao meu amor João Vitor, pelo apoio e incentivo durante toda trajetória.*

*Dedico.*

## **AGRADECIMENTOS**

Agradeço a Deus, pela existência, por ser meu guia e pelas oportunidades proporcionadas.

Aos meus pais Elisônia e Antônio, por todo apoio, amor, esforço e confiança depositada em mim.

As minhas irmãs Stefânia, Josiany e Mariany pelo companheirismo, amizade, amor e carinho.

Ao meu namorado João Vitor, pela paciência, compreensão, companheirismo, por todo amor e por tornar os meus dias mais felizes.

Ao primo Thenner e ao tio Adalberto por serem minhas inspirações e grandes motivadores da Ciência.

Aos meus amigos de infância e de Viçosa, pelo incentivo, pela compreensão, companheirismo e pela presença de sempre.

À Universidade Federal de Viçosa (UFV) e ao Departamento de Engenharia Agrícola (DEA) pela oportunidade de desenvolver este trabalho.

O presente trabalho foi realizado com apoio da Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior – Brasil (CAPES) – Código de Financiamento 001.

Ao vale da agronomia da Universidade Federal de Viçosa pela concessão dos tubérculos de tiririca.

Ao Professor Evandro de Castro Melo, pela orientação, confiança, pelos ensinamentos e pelas oportunidades concedidas.

Aos professores e pesquisadores Maira Christina Marques Fonseca, Mariane Borges Rodrigues de Ávila, Antônio Jacinto Demuner, Luís César da Silva e Antônio Policarpo Souza Carneiro, pela orientação, pela ajuda e pelos ensinamentos.

À Professora Marília Contin Ventrella pela contribuição e disponibilização do Laboratório.

À Pesquisadora do CPQBA/Unicamp Marta Cristina Teixeira Duarte pelas avaliações antimicrobianas.

À querida Caroline Albuquerque pelo apoio, amizade, pela ajuda na execução dos experimentos, pelos momentos que passamos juntas e por tornar a caminhada mais leve e divertida.

A todos que, de alguma forma, colaboraram com a realização deste trabalho e que torceram por mim.

*“A Universidade não serviria de nada se não deixasse uma profunda marca de ética intelectual e social naqueles que passam por seus claustros.”*  
(P. G. Marañón)

## RESUMO

RIBEIRO, Tatianny Ciriaco, D.Sc., Universidade Federal de Viçosa, outubro de 2024. **Efeito do pré-tratamento com ultrassom associado à secagem na qualidade do óleo essencial de *Cyperus rotundus* e na eficácia antimicrobiana da formulação elaborada.** Orientador: Evandro de Castro Melo. Coorientadores: Antonio Jacinto Demuner, Antonio Policarpo Souza Carneiro, Luis Cesar da Silva, Mariane Borges Rodrigues de Ávila e Maira Christina Marques Fonseca.

Em diversas partes do mundo, os medicamentos fitoterápicos são tradicionalmente empregados para tratar doenças. Entre as espécies utilizadas na medicina tradicional, *Cyperus rotundus* L. destaca-se pelas suas atividades terapêuticas. Uma característica comum das plantas medicinais é a alta perecibilidade devido ao elevado teor de água após a colheita. Por meio da secagem possibilita a conservação do produto, através da redução da atividade da água a valores seguros, nos quais ocorre a interrupção do crescimento de microrganismos e de reações enzimáticas. Entretanto, dependendo do método de secagem, das condições envolvidas e da espécie vegetal, transformações podem ocorrer, potencializando ou não as propriedades medicinais. O pré-tratamento ultrassônico facilita a migração de água nas células e aumenta a taxa de secagem. O presente trabalho encontra-se dividido em três capítulos. O primeiro referiu-se a revisão de literatura sobre as propriedades medicinais da planta e o uso do ultrassom na secagem. O segundo capítulo avaliou-se a influência de diferentes temperaturas de secagem associadas ao pré-tratamento ultrassônico, na cinética de secagem, no rendimento e na composição do óleo essencial extraído de tubérculos coletados. O terceiro capítulo foi analisada a atividade antimicrobiana do óleo essencial e do sabonete líquido à base do óleo extraído de tubérculos de *C. rotundus* cultivados. Os ensaios foram realizados segundo um Delineamento Composto Central Rotacional (DCCR) considerando dois fatores com os seguintes intervalos: duração do banho de ultrassom de 0 a 40 min e temperatura do ar de secagem de 40 a 70 °C. Foram propostos modelos matemáticos para descrever as curvas de secagem. O óleo essencial foi extraído por hidrodestilação e seus constituintes foram identificados por cromatografia gasosa acoplada à espectrometria de massas (GC-MS). Análises histoquímicas de tubérculos frescos foram realizadas utilizando Lugol, azul de Alcian, Safranina, cloreto

férrico, Sudam III, Sudan black B e luz ultravioleta. A atividade antimicrobiana de óleo essencial *C. rotundus* e do sabonete líquido íntimo foi estudada contra *Staphylococcus aureus*, *Staphylococcus epidermidis* e *Candida albicans* usando o método de microdiluição. A concentração inibitória mínima (CIM) e a concentração bactericida mínima (MBC) foram estimadas para cada microrganismo. O tempo de secagem dos tubérculos de *C. rotundus* foi dependente somente da temperatura (efeito linear decrescente). Não foi possível ajustar um modelo para tempo de banho de ultrassom e temperatura de secagem que otimizassem tanto o rendimento do óleo essencial quanto o tempo de secagem dos tubérculos de *C. rotundus*. Nos doze tratamentos de secagem avaliados, em onze os compostos 3,4-dimetil-3-ciclohexen-1-carboxaldeído, óxido de cariofileno e  $\alpha$ -ciperona foram encontrados em maiores concentrações (entre 17,85-25,38%; 17,27-25,26%; 4,95-11,34%, respectivamente). Os melhores resultados foram obtidos nas temperaturas e tempos de banho de ultrassom intermediários, em que ocorreu melhora na qualidade do produto em comparação com os tubérculos frescos (controle). As análises histoquímicas nos tubérculos de *C. rotundus* mostraram a presença de amido, compostos fenólicos e lipídios. O óleo e o sabonete líquido íntimo de *C. rotundus* apresentaram atividade antimicrobiana contra bactérias (*S. aureus* e *S. epidermidis*) e contra a levedura *C. albicans*. O estudo demonstrou que o óleo essencial extraído de *C. rotundus* tem aplicações potenciais para uso nas indústrias cosmética e farmacêutica.

Palavras-chave: tiririca; atividade antibacteriana; atividade antifúngica; planta medicinal; qualidade

## ABSTRACT

RIBEIRO, Tatiany Ciriaco, D.Sc., Universidade Federal de Viçosa, October, 2024. **Effect of ultrasound pretreatment combined with drying on the quality of essential oil from *Cyperus rotundus* and on the antimicrobial efficacy of the developed formulation.** Adviser: Evandro de Castro Melo. Co-advisers: Antonio Jacinto Demuner, Antonio Policarpo Souza Carneiro, Luis Cesar da Silva, Mariane Borges Rodrigues de Ávila and Maira Christina Marques Fonseca.

In various parts of the world, herbal medicines are traditionally used to treat diseases. Among the species used in traditional medicine, *Cyperus rotundus* L. stands out for its therapeutic activities. A common characteristic of medicinal plants is their high perishability due to the high water content after harvest. Drying allows for the preservation of the product by reducing water activity to safe levels, which halts microbial growth and enzymatic reactions. However, depending on the drying method, conditions involved, and the plant species, transformations may occur that can enhance or diminish the medicinal properties. Ultrasonic pretreatment facilitates water migration within cells and increases the drying rate. This work is divided into three chapters. The first chapter covers a literature review on the medicinal properties of the plant and the use of ultrasound in drying. The second chapter evaluates the influence of different drying temperatures combined with ultrasonic pretreatment on the drying kinetics, yield, and composition of essential oil extracted from collected tubers. The third chapter analyzes the antimicrobial activity of the essential oil and liquid soap containing essential oil from cultivated *C. rotundus* tubers. The experiments were conducted following a Central Composite Rotational Design (CCRD), considering two factors with the following ranges: ultrasound bath duration from 0 to 40 minutes and drying air temperature from 40 to 70 °C. Mathematical models were proposed to describe the drying curves. The essential oil was extracted by hydrodistillation, and its constituents were identified using gas chromatography-mass spectrometry (GC-MS). Histochemical analyses of fresh tubers were conducted using Lugol, Alcian blue, Safranin, ferric chloride, Sudan III, Sudan black B, and ultraviolet light. The antimicrobial activity of *C. rotundus* essential oil and intimate liquid soap was tested against *Staphylococcus aureus*, *Staphylococcus epidermidis*, and *Candida albicans* using the microdilution method. The minimum inhibitory

concentration (MIC) and minimum bactericidal concentration (MBC) were estimated for each microorganism. The drying time of *C. rotundus* tubers depended solely on temperature (decreasing linear effect). It was not possible to fit a model for ultrasound bath time and drying temperature that optimized both the essential oil yield and drying time of *C. rotundus* tubers. Among the twelve drying treatments evaluated, eleven showed the compounds 3,4-dimethyl-3-cyclohexene-1-carboxaldehyde, caryophyllene oxide, and  $\alpha$ -cyperone in higher concentrations (ranging from 17.85-25.38%; 17.27-25.26%; 4.95-11.34%, respectively). The best results were obtained at intermediate ultrasound bath durations and temperatures, leading to an improvement in product quality compared to fresh tubers (control). Histochemical analyses of *C. rotundus* tubers revealed the presence of starch, phenolic compounds, and lipids. The essential oil and intimate liquid soap from *C. rotundus* showed antimicrobial activity against bacteria (*S. aureus* and *S. epidermidis*) and the yeast *C. albicans*. The study demonstrated that the essential oil extracted from *C. rotundus* has potential applications in the cosmetic and pharmaceutical industries.

Keywords: nutgrass; antibacterial activity; antifungal activity; medicinal plant ; quality

## **BIOGRAFIA**

TATIANY CIRIACO RIBEIRO, filha de Elisônia Maria da Silva Ribeiro e Antônio Carlos Ribeiro, nasceu em Viçosa, Estado de Minas Gerais, em 12 de abril de 1993.

Em agosto de 2011 iniciou o Curso de Engenharia Química na Universidade Federal de São João del-Rei (UFSJ). De agosto de 2014 a dezembro de 2014, foi monitora da Disciplina Termodinâmica I na mesma Universidade. De agosto de 2015 a maio de 2016, foi bolsista de Iniciação Científica na mesma Universidade.

Em agosto de 2016 graduou-se em Engenharia Química pela UFSJ.

Em março de 2017, iniciou o curso de Mestrado no Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química na Universidade Federal de Viçosa sob orientação do Professor Alexandre Fontes Pereira, na área de Engenharia de Processos. Em maio de 2018 iniciou a vida profissional na empresa Cervejaria Bitencourt LTDA, onde trabalhou até agosto de 2019.

Em fevereiro de 2019 tornou-se mestra em Engenharia Química pela UFV.

Em novembro de 2020, ingressou no Programa de Pós-Graduação em Engenharia Agrícola, em nível de Doutorado, na área de Pré-Processamento e Armazenamento de Produtos Agrícolas, na Universidade Federal de Viçosa, sob orientação do Professor Evandro de Castro Melo, submetendo à defesa de tese em outubro de 2024.

## SUMÁRIO

INTRODUÇÃO GERAL .....	14
REFERÊNCIAS .....	15
<b>Capítulo 1</b> .....	17
RESUMO.....	17
ABSTRACT .....	18
1. Tiririca ( <i>Cyperus rotundus</i> L.) .....	18
<b>1.1 Características gerais</b> .....	20
<b>1.2 Composição química</b> .....	20
<b>1.3 Atividades biológicas</b> .....	21
<b>1.4 Atividade antimicrobiana</b> .....	23
2. Secagem .....	24
<b>2.1 Pré-tratamento com ultrassom: secagem de espécies vegetais e compostos bioativos</b> .....	25
2.1.1 Mecanismo de ação do Ultrassom .....	25
2.1.2 Pré-tratamento Ultrassom: efeitos sobre a secagem e composição química.....	28
3. Microrganismos .....	30
<b>3.1 <i>Candida albicans</i></b> .....	30
<b>3.2 <i>Staphylococcus aureus</i></b> .....	30
<b>3.3 <i>Staphylococcus epidermidis</i></b> .....	31
4. Resistência microbiológica.....	31
<b>4.1 Efeitos adversos dos medicamentos antimicrobianos</b> .....	33
<b>4.2 Utilização de produtos naturais como antimicrobianos</b> .....	35
REFERÊNCIAS .....	36
<b>Capítulo 2</b> .....	45
RESUMO.....	45
ABSTRACT .....	46
1. INTRODUÇÃO.....	46
2. MATERIAIS E MÉTODOS .....	48
<b>2.1 Delineamento experimental e análises estatísticas dos dados</b> .....	48
<b>2.2 Material Vegetal</b> .....	50
2.2.1 Coleta .....	50
2.2.2 Determinação do teor de água dos tubérculos de <i>Cyperus rotundus</i> .....	50

2.3	Tratamento banho de ultrassom.....	51
2.4	Secagem dos tubérculos de <i>Cyperus rotundus</i> .....	51
2.5	Ajuste de modelos matemáticos para secagem dos tubérculos de <i>Cyperus rotundus</i> .....	53
2.6	Extração do óleo essencial.....	54
2.7	Análise qualitativa e quantitativa dos constituintes do óleo essencial.....	56
2.8	Análise histoquímica.....	57
3.	RESULTADOS E DISCUSSÃO.....	58
3.1	Teor inicial de água.....	58
3.2	Cinética de Secagem.....	58
3.3	Otimização do processo de secagem dos tubérculos de <i>Cyperus rotundus</i> .....	67
3.3.1	Tempo de secagem.....	67
3.3.2	Rendimento do óleo essencial.....	72
3.4	Análise quantitativa e qualitativa do óleo essencial dos tubérculos de <i>C. rotundus</i> .....	76
3.5	Histoquímica.....	82
4.	PERSPECTIVAS FUTURAS.....	87
5.	CONCLUSÃO.....	87
	REFERÊNCIAS.....	88
	ANEXOS.....	94
	<b>Capítulo 3</b> .....	99
	RESUMO.....	99
	ABSTRACT.....	100
1.	INTRODUÇÃO.....	100
2.	MATERIAL E MÉTODO.....	103
2.1	Material vegetal.....	103
2.2	Processo de secagem.....	104
2.3	Extração do óleo essencial.....	105
2.4.	Formulação do sabonete líquido utilizando o óleo essencial de <i>C. rotundus</i> .....	105
2.5	Análise qualitativa dos constituintes do óleo essencial.....	106
2.6.	Atividade antimicrobiana do óleo essencial e do sabonete líquido de <i>Cyperus rotundus</i> .....	107
2.6.1	Preparo do inóculo de <i>Candida albicans</i> .....	107

2.6.2	Preparo do inóculo de <i>Staphylococcus aureus</i> e <i>Staphylococcus epidermidis</i> .....	108
2.6.3	Teste de concentração inibitória mínima (MIC).....	108
2.6.4	Concentração fungicida mínima (MFC) e Concentração bactericida mínima (MBC).....	109
3.	RESULTADOS E DISCUSSÃO.....	110
3.1	<b>Teor inicial de água</b> .....	110
3.2	<b>Composição química do óleo essencial</b> .....	110
3.3	<b>Atividade antimicrobiana</b> .....	111
4.	CONCLUSÃO.....	116
	REFERÊNCIAS.....	116
	ANEXO.....	123

## INTRODUÇÃO GERAL

As infecções causadas por bactérias e fungos são vistas como uma séria ameaça à saúde pública, especialmente devido à capacidade desses microrganismos de desenvolver ou adaptar resistência aos antimicrobianos. O uso excessivo e indiscriminado de antibióticos tem contribuído para a seleção de bactérias multirresistentes, representando um preocupante problema de saúde global (LANGFORD et al., 2020).

Infecções fúngicas oportunistas podem afetar a pele, mucosas e causar infecções sistêmicas (Talapko, et al., 2021), sendo a *Candida albicans* a espécie mais comum, responsável por cerca de 70% das infecções fúngicas no mundo (Morad et al., 2018). Essas infecções podem ser tratadas com três classes de medicamentos: azóis, polienos e equinocandinas (Guo et al., 2012; Wijnants, Vreys e Van Dijck, 2021). Entretanto, o uso prolongado desses antifúngicos pode levar à resistência de *C. albicans* (Zhao et al., 2019), além de os azóis causarem efeitos colaterais como toxicidade hepática, intolerância gastrointestinal e supressão adrenal (Wu et al., 2004).

Uma opção promissora aos medicamentos tradicionais é o uso de compostos bioativos de plantas em novas formulações antifúngicas, já que oferecem maior acessibilidade e eficácia (Ng'uni et al., 2022).

Entre as espécies relatadas na literatura, *Cyperus rotundus* tem sido estudada e considerada medicinal por suas propriedades antifúngicas e antibacterianas (Eltayeib e Ismaeel, 2014). *C. rotundus* é uma planta espontânea presente em regiões tropicais e subtropicais, encontrada na Índia, África, Tunísia, Brasil e outros países (Kandikattu et al., 2021).

As plantas medicinais são altamente perecíveis devido ao elevado teor de água após a colheita, tornando a secagem uma etapa essencial no tratamento pós-colheita, pois reduz o teor de água, inibindo o crescimento microbiano e as reações enzimáticas (Mujumdar, 2015; Rocha, Melo e Radünz, 2011; Pandiselvam et al., 2023).

Na secagem de plantas medicinais, altas temperaturas podem degradar princípios ativos sensíveis ao calor (Argyropoulos e Müller, 2014; Jin et al., 2018; Mujumdar e Law, 2010), como óleos essenciais, enquanto temperaturas mais baixas prolongam o processo, podendo comprometer a qualidade fitoquímica e aumentar o consumo de energia (Mujumdar, 2015).

Uma tecnologia promissora é a secagem com pré-tratamento ultrassônico, que provoca rápida compressão e a expansão “efeito esponja” do tecido celular, resultando na formação de "microcanais" dentro do material (Zhang et al., 2023; Cárcel et al. 2012; Chemat e Zill-e-Huma Khan, 2011). Esse processo facilita a migração de água nas células, aumentando a taxa de secagem (Zhang et al., 2023).

Portanto, o desenvolvimento de novos produtos contendo compostos bioativos de plantas em sua formulação compostos é promissor no tratamento antimicrobiano. Para obter produtos de qualidade, pesquisas investigando o efeito da utilização do ultrassom como pré-tratamento na secagem de plantas medicinais ainda são incipientes, e não há relatos na literatura atual sobre os efeitos desse método na secagem da espécie *C. rotundus*.

Neste contexto, este trabalho está organizado em três capítulos. O primeiro capítulo apresenta uma revisão da literatura sobre as propriedades da planta e a aplicação do ultrassom no processo de secagem. O segundo capítulo, foi investigada a influência de diferentes temperaturas de secagem combinadas com o pré-tratamento ultrassônico na cinética de secagem, no rendimento e na composição do óleo essencial. O terceiro capítulo aborda a análise da atividade antimicrobiana do óleo essencial e do sabonete líquido enriquecido com o óleo essencial extraído dos tubérculos de *C. rotundus*.

## REFERÊNCIAS

ARGYROPOULOS, D.; MÜLLER, J. Changes of essential oil content and composition during convective drying of lemon balm (*Melissa officinalis* L.). **Industrial Crops and Products**, v. 52, p. 118-124, 2014.

CÁRCEL, J. A. et al. Food process innovation through new technologies: Use of ultrasound. **Journal of Food Engineering**, v. 110, n. 2, p. 200-207, 2012.

CHEMAT, F., Zill-e-Huma, Khan, M.K. Applications of ultrasound in food technology: Processing, preservation and extraction. **Ultrasonics sonochemistry**, v. 18, n. 4, p. 813-835, 2011.

ELTAYEIB, A. A.; ISMAEEL, H. U. Extraction of *Cyperus rotundus* rhizomes oil, identification of chemical constituents and evaluation of antimicrobial activity of the oil in North Kordofan State. **Int J Adv Res Chem Sci**, v. 1, n. 9, p. 18-29, 2014.

GUO, QL. et al. Comparative study on the effects of two antifungal drugs against *Candida albicans* by microcalorimetry and transmission electron microscopy. **Thermochimica acta**, v. 543, p. 82-87, 2012.

JIN, W. et al. Novel drying techniques for spices and herbs: A review. **Food Engineering Reviews**, v. 10, p. 34-45, 2018.

KANDIKATTU, H. K. et al. A review on *Cyperus rotundus*: ancient weed to modern elixir of life phytochemistry and therapeutic uses of *Cyperus rotundus* (Mustaka). **Pharmaceutical and Biomedical Research**, 2021.

MORAD, H. O. J. et al. Pre-clinical imaging of invasive candidiasis using immunoPET/MR. **Frontiers in microbiology**, v. 9, p. 1996, 2018.

LANGFORD, B. J. et al. Bacterial co-infection and secondary infection in patients with COVID-19: a living rapid review and meta-analysis. **Clinical microbiology and infection**, v. 26, n. 12, p. 1622-1629, 2020.

MUJUMDAR, A. S. **Handbook of industrial drying**. CRC press, 2015.

MUJUMDAR, A. S.; LAW, C. L. Drying technology: Trends and applications in postharvest processing. **Food and Bioprocess Technology**, v. 3, n. 6, p. 843-852, 2010.

NG'UNI, T; L. et al. Evaluation of synergistic anticandidal activity of Galenia africana extract and fluconazole against *Candida albicans* and *Candida glabrata*. **Journal of Herbal Medicine**, p. 100503, 2022.

PANDISELVAM, R. et al. Individual and interactive effect of ultrasound pre-treatment on drying kinetics and biochemical qualities of food: A critical review. **Ultrasonics sonochemistry**, v. 92, p. 106261, 2023.

ROCHA, R. P.; MELO, Ed C.; RADÜNZ, L. L. Influence of drying process on the quality of medicinal plants: A review. **Journal of Medicinal Plants Research**, v. 5, n. 33, p. 7076-7084, 2011.

TALAPKO, J. et al. *Candida albicans*—the virulence factors and clinical manifestations of infection. **Journal of Fungi**, v. 7, n. 2, p. 79, 2021.

WIJNANTS, S.; VREYS, J.; VAN DIJCK, P. Interesting antifungal drug targets in the central metabolism of *Candida albicans*. **Trends in Pharmacological Sciences**, v. 43, n. 1, p. 69-79, 2021.

WU, J. J. et al. Therapy of systemic fungal infections. **Dermatologic therapy**, v. 17, n. 6, p. 532-538, 2004.

ZHANG, D. et al. Ultrasonic assisted far infrared drying characteristics and energy consumption of ginger slices. **Ultrasonics Sonochemistry**, v. 92, p. 106287, 2023.

ZHAO, L. et al. Combating fluconazole-resistant fungi with novel  $\beta$ -azole-phenylacetone derivatives. **European journal of medicinal chemistry**, v. 183, p. 111689, 2019.

## Capítulo 1

### USO DE ULTRASSOM COMO PRÉ-TRATAMENTO NA SECAGEM E UTILIZAÇÃO DE *Cyperus rotundus* L. COMO COMPOSTO BIOATIVO COM POTENCIAL ANTIFÚNGICO: REVISÃO DE LITERATURA

#### RESUMO

Apesar das reconhecidas propriedades terapêuticas dos compostos bioativos presentes em *Cyperus rotundus* L., a secagem é uma operação recomendada para garantir a preservação da qualidade dos materiais vegetais. No entanto, devido às variações no teor de água, composição química e características morfológicas desses materiais, a otimização dos métodos e parâmetros de secagem se torna fundamental. A adaptação específica dos processos de secagem para cada espécie é uma estratégia essencial para a obtenção de biomassa seca com alto valor comercial. Essa abordagem permite manter a integridade dos compostos bioativos e maximizar o rendimento, atendendo às exigências de indústrias que utilizam esses materiais em produtos farmacêuticos e cosméticos. As ondas ultrassônicas podem aumentar a disponibilidade de energia e acelerar os processos de transferência de massa no produto, preservando os principais atributos qualitativos sem elevar significativamente a temperatura do ar de secagem. Portanto, essa revisão teve como objetivo elucidar o potencial antifúngico dos compostos bioativos de *C. rotundus*. Além disso, abordou o uso do pré-tratamento com ultrassom na secagem dessa planta, explorando mecanismos de ação e principais efeitos no processo de dessecamento e na composição química dos materiais.

**Palavras-chave:** Planta medicinal, Secagem, Ultrassom, Antifúngico.

## USE OF ULTRASOUND AS PRE-TREATMENT IN THE DRYING AND APPLICATION OF *Cyperus rotundus* L. AS A BIOACTIVE COMPOUND WITH ANTIFUNGAL POTENTIAL: A REVIEW

### ABSTRACT

Despite the recognized therapeutic properties of the bioactive compounds present in *Cyperus rotundus* L., drying is a recommended process to ensure the preservation of the quality of plant materials. However, due to variations in water content, chemical composition, and morphological characteristics of these materials, optimizing drying methods and parameters becomes essential. Specific adaptation of drying processes for each species is a crucial strategy for obtaining high-commercial-value dry biomass. This approach helps to maintain the integrity of bioactive compounds and maximize yield, meeting the demands of industries that use these materials in pharmaceutical and cosmetic products. Ultrasonic waves can increase energy availability and accelerate mass transfer processes in the product, preserving key qualitative attributes without significantly raising the drying air temperature. Therefore, this review aimed to elucidate the antifungal potential of the bioactive compounds of *C. rotundus*. Additionally, it addressed the use of ultrasound pretreatment in drying this plant, exploring mechanisms of action and main effects on the desorption process and chemical composition of the materials.

**Keywords:** Medicinal plants, Drying, Ultrasound, Antifungal.

### 1. Tiririca (*Cyperus rotundus* L.)

#### 1.1 Características gerais

*Cyperus rotundus* (Figura 1), pertencente à família Cyperaceae, é uma espécie nativa da Índia e amplamente disseminada em diversas regiões da África, América, Ásia e Europa (Bezerra e Pinheiro, 2022). Essa espécie é um desafio significativo para a agricultura devido ao seu crescimento rápido, competitividade por nutrientes do solo, resistência a herbicidas e alta adaptabilidade, resultando em grandes perdas de produtividade (Dhar et al., 2017). *C. rotundus* possui um ciclo de vida perene, com plantas que variam de 7 a 40 cm de altura e produzem rizomas e tubérculos com propriedades medicinais

valiosas (Peerzada, 2017; Shakerin et al., 2020; Hussein et al., 2021). A planta é composta por folhas lineares e inflorescências que contêm entre 2 a 10 espiguetas estreitas e planas (Ross, 2003). Seu sistema caulinar subterrâneo inclui tubérculos, bulbos e rizomas, permitindo sua propagação mesmo em condições ambientais adversas (Dhar et al., 2017).

**Figura 1-** *Cyperus rotundus* L.. (A) Planta área; B) Inflorescência.



Fonte: Bezerra e Pinheiro (2022).

Os tubérculos de *Cyperus rotundus* variam de forma, indo de redondos a ovais, com uma coloração externa marrom e o interior branco-avermelhado, além de uma fragrância característica. Eles medem aproximadamente 1 a 3,5 cm de comprimento (Dhar et al., 2017; Al-Snafi, 2016; Peerzada et al., 2015), podem persistir no solo por 3 a 4 anos e permanecer viáveis por até 10 anos (Dhar et al., 2017).

Os caules de *C. rotundus* são triangulares em seção transversal, lisos e eretos, enquanto suas folhas nascem na base da planta e estão dispostas em grupos de três ao longo do caule (Al-Snafi, 2016).

As flores dessa espécie crescem em espigas (inflorescências) nas extremidades dos caules, geralmente com duas a quatro brácteas e compostas por pequenas flores de cor roxa a marrom-avermelhada, com três carpelos resistentes e três estigmas fixados a um caule não ramificado, ereto, triangular e verde-escuro (Peerzada et al., 2015).

## 1.2 Composição química

*C. rotundus* contém diversos compostos químicos em suas partes, que são os componentes ativos responsáveis por suas propriedades biológicas e terapêuticas. Esses compostos podem ser divididos em grupos voláteis e não voláteis. Os óleos essenciais são a principal fonte dos metabólitos secundários voláteis bioativos de *C. rotundus*, e a composição inclui aldeídos monoterpênicos, ésteres monoterpênicos, hidrocarbonetos monoterpênicos, cetonas monoterpênicas, derivados monoterpênicos oxigenados, derivados sesquiterpênicos oxigenados, aldeídos sesquiterpênicos, epóxidos sesquiterpênicos, hidrocarbonetos sesquiterpênicos e cetonas sesquiterpênicas (Dhar et al., 2017; Peerzada et al., 2015). Entre os fitoquímicos não voláteis presentes nesta planta, destacam-se os flavonoides, cromonas, alcaloides, ácidos fenólicos, taninos, glicosídeos e furocromonas, entre outros (Dhar et al., 2017; Bezerra e Pinheiro, 2022).

Grandes variações na composição fitoquímica de *C. rotundus* têm sido relatadas em relação às partes selecionadas da planta, aos métodos de extração, às localizações fitogeográficas e às diferenças sazonais (Hu et al., 2017). Diante disso, a seguir são apresentados alguns estudos sobre a composição química de extratos e óleos essenciais de *C. rotundus*.

De acordo com a literatura, os compostos dos óleos essenciais de *C. rotundus* em diferentes regiões da Ásia foram classificados em quatro quimiotipos: H, K, M e O (Lawal e Oyedeji, 2009). O quimiotipo H, encontrado no Japão, continha  $\alpha$ -ciperona (36,6%),  $\beta$ -selineno (18,5%), ciperol (7,4%) e cariofileno (6,2%). O quimiotipo M, presente na China, Hong Kong, Japão, Taiwan e Vietnã, incluía  $\alpha$ -ciperona (30,7%), ciperotundona (19,4%),  $\beta$ -selineno (17,8%), cipereno (7,2%) e ciperol (5,6%). O quimiotipo O, identificado no Japão, Taiwan, Tailândia, Havaí e Filipinas, era caracterizado por cipereno (30,8%), ciperotundona (13,1%) e  $\beta$ -elemeno (5,2%). Além disso, no Havaí, o tipo O continha principalmente ciperotundona (25,0%) e cipereno (20,7%). O quimiotipo K, também do Havaí, tinha como principais compostos cipereno (28,7%), ciperotundona (8,8%), acetato de patchoulenila (8,0%) e acetato de sugeonila (6,9%) (Komai e Tang, 1989; Komai et al., 1994).

Outro estudo realizado por Janaki et al. (2018) sobre o óleo essencial extraído dos rizomas de *C. rotundus*, identificaram a presença de 72 constituintes

através da análise de cromatografia gasosa (GC-MS). Os sesquiterpenos foram os principais componentes, representando 74,53% da composição total, com destaque para elemenona (13,59%),  $\alpha$ -ciperona (13,41%) e óxido de cariofileno (13,03%). Além disso, os monoterpenos constituíram 15,06% do óleo essencial.

Hu et al. (2017) analisaram a composição química do óleo essencial dos rizomas de *C. rotundus* extraído por hidrodestilação. Esses pesquisadores identificaram 30 componentes, que correspondem a 94,7% do valor total. Entre os principais componentes estavam  $\alpha$ -ciperona (38,46%), cipereno (12,84%) e  $\alpha$ -selineno (11,66%), seguidos por óxido de  $\beta$ -cariofileno (4,33%), (d)-limoneno (3,62%),  $\alpha$ -calacoreno (3,14%) e  $\gamma$ -muuroleno (3,13%).

Em uma análise regional, Jirovetz et al. (2004) investigaram a composição do óleo essencial de raízes e tubérculos de *C. rotundus* originários do sul da Índia. Os principais compostos encontrados foram  $\alpha$ -copaeno (11,4%), valerenal (9,8%), óxido de cariofileno (9,7%), cipereno (8,4%), nootkatona (6,7%) e trans-pinocarveol (5,2%).

Em outra investigação, Zoghbi et al. (2008) estudaram os óleos essenciais dos tubérculos de *C. rotundus* cultivados no estado do Pará. O óleo de *C. rotundus* foi caracterizado por altos teores de  $\alpha$ -ciperona (22,8%) e ciperotundona (12,1%). Os autores observaram semelhanças e diferenças em comparação a dados de outros estudos sobre *C. rotundus* coletados em diversas regiões geográficas. O elevado teor de  $\alpha$ -ciperona e ciperotundona, juntamente com os baixos teores de cipereno e  $\beta$ -selineno, indicaram um novo padrão químico diferente dos tipos anteriormente relatados.

Além dos estudos com óleos essenciais, extratos de acetato de etila e metanol de *C. rotundus*, obtidos por extração soxhlet, revelou a presença de quantidades variadas de flavonoides, cumarinas e taninos (Kilani-Jaziri et al., 2011). Outra a pesquisa realizada por Kandikattu et al. (2015), identificaram oito compostos fenólicos nos extratos de *C. rotundus*, incluindo rotundine B, (-)-eudesma-2,4(15)-11-trieno, cyperusol D, gama-calacoreno, 4,7-dimetil-1-tetralona, (+)-beta-rotunol, isocorymbolone e 4,6,3',4'-tetrametoxaurona.

### 1.3 Atividades biológicas

Na Tabela 1, a seguir, são relacionados estudos sobre o uso de *C. rotundus* na medicina tradicional com a parte da planta utilizada e as suas atribuições terapêuticas.

**Tabela 1-** Indicações de uso de *Cyperus rotundus* na medicina tradicional.

<b>Parte usada</b>	<b>Modo de preparo</b>	<b>Uso medicinal</b>	<b>País</b>	<b>Referências</b>
Planta inteira, tubérculos	-	Dispepsia, vômito, cólera, febre, inflamação	Paquistão	Qureshi et al. (2008)
Caules	Decocção	Diurético, inflamação	Brasil	Borges e Bautista (2010)
Planta inteira	Decocção	Febre da malária	Índia	Singh e Singh (2009)
Tubérculos	-	Febre, vômito, tosse, dispepsia	Índia	Nanadagopalan et al. (2015)
Rizomas	-	Menstruação irregular, dismenorrea, dispepsia, diarreia, vômito	Índia	Ganesan e Xu (2017)
Rizomas, raízes, folhas	Infusão, decocção, pó	Diurético, vermífugo, dermatite, dor de estômago	Paquistão	Umair et al. (2017)
Tubérculos	-	Doenças estomacais, anti-helmínticas	Índia	Ramanathan et al. (2014)
Rizomas	Decocção em pó	Carminativo, febrífugo, hepatoprotetor, diurético, antipirético, analgésico, hanseníase	Índia	Sivasankari et al. (2014)
Tubérculos	-	Contaminação microbiana, anti-helmíntico, diurético	Índia	Singh (2016)
Rizomas	-	Febre, diarreia, doenças do sangue, cólera, diurético	Paquistão	Hussain et al. (2010)
Rizomas	-	Menstruação irregular, diarreia, vômito, diurético, anti-helmíntico,	Paquistão	Amjad et al. (2015)
Tubérculos	-	Ferimentos	Brasil	Fenner et al. (2006)
Planta inteira	Chá	Menstruação irregular	Brasil	Staniski et al. (2014)
Raízes	Chá	Doenças associadas ao sangue e órgãos hematopoiéticos	Brasil	De Moraes Rego et al. (2016)
Raízes	Extração	Ferimentos	Índia	Datta et al. (2014)
Planta inteira	Decocção	Disenteria	Índia	Sahu et al. (2011)
Rizomas	Decocção	Insolação	Índia	Roy e Janbandhu (2020)
Rizomas	Decocção	Picada de cobra	Índia	Samy et al. (2008)
Raízes	Pó, extrato	Tônico para o cérebro, hemorroidas, queda de cabelo, tônico digestivo, tônico para o coração, cólera, dor muscular	Paquistão	Yaseen et al. (2015)
Planta inteira, raízes, folhas	Extrato, decocção, óleo	Tosse	Paquistão	Kayani et al. (2014)
Raízes	Maceração	Problemas de memória	Brasil	De Barros et al. (2007)
Raízes	Decocção	Anti-inflamatório, anti-infeccioso	Brasil	Duarte et al. (2007)
Rizomas	Extração	Febre, diarreia, doença do sangue	Nepal	Burlakoti e Kunwar (2008)
Raízes	Decocção	Infertilidade feminina	China	Li e Xing (2016)
Raízes	-	Paralisia	Bangladesh	Uddin et al. (2006)
Raízes	-	Problemas de memória	Irã	Amiri e Joharchi (2013)

Fonte: Adaptado de Bezerra e Pinheiro (2022).

#### 1.4 Atividade antimicrobiana

El-Gohary (2004), em um estudo com óleos extraídos por hidrodestilação dos tubérculos de *C. rotundus*, observaram que o óleo essencial foi significativamente ativo contra microrganismos Gram-positivos (como *Staphylococcus aureus* e *Streptococcus species*), moderadamente ativo contra *Sarcina lutea*, *Bacillus subtilis* e fungos (espécies de *Candida*). No entanto, o óleo não mostrou efeito contra microrganismos Gram-negativos.

Kilani et al. (2005) identificaram no óleo essencial dos tubérculos de *C. rotundus* obtido por destilação a vapor, 33 compostos. A atividade antibacteriana do óleo foi mais eficaz contra bactérias Gram-positivas, especialmente *Staphylococcus aureus*, do que contra bactérias Gram-negativas. Os autores relataram que o óleo não apresentou atividade contra *Escherichia coli* e *Salmonella enteritidis*. Eles concluíram que os terpenoides hidrocarbonetos presentes no óleo de *C. rotundus* são mais ativos contra bactérias Gram-positivas, enquanto as bactérias Gram-negativas, devido à presença de lipopolissacarídeos na parede celular, dificultam a penetração do óleo. Além disso, o óleo essencial apresentou atividade antibacteriana contra organismos de interesse médico, como *Staphylococcus*, *Enterococcus* e *Salmonella*.

Eltayeib e Ismaeel (2014) relataram a atividade antimicrobiana dos óleos essenciais de *C. rotundus* contra *S. aureus*, *Bacillus subtilis*, *Pseudomonas aeruginosa*, *E. coli*, *C. albicans* e *Aspergillus niger*. De forma semelhante, a eficácia antimicrobiana do extrato etanólico de *C. rotundus* foi demonstrada contra *A. niger*, *E. coli* e *S. aureus* por Adeniyi et al. (2014).

De acordo com Dell e McComb (1987), alguns monoterpenos e sesquiterpenos, como mirceno, canfeno,  $\alpha$ -pineno e longifoleno, retardam o crescimento de fungos decompositores. Diversos estudos atribuem a atividade antimicrobiana dos óleos essenciais aos compostos terpenoides e fenólicos presentes (Zunino et al., 1997; Dorman e Deans, 2000; Burt, 2004). Outros autores sugeriram que os principais componentes fenólicos dos óleos essenciais, como o carvacrol, possuem potente atividade antifúngica (Chami et al., 2004).

Harris (2002), em seu estudo, constatou que óleos essenciais ricos em componentes como citral (mistura isomérica de neral e geranial), citronelal, cinamaldeído, cumaldeído e fenóis (timol, carvacrol e eugenol) possuem

propriedades antifúngicas. Os autores destacaram que álcoois primários como geraniol e citrionelol apresentam excelente atividade antifúngica sem risco de irritação.

Em estudo sobre as atividades antifúngicas dos terpenos 1,8-cineol, limoneno, mentol,  $\alpha$ -pineno e timol, todos inibiram *C. albicans* (Demo et al., 2001). Além disso, álcoois terpênicos como o linalol exibem forte atividade antimicrobiana, especialmente em células bacterianas ou fúngicas, enquanto derivados de hidrocarbonetos possuem propriedades antifúngicas mais fracas, devido à baixa solubilidade em água que limita a difusão através da bicamada fosfolipídica das membranas celulares (De Las Mercedes Oliva et al., 2013). Skaltsa et al. (2003) atribuíram maior potencial antifúngico aos terpenos oxigenados.

Algumas pesquisas relataram que a inserção de terpenos de óleos essenciais interrompe o empacotamento de lipídios, induzindo alterações na fluidez da bicamada que afetam a permeabilidade celular (Harris, 2002; Hammer, Carson e Riley, 2004; De Las Mercedes Oliva et al., 2013).

## **2. Secagem**

A secagem é uma etapa crucial no processamento de produtos agrícolas após a colheita (Rocha, Melo e Radünz, 2011). Esse processo visa preservar o produto, reduzindo o teor de água a níveis que inibem ou retardam o crescimento de microrganismos e as reações enzimáticas (Mujumdar e Law, 2010; Park et al., 2014; Mujumdar, 2015).

Os compostos voláteis oriundos de plantas medicinais e aromáticas são especialmente vulneráveis ao processo de secagem (Melo, Radünz e Melo et al., 2004). Estudos sobre o impacto na composição e rendimento dos óleos essenciais revelam que as variações nas concentrações dos componentes são influenciadas por diversos fatores, que incluem características intrínsecas como a espécie e variedade da planta, bem como os extrínsecos tipo e umidade do solo, condições climáticas, intensidade e qualidade da luz, estágio de desenvolvimento da planta, e as condições e métodos de secagem, como temperatura do ar, velocidade de secagem, taxa de secagem e tempo de exposição (Ilić et al., 2022; Zeljković et al., 2020).

A condição do ar durante a secagem tem um impacto significativo na qualidade do produto. Secar a altas temperaturas pode acelerar o processo, mas

pode comprometer a qualidade do produto, causando danos térmicos à superfície e aumentando o consumo de energia. Em contraste, condições de secagem mais suaves com temperaturas mais baixas podem resultar em produto de qualidade, mas também reduzir a taxa de secagem, prolongando o tempo necessário (Kumar et al., 2014). A taxa de secagem, que é a rapidez com que a água é removida do produto, é crucial; um processo muito rápido pode degradar os princípios ativos, enquanto um processo muito lento pode favorecer o crescimento de microrganismos indesejáveis (Melo, Radünz e Melo et al., 2004).

A variabilidade genética dentro de uma espécie, bem como fatores como condições ambientais, épocas de colheita, práticas de cultivo, tipo de solo e partes da planta analisadas, podem afetar o teor e a composição química dos óleos essenciais (Martins et al., 2006). Eltayeib e Ismaeel (2014) estudaram o óleo essencial de rizomas de *Cyperus rotundus* coletados em diferentes localidades no estado de Cordofão do Norte, no Sudão (Elrahad (A), Elobeid (B) e Bano (C)). Os resultados indicaram que a porcentagem de óleo, a composição química e o efeito antimicrobiano variam conforme a localização da planta. As diferenças na composição do óleo essencial observadas em *C. rotundus* no Sudão comparadas com outras regiões podem ser atribuídas a fatores como tipo de solo, precipitação, estado nutricional das plantas e condições ambientais e climáticas. Essas variações evidenciam a diversidade química existente dentro da espécie.

Portanto, para obter material vegetal seco e óleos essenciais de alta qualidade, é necessário utilizar técnicas de cultivo, colheita e pós-colheita adequados além de escolher um método de secagem apropriado, e desenvolver um protocolo de secagem para cada tipo de planta, levando em conta as características físicas e químicas.

## **2.1 Pré-tratamento com ultrassom: secagem de espécies vegetais e compostos bioativos**

### **2.1.1 Mecanismo de ação do Ultrassom**

A tecnologia de ultrassom tem sido aplicada com sucesso em diversos processos, como extração, secagem, desidratação osmótica, hidratação e dessalinização (Miano, Ibarz e Augusto, 2016). Esse método utiliza ondas mecânicas com frequências acima do limite da audição humana (> 20 kHz)

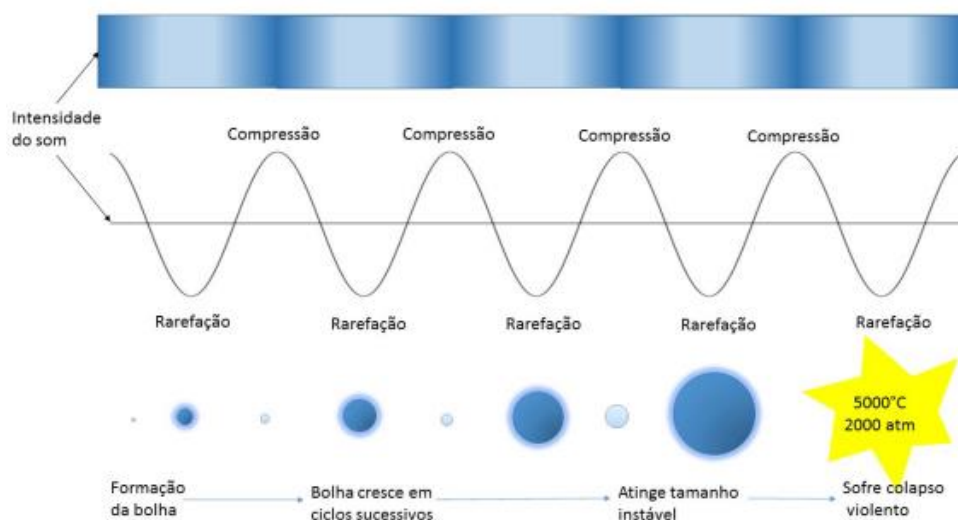
(Dibagar e Amiri Chayjan, 2019). Essas ondas propagam-se através da superfície do material a uma velocidade que depende da natureza do material e da onda (Ashokkumar et al., 2008). A eficiência da transferência de massa por meio do ultrassom pode ser atribuída a diferentes mecanismos, que são classificados em efeitos diretos e indiretos do ultrassom.

Os efeitos diretos envolvem o "efeito esponja" e o fluxo inercial. À medida que as ondas ultrassônicas atravessam o produto, causam alternância rápida entre compressão e expansão da matriz do tecido, semelhante ao comportamento de uma esponja que é comprimida e liberada repetidamente (De La Fuente-Blanco et al., 2006; Mulet et al., 2003; Yao, Zhang e Liu, 2009). Esse processo cria microcanais e poros, facilitando a transferência de massa e promovendo o fluxo de massa através do bombeamento de água para a superfície do produto, o que facilita a remoção durante a secagem (Miano, Ibarz e Augusto et al., 2016).

O efeito indireto está associado à cavitação acústica, que ocorre quando as ondas de ultrassom interagem com a água presente dentro ou fora das células do produto. Esse fenômeno causa a ruptura de células e tecidos, formando cavidades e microcanais que reduzem a resistência interna ao fluxo de massa, acelerando a evaporação da água durante a secagem. A presença desses microcanais é considerada um dos principais efeitos da tecnologia de ultrassom para aumentar a transferência de massa no processamento de produtos (Garcia-Noguera et al., 2010; Patero e Augusto, 2015; Miano, Ibarz e Augusto et al., 2016). A Figura 2 demonstra a formação e o colapso das bolhas geradas pela aplicação de ondas ultrassônicas.

Os mecanismos envolvidos no tratamento por ultrassom podem provocar efeitos físicos e químicos com diversas aplicações industriais (Soria e Villamiel, 2010). Entre as forças físicas resultantes do ultrassom, estão a agitação mecânica, microjatos, forças de cisalhamento, microextração, pontos quentes e ondas de choque, que têm sido empregadas efetivamente em processos como emulsificação e extração (Ashokkumar, 2015). O ambiente de alta temperatura gerado nas bolhas de cavitação resulta em diversas reações químicas, incluindo a formação de radicais altamente reativos (Zhang et al., 2006; Drakopoulou et al., 2009; Yusof e Ashokkumar, 2013; Ashokkumar, 2015).

**Figura 2.** Formação e colapso das bolhas devido aplicação de ondas Ultrassônicas.



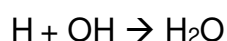
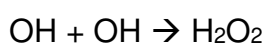
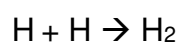
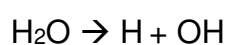
Fonte: Adaptada de Leonelli e Mason (2010).

Dependendo da aplicação, pode-se utilizar seletivamente os efeitos físicos, químicos ou ambos os resultantes da cavitação acústica. Processos como extração e emulsificação, por exemplo, aproveitam principalmente as forças físicas geradas (Balachandran et al., 2006; Kentish et al., 2008). Por outro lado, a produção de nanomateriais e a degradação de poluentes orgânicos em solução aquosa utilizam radicais redutores ou oxidantes (Ashokkumar, 2015). Em processos específicos como polimerização por emulsão e esfoliação de folhas de grafeno, são necessários tanto efeitos físicos quanto químicos (Zhang et al., 2009; Vinodgopal et al., 2010). No caso da polimerização, as forças físicas ajudam a gerar gotículas do monômero na fase aquosa, enquanto os radicais são essenciais para a polimerização do monômero (Zhang et al., 2009; Ashokkumar, 2015). Da mesma forma, a esfoliação do óxido de grafeno requer cisalhamento, e a redução do óxido de grafeno é facilitada pelos radicais redutores gerados durante a cavitação acústica (Vinodgopal et al., 2010).

As modificações físicas nos materiais causadas pelo ultrassom resultam das forças de cisalhamento associadas ao colapso das bolhas, que estão ligadas a ondas de choque de pressão, microjatos líquidos e transmissão acústica (Leong et al., 2017). A transmissão acústica refere-se à propagação de distúrbios no fluido devido à oscilação provocada pelo crescimento das bolhas, gerando

forças de cisalhamento ao redor das bolhas. O colapso assimétrico e rápido das bolhas durante a cavitação resulta na emissão unidirecional de microjatos líquidos de alta velocidade no fluido adjacente. As ondas de choque geradas pelo colapso das bolhas se propagam radialmente no fluido, o que pode aumentar as taxas de transferência de massa e melhorar a eficiência das reações (Leong et al., 2017).

A cavitação acústica em meio aquoso pode gerar radicais livres como  $H^+$  e  $OH^-$  através da quebra das moléculas de água, que, por sua vez, podem se recombinar para formar novos produtos moleculares (Kentish e Ashokkumar, 2010).



Esses radicais produzidos podem afetar a qualidade de algumas substâncias alimentares e ser usados para melhorar a funcionalidade de ingredientes alimentares selecionados (Ashokkumar et al., 2008). A atividade dos antioxidantes nos sistemas alimentares e biológicos é dependente do grau de hidroxilação (Soria e Villamiel, 2010). Na técnica de ultrassom, a formação de radicais é considerada uma desvantagem para a preservação da bioatividade de compostos das plantas como os fenóis (Soria e Villamiel, 2010). Todavia, os radicais podem aumentar a atividade antioxidante de outros componentes, como os flavonoides (Ashokkumar et al., 2008). É importante ressaltar que para aquelas aplicações em que os radicais  $OH^-$  afetam adversamente a integridade dos constituintes de interesse, é recomendado o ultrassom de baixa frequência. Isso ocorre porque tanto a cavitação estável quanto um aumento no número de bolhas ativas podem aumentar a quantidade de radicais gerados em alta frequência de ultrassom (Ashokkumar et al., 2008).

### **2.1.2 Pré-tratamento com ultrassom: efeitos sobre a secagem e composição química do óleo**

O uso de ultrassom no pré-tratamento ou na secagem assistida por essa tecnologia tem se mostrado benéfico devido à capacidade de otimizar a transferência de massa, resultando em menores tempos de secagem e consumo

energético. Ashokkumar et al. (2008) observaram que a sonicação do fenol promove a hidroxilação em várias posições, sugerindo que os radicais hidroxila gerados podem aumentar as propriedades antioxidantes de flavonoides e outras moléculas antioxidantes presentes em alimentos. Além disso, a hidroxilação de compostos fenólicos é útil em sistemas biológicos, com os ácidos fenólicos atuando como antioxidantes ao capturar radicais livres e interromper cadeias reativas.

Chemat et al. (2004) investigaram o impacto do ultrassom na emulsificação e processamento de óleos vegetais, como girassol, oliva e soja, e encontraram alterações negativas significativas na composição devido à oxidação causada pelo tratamento ultrassônico. Zhang et al. (2017) relataram que o pré-tratamento com ultrassom de alta intensidade reduziu o tempo de secagem dos cogumelos em 9,5% e melhorou a qualidade nutricional em comparação com produtos não tratados. No entanto, um pré-tratamento excessivo pode levar a perdas de nutrientes (Kek, Chin e Yusof, 2013; Stojanovic e Silva, 2007).

Sledz et al. (2016) estudaram o efeito do pré-tratamento ultrassônico em frequências de 21 e 35 kHz nos tempos de 20 e 30 minutos sobre a secagem e qualidade das folhas de salsa. Eles observaram uma redução significativa no tempo de secagem, com a frequência de 21 kHz sendo recomendada para preservar o conteúdo fenólico e a cor das folhas. Em um estudo adicional, Sledz et al. (2015) demonstraram que o ultrassom reduziu o tempo de secagem em até 20% e o consumo de energia em até 26,2%, melhorando a retenção da cor e o teor de luteína.

Apesar dos benefícios da tecnologia ultrassônica, podem ocorrer perdas de nutrientes devido à oxidação e degradação celular. A otimização das condições de ultrassom, como frequência, potência e tempo de exposição, deve ser ajustada para cada tipo de produto para minimizar essas perdas. A tecnologia ainda enfrenta desafios para a implementação em escala industrial, devido à dificuldade de escalar o processo de sonicação.

### **3. Microrganismos**

#### **3.1 *Candida albicans***

*Candida albicans* é a principal causadora de candidíase invasiva e representa a quarta principal causa de infecções hospitalares (Wijnants, Vreys e Van Dijck, 2021). Normalmente, *C. albicans* habitam o corpo humano na forma de levedura e não causam problemas (Guo et al., 2012). No entanto, quando o sistema imunológico do hospedeiro está comprometido devido a condições patológicas, como imunossupressão ou tratamento prolongado com antibióticos, *C. albicans* pode se transformar em uma forma filamentosa multicelular invasiva e afetar os tecidos humanos, resultando em infecções locais e sistêmicas (Duarte et al., 2005; Guo et al., 2012).

Atualmente, existem três principais classes de antifúngicos para tratar essas infecções: azóis (fluconazol e itraconazol), polienos (anfotericina B e nistatina) e equinocandinas (caspofungina e micafungina) (Guo et al., 2012; Wijnants, Vreys e Van Dijck, 2021). Historicamente, os azóis têm sido a escolha preferida para o tratamento inicial, com o fluconazol sendo frequentemente utilizado para a maioria das infecções por *C. albicans* (Whaley et al., 2017; De Las Mercedes Oliva et al., 2013). No entanto, o uso extensivo desses antifúngicos pode resultar no desenvolvimento de resistência severa, comprometendo significativamente a eficácia terapêutica, além dos efeitos adversos associados ao uso de azóis, principalmente hepatotoxicidade.

#### **3.2 *Staphylococcus aureus***

*Staphylococcus aureus* é uma bactéria comum e altamente virulenta, frequentemente responsável por infecções hospitalares devido à sua presença na pele e nasofaringe de cerca de 15% das pessoas saudáveis (Lima et al., 2015). Indivíduos com dispositivos médicos invasivos, como cateteres venosos periféricos e centrais, ou com sistemas imunológicos enfraquecidos, são especialmente suscetíveis a infecções por essa bactéria (Lee et al., 2018).

O tratamento de infecções por *S. aureus* geralmente envolve antibióticos e terapia combinada, dependendo da gravidade da infecção, sendo a penicilina o primeiro antibiótico utilizado no tratamento dessas infecções (Abrantes e Nogueira, 2021). Outros antibióticos utilizados no tratamento incluem

cefalosporinas, eritromicinas, aminoglicosídeos, tetraciclina e cloranfenicol (Cussolim et al. 2021).

As infecções causadas por *S. aureus* apresentam grande desafio, especialmente devido à frequência de resistência aos antibióticos, sendo a meticilina o de maior relevância clínica (Cheung, Bae e Otto, 2021).

### **3.3 *Staphylococcus epidermidis***

*S. epidermidis* pode ser isolado de todos os microambientes da pele, incluindo regiões secas, úmidas, sebáceas e dos pés (Byrd, Belkaid e Segre, 2018). É uma bactéria Gram-positiva, não esporulante, imóvel, anaeróbia facultativa, associada a diversos tipos de infecções hospitalares (Chabi e Momtaz, 2019). Dispositivos médicos internos são considerados importantes vetores de *S. epidermidis* em pacientes hospitalizados, sendo responsável por cerca de 13% das infecções de endocardite em válvulas protéticas, apresentando uma alta taxa de formação de abscessos intracardíacos (38%) e mortalidade (24%) (Chu et al., 2009).

Classes de antibióticos como tetraciclina, aminoglicosídeos, cefalosporinas, fluoroquinolonas e penicilinas são comumente utilizadas no tratamento de infecções por *S. epidermidis* (Chabi e Momtaz, 2019). No entanto, o uso desses antibióticos pode levar ao desenvolvimento de resistência, dificultando o tratamento e reduzindo a eficácia das terapias convencionais para infecções por *S. epidermidis* (Duran et al., 2012).

## **4. Resistência microbiológica**

A resistência microbiológica ocorre quando o crescimento de um patógeno é inibido por um antimicrobiano em uma concentração superior à necessária para cepas do tipo selvagem (De Las Mercedes Oliva et al., 2013; Kanafani e Perfect, 2008). Esse fenômeno pode ser primário (intrínseco) ou secundário (adquirido). A resistência primária é encontrada naturalmente entre certos microrganismos sem exposição prévia à droga e enfatiza a importância da identificação de espécies de fungos e bactérias a partir de estudos clínicos (De Las Mercedes Oliva et al., 2013). Já a resistência secundária surge em cepas que eram inicialmente suscetíveis após exposição ao medicamento e geralmente está associada a alterações na expressão gênica. O

desenvolvimento de resistência ao fluconazol em cepas de *Candida albicans* e *C. neoformans* ilustra esse tipo de resistência (Kanafani e Perfect, 2008).

A resistência clínica é definida pela falha em erradicar uma infecção por fungos e bactérias apesar da administração de um medicamento que mostra atividade *in vitro* contra o organismo. Essas falhas podem resultar de uma combinação de fatores relacionados ao hospedeiro, ao agente antimicrobiano ou ao patógeno (De Las Mercedes Oliva et al., 2013).

De acordo com Zhao et al. (2019), o fluconazol, um antifúngico azólico amplamente utilizado, tem sido empregado em práticas clínicas por quase trinta anos. Os autores mencionam que, devido ao seu elevado índice terapêutico e perfil de segurança relativamente favorável, o fluconazol tornou-se um antifúngico de primeira linha. Derivados como itraconazol, voriconazol e albaconazol também foram desenvolvidos. No entanto, os autores observaram que o uso extensivo de azóis tem levado ao desenvolvimento de resistência significativa aos medicamentos.

Marchaim et al. (2012) relataram que 25 pacientes com candidíase vulvovaginal resistente ao fluconazol foram diagnosticadas na Wayne State University entre 2000 e 2010. Dessas, 64% estavam em tratamento de manutenção com fluconazol nos 12 meses anteriores ao isolamento da cepa resistente. Após a confirmação da resistência, três pacientes desenvolvem infecção por *C. albicans* suscetível ao fluconazol. Os autores destacam o aumento da resistência ao fluconazol, causando sofrimento significativo, e recomendam evitar prescrição inadequada, além de monitorar as tendências de suscetibilidade e desenvolver novos antifúngicos com urgência.

As bactérias resistentes podem adotar diversas estratégias para evitar os efeitos dos antimicrobianos, como mudanças na permeabilidade, alterações nos locais de ação, ativação de bombas de efluxo, inativação enzimática do antibiótico e formação de biofilmes (Lima, Benjamim e Santos, 2017).

Um estudo conduzido em 2011 relatou que mais de 70% das cepas de *S. epidermidis* apresentavam resistência à meticilina (oxacilina) (Farrell et al., 2011). Em outro trabalho, realizado por Eladli et al. (2019), foi investigada a resistência a antibióticos em cepas de *S. epidermidis* isoladas da pele de pacientes e de estudantes saudáveis na cidade de Riad, Arábia Saudita. Durante o período da pesquisa, amostras também foram coletadas de pacientes com

sintomas. Os resultados indicaram que 100% das cepas de *S. epidermidis* isoladas de pacientes apresentavam resistência à daptomicina, enquanto 100% das cepas isoladas de estudantes eram suscetíveis à vancomicina e teicoplanina. Resistência à fosfomicina, amoxicilina/ácido clavulânico, imipenem, linezolida e oxacilina foi observada em mais de 80% dos isolados. Além disso, todas as cepas isoladas de estudantes saudáveis mostraram resistência à benzilpenicilina e fosfomicina, e mais de 50% eram resistentes à eritromicina, clindamicina, tetraciclina e ácido fusídico.

*S. aureus* mostrou uma notável adaptação na interação com humanos, desenvolvendo resistência ao antibiótico meticilina e tornando-se hoje uma das principais causas de infecções bacterianas a nível global (De Jong, Van Kessel e Van Strijp, 2019). Estudos demonstram que *S. aureus* apresentaram resistência aos antibióticos ampicilina e penicilina (Silva et al., 2012; Pinto et al., 2021; Da Silva et al., 2022).

#### **4.1 Efeitos adversos dos medicamentos antimicrobianos**

Os antifúngicos azólicos são conhecidos por apresentarem efeitos adversos, como toxicidade hepática, desconfortos gastrointestinais, tontura, erupções cutâneas, psicose, e problemas na função adrenal e testicular (como observado com o cetoconazol), além de distúrbios visuais (como no caso do voriconazol) (Wu et al., 2004). Entre os azólicos, o cetoconazol e o miconazol são particularmente tóxicos quando administrados sistemicamente, enquanto o fluconazol, itraconazol, posaconazol, voriconazol e isavuconazol têm um perfil de segurança mais favorável (Tragiannidis et al., 2021; Como e Dismukes, 1994). O miconazol e o clotrimazol são geralmente usados para tratar infecções superficiais e não sistêmicas (Como e Dismukes, 1994). O bifonazol, com eficácia contra leveduras, bolores e fungos dimórficos, é aplicado topicamente e pode causar vermelhidão, queimação, irritação e coceira (Te e Clissold, 1989; Watanabe et al., 2006).

O fluconazol é um dos azólicos mais prescritos devido à sua boa absorção oral (Charlier et al., 2006), sendo eficaz contra várias espécies de *Candida spp.* e é amplamente utilizado para tratar candidíase orofaríngea e esofágica (Nett e Andes, 2016; Galgiani et al., 1993). Contudo, como outros azólicos, o fluconazol

pode causar hepatotoxicidade, além de febre, calafrios, erupções cutâneas, diarreia, dor de cabeça, azia e tontura (Uchida, Yokota e Yamaguchi et al., 2001).

O cetoconazol é muito utilizado como antifúngico, devido ao amplo espectro e custo acessível (Choi; Juhasz e Mesinkovska, 2019). No entanto, não é a primeira escolha para infecções fúngicas sistêmicas, em parte devido à eficácia superior de outros azólicos. O cetoconazol compartilha alguns efeitos adversos comuns aos azólicos, como coceira, erupções cutâneas e pele seca (Wu et al., 2004).

O voriconazol, um derivado do fluconazol com uma estrutura modificada que inclui um grupo fluoropirimidina e um grupo metil, está disponível em formulações orais e intravenosas e é utilizado para tratar candidíase esofágica. Embora seja mais potente que o fluconazol, o voriconazol também pode causar hepatotoxicidade, encefalopatia, evento adverso visual e nefrotoxicidade (Pfaller et al., 2013; Nett e Andes, 2016; Li et al., 2020).

O itraconazol é eficaz contra a maioria das espécies de *Candida spp.*, mas, como outros azólicos, pode provocar hepatotoxicidade, diarreia, constipação, azia e dores musculares, entre outros efeitos indesejados (Sharkey et al., 1990; Pfaller et al., 2013; Nett e Andes, 2016).

O uso de antibióticos, embora necessário em muitas infecções, pode provocar disbiose microbiana, e a alteração da microbiota intestinal em crianças e adultos está associada a várias doenças, como diabetes, obesidade, doenças inflamatórias intestinais, asma, artrite reumatoide, depressão, autismo e superinfecções em pacientes gravemente enfermos (Becattini, Taur e Pamer, 2016; Willing, Zhang e Chen, 2019). Além disso, Chen et al. (2019) em um estudo, observaram efeitos colaterais adversos dos antibióticos em 78,7% dos pacientes, sendo os mais graves aqueles que levaram à modificação do tratamento: desconforto gastrointestinal, incluindo náusea, vômito, diarreia e dor abdominal (48,3%), principalmente causados pela tigeciclina; ototoxicidade (23,3%) associada à amicacina; e mielossupressão (10%), em grande parte relacionada ao uso de linezolida.

Os antibióticos azitromicina, claritromicina, eritromicina e roxitromicina, amplamente utilizados no tratamento de infecções bacterianas, segundo Hansen et al., (2019) podem estar associados a efeitos adversos como distúrbios do paladar, perda auditiva, problemas cardíacos e distúrbios hepatobiliares.

## 4.2 Utilização de produtos naturais como antimicrobianos

Levando em consideração ao abordado anteriormente, pode-se observar que altos níveis de resistência aos antifúngicos e antibióticos foram relatados em fungos e bactérias. Além disso, estudos indicam que esses medicamentos exibem alguns efeitos adversos. Portanto, há necessidade de desenvolver novos agentes a serem utilizados como estratégia complementar à quimioterapia antimicrobiana. Com isso, as terapias naturais baseadas em produtos extraídos de plantas podem ser alternativas importantes às drogas sintéticas e seus efeitos adversos (Bzerra e Pinheiro, 2022). A seguir será abordado as vantagens da utilização de medicamentos naturais como antimicrobianos.

Uma planta medicinal é definida como aquela com propriedades terapêuticas devido à presença de substâncias ativas. Esses compostos são geralmente metabólitos secundários, como compostos nitrogenados, compostos fenólicos e terpenóides apresentam funções de defesa contra predadores, como microrganismos, insetos e herbívoros (De Las Mercedes Oliva et al., 2013). Desde o ano 2000, mais de 200 espécies de plantas foram investigadas em busca de produtos naturais eficazes contra *Candida spp.* (Duarte et al., 2005).

Warnke et al. (2009) observaram que os óleos essenciais extraídos das plantas podem ter valor terapêutico para infecções dermatofíticas e orais, tanto em pacientes com sistema imunológico saudável quanto comprometido. Os autores destacam que esses compostos são amplamente disponíveis, tornando-os alternativas promissoras para o tratamento de infecções localizadas, incluindo cepas resistentes adquiridas em ambientes hospitalares. Além disso, Harris (2002) aponta que a facilidade de uso e a baixa toxicidade relativa dos fitoterápicos indicam várias possibilidades de formulações para aplicações tópicas em dermatomycoses e candidíase superficial.

Os óleos essenciais têm sido avaliados quanto à atividade antimicótica tanto in vitro quanto in vivo, mostrando potencial como agentes antimicrobianos que podem ser usados sozinhos ou em combinação com terapias tradicionais (Cox et al., 2000). A combinação de óleos essenciais com antimicrobianos convencionais tem sido estudada para permitir a administração de doses menores dos medicamentos, resultando em maior taxa de eliminação dos microrganismos, tratamento mais breve, prevenção da resistência a

medicamentos, ampliação do espectro antimicrobiano e redução da toxicidade dos fármacos (De Las Mercedes Oliva et al., 2013).

Nos últimos anos, o aumento global das infecções por espécies de *Candida spp* e pelas bactérias *S. epidermidis* e *S. aureus* foi significativo, assim como o crescimento da resistência às terapias antifúngicas convencionais. As opções de tratamento disponíveis frequentemente apresentam alta toxicidade e riscos de interações medicamentosas. Nesse contexto, os produtos naturais derivados de plantas medicinais têm se tornado uma alternativa valiosa para a descoberta de novos agentes antimicrobianos, oferecendo toxicidade reduzida. Ademais, os dados e estudos descritos confirmam que as plantas medicinais podem ser uma fonte rica de compostos antifúngicos promissores.

## REFERÊNCIAS

ABRANTES, J. A.; NOGUEIRA, J. M. da R. Resistência bacteriana aos antimicrobianos: uma revisão das principais espécies envolvidas em processos infecciosos. **Rev. bras. anal. clin.**, p. 219-223, 2021.

ADENIYI, T. A.; A., P. A.; OMOTAYO, E. A. Investigating the phytochemicals and antimicrobial properties of three sedge (*Cyperaceae*) species. **Notulae Scientia Biologicae**, v. 6, n. 3, p. 276-281, 2014.

AL-SNAFI, A. E. A review on *Cyperus rotundus* A potential medicinal plant. **IOSR Journal of Pharmacy**, v. 6, n. 7, p. 32-48, 2016.

ASHOKKUMAR, M. Applications of ultrasound in food and bioprocessing. **Ultrasonics sonochemistry**, v. 25, p. 17-23, 2015.

ASHOKKUMAR, M. et al. Modification of food ingredients by ultrasound to improve functionality: A preliminary study on a model system. **Innovative Food Science & Emerging Technologies**, v. 9, n. 2, p. 155-160, 2008.

BALACHANDRAN, S. et al. Ultrasonic enhancement of the supercritical extraction from ginger. **Ultrasonics sonochemistry**, v. 13, n. 6, p. 471-479, 2006.

BECATTINI, S.; TAUR, Y.; PAMER, E. G. Antibiotic-induced changes in the intestinal microbiota and disease. **Trends in molecular medicine**, v. 22, n. 6, p. 458-478, 2016.

BEZERRA, J. J. L.; PINHEIRO, A. A. V. Traditional uses, phytochemistry, and anticancer potential of *Cyperus rotundus* L. (Cyperaceae): A systematic review. **South African Journal of Botany**, v. 144, p. 175-186, 2022.

BURT, S. Essential oils: their antibacterial properties and potential applications in foods—a review. **International journal of food microbiology**, v. 94, n. 3, p. 223-253, 2004.

BYRD, A. L.; BELKAID, Y.; SEGRE, J. A. The human skin microbiome. **Nature Reviews Microbiology**, v. 16, n. 3, p. 143-155, 2018.

CHABI, R.; MOMTAZ, H. Fatores de virulência e propriedades de resistência a antibióticos das cepas de *Staphylococcus epidermidis* isoladas de infecções hospitalares em Ahvaz, Irã. **Medicina tropical e saúde**, v. 47, p. 1-9, 2019.

CHAMI, N. et al. Antifungal treatment with carvacrol and eugenol of oral candidiasis in immunosuppressed rats. **Brazilian Journal of Infectious Diseases**, v. 8, p. 217-226, 2004.

CHARLIER, C. et al. Fluconazole for the management of invasive candidiasis: where do we stand after 15 years?. **Journal of Antimicrobial Chemotherapy**, v. 57, n. 3, p. 384-410, 2006.

CHEMAT, F. et al. Deterioration of edible oils during food processing by ultrasound. **Ultrasonics Sonochemistry**, v. 11, n. 1, p. 13-15, 2004.

CHEN, J. et al. Eficácia clínica e efeitos adversos de antibióticos usados para tratar doença pulmonar por *Mycobacterium abscessus*. **Frontiers in microbiology**, v. 10, p. 1977, 2019.

CHEUNG, G. YC; BAE, J. S.; OTTO, M.. Pathogenicity and virulence of *Staphylococcus aureus*. **Virulence**, v. 12, n. 1, p. 547-569, 2021.

CHOI, F. D.; JUHASZ, M. LW; MESINKOVSKA, N. A. Topical ketoconazole: a systematic review of current dermatological applications and future developments. **Journal of Dermatological Treatment**, 2019.

CHU, V. H. et al. Coagulase-negative staphylococcal prosthetic valve endocarditis—a contemporary update based on the International Collaboration on Endocarditis: prospective cohort study. **Heart**, v. 95, n. 7, p. 570-576, 2009.

COMO, J. A.; DISMUKES, W. E. Oral azole drugs as systemic antifungal therapy. **New England Journal of Medicine**, v. 330, n. 4, p. 263-272, 1994.

COX, S. D. et al. The mode of antimicrobial action of the essential oil of *Melaleuca alternifolia* (tea tree oil). **Journal of applied microbiology**, v. 88, n. 1, p. 170-175, 2000.

CUSSOLIM, Phylipe Adrian et al. Mecanismos de resistência do *Staphylococcus aureus* a antibióticos. **Revista faculdades do saber**, v. 6, n. 12, p. 831-843, 2021.

DA SILVA, Sybelle Georgia Mesquita et al. Resistência de *Staphylococcus aureus* e *Escherichia coli* à antibióticos. **Research, Society and Development**, v. 11, n. 2, p. e39611225693-e39611225693, 2022.

DE JONG, N. WM; VAN KESSEL, K. PM; VAN STRIJP, J.AG. Immune evasion by *Staphylococcus aureus*. **Microbiology spectrum**, v. 7, n. 2, p. 10.1128/microbiolspec. gpp3-0061-2019, 2019.

DE LA FUENTE-BLANCO, S. et al. Food drying process by power ultrasound. **Ultrasonics**, v. 44, p. e523-e527, 2006.

DE LAS MERCEDES OLIVA, M. et al. Natural products as alternative treatments for *Candida* species resistant to conventional chemotherapeutics. In: *Fighting Multidrug Resistance with Herbal Extracts, Essential Oils and Their Components*. **Academic Press**, 2013. p. 31-43.

DELL, B.; MCCOMB, A. J. Plant resins—their formation, secretion and possible functions. In: *Advances in botanical research*. **Academic Press**, 1979. p. 277-316.

DEMO, M. et al. Determinación de actividad antimicrobiana de componentes puros de aceites esenciales. **Rev Higiene alimentar**, v. 15, n. 85, p. 87e90, 2001.

DHAR, P. et al. Medicinal chemistry and biological potential of *Cyperus rotundus* Linn.: An overview to discover elite chemotype (s) for industrial use. **Industrial Crops and Products**, v. 108, p. 232-247, 2017.

DIBAGAR, N.; AMIRI CHAYJAN, R. Rough rice convective drying enhancement by intervention of airborne ultrasound—A response surface strategy for experimental design and optimization. **Drying Technology**, v. 37, n. 9, p. 1097-1112, 2019.

DORMAN, HD.; DEANS, S. G. Antimicrobial agents from plants: antibacterial activity of plant volatile oils. **Journal of applied microbiology**, v. 88, n. 2, p. 308-316, 2000.

DRAKOPOULOU, S. et al. Ultrasound-induced inactivation of gram-negative and gram-positive bacteria in secondary treated municipal wastewater. **Ultrasonics sonochemistry**, v. 16, n. 5, p. 629-634, 2009.

DUARTE, M. C. T. et al. Anti-*Candida* activity of Brazilian medicinal plants. **Journal of ethnopharmacology**, v. 97, n. 2, p. 305-311, 2005.

DURAN, N. et al. Antibiotic resistance genes & susceptibility patterns in staphylococci. **Indian Journal of Medical Research**, v. 135, n. 3, p. 389-396, 2012.

ELADLI, Mohammed G. et al. Antibiotic-resistant *Staphylococcus epidermidis* isolated from patients and healthy students comparing with antibiotic-resistant bacteria isolated from pasteurized milk. **Saudi journal of biological sciences**, v. 26, n. 6, p. 1285-1290, 2019.

EL-GOHARY, H. M. 14-Study of essential oils of the tubers of *Cyperus rotundus* L. and *Cyperus alopecuroides* rottb. **Bull Fac Pharm Cairo Univ**, v. 42, n. 1, p. 157-163, 2004.

ELTAYEIB, A. A.; ISMAEEL, H. U. Extraction of *Cyperus rotundus* rhizomes oil, identification of chemical constituents and evaluation of antimicrobial activity of the oil in North Kordofan State. **Int J Adv Res Chem Sci**, v. 1, n. 9, p. 18-29, 2014.

FARRELL, David J. et al. LEADER Program results for 2009: an activity and spectrum analysis of linezolid using 6,414 clinical isolates from 56 medical centers in the United States. **Antimicrobial agents and chemotherapy**, v. 55, n. 8, p. 3684-3690, 2011.

GALGIANI, J. N. et al. Fluconazole therapy for coccidioidal meningitis. **Annals of internal medicine**, v. 119, n. 1, p. 28-35, 1993.

GARCIA-NOGUERA, J. et al. Ultrasound-assisted osmotic dehydration of strawberries: effect of pretreatment time and ultrasonic frequency. **Drying Technology**, v. 28, n. 2, p. 294-303, 2010.

GUO, QL. et al. Comparative study on the effects of two antifungal drugs against *Candida albicans* by microcalorimetry and transmission electron microscopy. **Thermochimica acta**, v. 543, p. 82-87, 2012.

HAMMER, K. A.; CARSON, C. F.; RILEY, T. V. Antifungal effects of *Melaleuca alternifolia* (tea tree) oil and its components on *Candida albicans*, *Candida glabrata* and *Saccharomyces cerevisiae*. **Journal of Antimicrobial Chemotherapy**, v. 53, n. 6, p. 1081-1085, 2004.

HANSEN, Malene Plejdrup et al. Eventos adversos em pessoas tomando antibióticos macrolídeos versus placebo para qualquer indicação. **Cochrane Database of Systematic Reviews**, n. 1, 2019.

HARRIS, R. Synergism in the essential oil world. **International Journal of Aromatherapy**, v. 12, n. 4, p. 179-186, 2002.

HU, QP et al. Chemical composition, antioxidant, DNA damage protective, cytotoxic and antibacterial activities of *Cyperus rotundus* rhizomes essential oil against foodborne pathogens. **Scientific reports**, v. 7, n. 1, p. 1-9, 2017.

HUSSEIN, J. S. et al. Amelioration of neurotoxicity induced by esfenvalerate: impact of *Cyperus rotundus* L. tuber extract. **Comparative Clinical Pathology**, v. 30, p. 1-10, 2021.

ILIĆ, Z. S. et al. Essential oils content, composition and antioxidant activity of lemon balm, mint and sweet basil from Serbia. **Lwt**, v. 153, p. 112210, 2022.

JANAKI, S. et al. Chemical composition and insecticidal efficacy of *Cyperus rotundus* essential oil against three stored product pests. **International Biodeterioration & Biodegradation**, v. 133, p. 93-98, 2018.

JIROVETZ, L. et al. Comparative analysis of the essential oil and SPME-headspace aroma compounds of *Cyperus rotundus* L. roots/tubers from South-

India using GC, GC-MS and olfactometry. **Journal of Essential Oil Bearing Plants**, v. 7, n. 2, p. 100-106, 2004.

KANAFANI, Z. A.; PERFECT, J. R. Resistência a agentes antifúngicos: mecanismos e impacto clínico. **Doenças infecciosas clínicas**, v. 46, n. 1, pág. 120-128, 2008.

KANDIKATTU, H. K. et al. LC–ESI-MS/MS analysis of total oligomeric flavonoid fraction of *Cyperus rotundus* and its antioxidant, macromolecule damage protective and antihemolytic effects. **Pathophysiology**, v. 22, n. 4, p. 165-173, 2015.

KEK, S. P.; CHIN, N. L.; YUSOF, Y. A. Direct and indirect power ultrasound assisted pre-osmotic treatments in convective drying of guava slices. **Food and Bioproducts Processing**, v. 91, n. 4, p. 495-506, 2013.

KENTISH, S. et al. The use of ultrasonics for nanoemulsion preparation. **Innovative Food Science & Emerging Technologies**, v. 9, n. 2, p. 170-175, 2008.

KENTISH, S.; ASHOKKUMAR, M. The physical and chemical effects of ultrasound. In: **Ultrasound technologies for food and bioprocessing**. New York, NY: Springer New York, 2010. p. 1-12.

KILANI, S. et al. Chemical composition, antibacterial and antimutagenic activities of essential oil from (Tunisian) *Cyperus rotundus*. **Journal of Essential Oil Research**, v. 17, n. 6, p. 695-700, 2005.

KILANI-JAZIRI, S. et al. Phytochemical, antimicrobial, antioxidant and antigenotoxic potentials of *Cyperus rotundus* extracts. **South African Journal of Botany**, v. 77, n. 3, p. 767-776, 2011.

KOMAI, K.; TANG, CS. A chemotype of *Cyperus rotundus* in Hawaii. **Phytochemistry**, v. 28, n. 7, p. 1883-1886, 1989.

KUMAR, C.; KARIM, M. A.; JOARDDER, M. UH. Intermittent drying of food products: A critical review. **Journal of Food Engineering**, v. 121, p. 48-57, 2014.

LAWAL, O. A.; OYEDEJI, Adebola O. Chemical composition of the essential oils of *Cyperus rotundus* L. from South Africa. **Molecules**, v. 14, n. 8, p. 2909-2917, 2009.

LEE, Andie S. et al. Methicillin-resistant *Staphylococcus aureus*. **Nature reviews Disease primers**, v. 4, n. 1, p. 1-23, 2018.

LEONELLI, C.; MASON, T. J. Microwave and ultrasonic processing: Now a realistic option for industry. **Chemical Engineering and Processing: Process Intensification**, v. 49, n. 9, p. 885-900, 2010.

LEONG, T. SH; MARTIN, G. JO; ASHOKKUMAR, Muthupandian. Ultrasonic encapsulation—a review. **Ultrasonics sonochemistry**, v. 35, p. 605-614, 2017.

LI, H. et al. Voriconazole therapeutic drug monitoring in critically ill patients improves efficacy and safety of antifungal therapy. **Basic & Clinical Pharmacology & Toxicology**, v. 127, n. 6, p. 495-504, 2020.

LIMA, C. C.; BENJAMIM, S. C. C.; SANTOS, R. F. S. dos. Mecanismo de resistência bacteriana frente aos fármacos: uma revisão. **CuidArte, Enferm**, p. 105-113, 2017.

LIMA, M. F. P. et al. Staphylococcus aureus e as infecções hospitalares—Revisão de Literatura. **Uningá Review**, v. 21, n. 1, 2015.

MARCHAIM, D. et al. Vulvovaginite por *Candida albicans* resistente ao fluconazol. **Obstetrícia e Ginecologia**, v. 120, n. 6, p. 1407-1414, 2012.

MARTINS, F. T. et al. Variação química do óleo essencial de *Hyptis suaveolens* (L.) Poit., sob condições de cultivo. **Química Nova**, v. 29, p. 1203-1209, 2006.

MELO, E. de C.; RADÜNZ, L. L.; MELO, RC de A. Influência do processo de secagem na qualidade de plantas medicinais—Revisão. **Engenharia na Agricultura**, v. 12, n. 4, p. 307-315, 2004.

MIANO, A. C.; IBARZ, A.; AUGUSTO, P. E. D. Mechanisms for improving mass transfer in food with ultrasound technology: Describing the phenomena in two model cases. **Ultrasonics Sonochemistry**, v. 29, p. 413-419, 2016.

MUJUMDAR, A. S. **Handbook of industrial drying**. CRC press, 2015.

MUJUMDAR, A. S.; LAW, Chung Lim. Drying technology: Trends and applications in postharvest processing. *Food and Bioprocess Technology*, v. 3, n. 6, p. 843-852, 2010.

MULET, A. et al. New food drying technologies-Use of ultrasound. *Food Science and Technology International*, v. 9, n. 3, p. 215-221, 2003.

NETT, J. E.; ANDES, D. R. Antifungal agents: spectrum of activity, pharmacology, and clinical indications. *Infectious Disease Clinics*, v. 30, n. 1, p. 51-83, 2016.

PARK, K. J. B. et al. Secagem: fundamentos e equações. *Revista Brasileira de Produtos Agroindustriais*, v. 16, n. 1, p. 93-127, 2014.

PATERO, T.; AUGUSTO, P. ED. Ultrasound (US) enhances the hydration of sorghum (*Sorghum bicolor*) grains. *Ultrasonics Sonochemistry*, v. 23, p. 11-15, 2015.

PEERZADA, A. M. Biology, agricultural impact, and management of *Cyperus rotundus* L.: the world's most tenacious weed. *Acta Physiologiae Plantarum*, v. 39, n. 12, p. 270, 2017.

PEERZADA, A. M. et al. *Cyperus rotundus* L.: Traditional uses, phytochemistry, and pharmacological activities. **Journal of ethnopharmacology**, v. 174, p. 540-560, 2015.

PFALLER, M. A. et al. Isavuconazole, micafungin, and 8 comparator antifungal agents' susceptibility profiles for common and uncommon opportunistic fungi collected in 2013: temporal analysis of antifungal drug resistance using CLS v. 174, p. 540-560, 2015. carbon dioxide, ethanol and water as solvents." **The Journal of Supercritical Fluids** 116 (2016): 10-19.

PINTO, M. dos S. et al. Prevalência e etiologia da mastite bovina em propriedades rurais da região Noroeste Paulista. **Brazilian Journal of Development**, v. 7, n. 2, p. 19184-19192, 2021.

ROCHA, R. P.; MELO, Ed C.; RADÜNZ, L. L. Influence of drying process on the quality of medicinal plants: A review. **Journal of Medicinal Plants Research**, v. 5, n. 33, p. 7076-7084, 2011.

ROSS, I. A. *Cyperus rotundus*. In: Medicinal plants of the world. **Humana Press**, Totowa, NJ, 2003. p. 209-226.

SHAKERIN, Z. et al. Therapeutic effects of *Cyperus rotundus* rhizome extract on memory impairment, neurogenesis and mitochondria in beta-amyloid rat model of Alzheimer's disease. **Metabolic brain disease**, v. 35, n. 3, p. 451-461, 2020.

SHARKEY, P. K. et al. Itraconazole treatment of phaeohyphomycosis. **Journal of the American Academy of Dermatology**, v. 23, n. 3, p. 577-586, 1990.

SILVA, Elizabete Rodrigues da et al. Perfil de sensibilidade antimicrobiana in vitro de *Staphylococcus aureus* isolado de mastite subclínica bovina. **Revista Brasileira de Saúde e Produção Animal**, v. 13, p. 701-711, 2012.

SKALTSA, H. D. et al. Essential oil analysis and antimicrobial activity of eight *Stachys* species from Greece. **Phytochemistry**, v. 64, n. 3, p. 743-752, 2003.

SLEDZ, M. et al. Drying kinetics, microstructure and antioxidant properties of basil treated by ultrasound. **Journal of Food Process Engineering**, v. 40, n. 1, p. e12271, 2015.

SLEDZ, M. et al. The impact of ultrasound and steam blanching pre-treatments on the drying kinetics, energy consumption and selected properties of parsley leaves. **Applied Acoustics**, v. 103, p. 148-156, 2016.

SORIA, A. C.; VILLAMIEL, M. Effect of ultrasound on the technological properties and bioactivity of food: a review. **Trends in food science & technology**, v. 21, n. 7, p. 323-331, 2010.

STOJANOVIC, J.; SILVA, J. L. Influence of osmotic concentration, continuous high frequency ultrasound and dehydration on antioxidants, colour and chemical properties of rabbiteye blueberries. **Food chemistry**, v. 101, n. 3, p. 898-906, 2007.

TE, II L.; CLISSOLD, S. P. Bifonazole: a review of its antimicrobial activity and therapeutic use in superficial mycoses. **Drugs**, v. 38, p. 204-25, 1989.

TRAGIANNIDIS, A. et al. Antifungal agents and the kidney: pharmacokinetics, clinical nephrotoxicity, and interactions. **Expert opinion on drug safety**, v. 20, n. 9, p. 1061-1074, 2021.

UCHIDA, K.; YOKOTA, N.; YAMAGUCHI, H. In vitro antifungal activity of posaconazole against various pathogenic fungi. **International journal of antimicrobial agents**, v. 18, n. 2, p. 167-172, 2001.

VINODGOPAL, K. et al. Sonolytic design of graphene– Au nanocomposites. Simultaneous and sequential reduction of graphene oxide and Au (III). **The Journal of Physical Chemistry Letters**, v. 1, n. 13, p. 1987-1993, 2010.

WARNKE, P. H. et al. The battle against multi-resistant strains: renaissance of antimicrobial essential oils as a promising force to fight hospital-acquired infections. **Journal of Cranio-Maxillofacial Surgery**, v. 37, n. 7, p. 392-397, 2009.

WATANABE, S. et al. A comparative clinical study between 2 weeks of luliconazole 1% cream treatment and 4 weeks of bifonazole 1% cream treatment for tinea pedis. **Mycoses**, v. 49, n. 3, p. 236-241, 2006.

WHALEY, S. G. et al. Resistência a antifúngicos azólicos em *Candida albicans* e espécies emergentes de *Candida* não-*albicans*. **Fronteiras em microbiologia**, v. 7, p. 2173, 2017.

WIJNANTS, S.; VREYS, J.; VAN DIJCK, P. Interesting antifungal drug targets in the central metabolism of *Candida albicans*. **Trends in Pharmacological Sciences**, v. 43, n. 1, p. 69-79, 2021.

WU, J. J. et al. Therapy of systemic fungal infections. **Dermatologic therapy**, v. 17, n. 6, p. 532-538, 2004.

YAO, Y.; ZHANG, W.; LIU, S. Feasibility study on power ultrasound for regeneration of silica gel—a potential desiccant used in air-conditioning system. **Applied Energy**, v. 86, n. 11, p. 2394-2400, 2009.

YUSOF, N. S. M.; ASHOKKUMAR, M. Ultrasound-induced formation of high and low viscoelastic nanostructures of micelles. **Soft Matter**, v. 9, n. 6, p. 1997-2002, 2013.

ZELJKOVIĆ, S. Ć. et al. Phytochemical variability of selected basil genotypes. **Industrial Crops and Products**, v. 157, p. 112910, 2020.

ZHANG, J. et al. Sonochemical formation of single-crystalline gold nanobelts. **Angewandte Chemie International Edition**, v. 45, n. 7, p. 1116-1119, 2006.

ZHANG, K. et al. Sonochemical preparation of polymer nanocomposites. **Molecules**, v. 14, n. 6, p. 2095-2110, 2009.

ZHANG, LL. et al. Chemical composition, antibacterial activity of *Cyperus rotundus* rhizomes essential oil against *Staphylococcus aureus* via membrane disruption and apoptosis pathway. *Food Control*, v. 80, p. 290-296, 2017.

ZHANG, S.; CHEN, DC. Enfrentando um novo desafio: os efeitos adversos dos antibióticos na microbiota intestinal e na imunidade do hospedeiro. *Revista médica chinesa*, v. 132, n. 10, p. 1135-1138, 2019.

ZHAO, L. et al. Combating fluconazole-resistant fungi with novel  $\beta$ -azole-phenylacetone derivatives. ***European journal of medicinal chemistry***, v. 183, p. 111689, 2019.

ZOGHBI, M. G. B. et al. Comparison of the Main Components of the Essential Oils of “priprioca”: *Cyperus articulatus* var. *articulatus* L., *C. articulatus* var. *nodosus* L., *C. prolixus* Kunth and *C. rotundus* L. ***Journal of Essential Oil Research***, v. 20, n. 1, p. 42-45, 2008.

ZUNINO, M. P. et al. Composition of the essential oil of *Baccharis crispa* Spreng. and *Baccharis salicifolia* Pers. grown in Córdoba (Argentina). ***Flavour and Fragrance Journal***, v. 12, n. 6, p. 405-407, 1997.

## Capítulo 2

### OTIMIZAÇÃO DOS PARÂMETROS OPERACIONAIS DA SECAGEM POR CONVECÇÃO COM PRÉ-TRATAMENTO POR ULTRASSOM DOS TUBÉRCULOS DE *Cyperus rotundus* L. USANDO RSM

#### RESUMO

A secagem é uma etapa importante no processamento pós-colheita de produtos agrícolas, pois permite a preservação do produto ao reduzir a atividade da água a valores seguros, o que impede o desenvolvimento de micro-organismos e as reações enzimáticas. Nesse contexto, o objetivo deste estudo foi avaliar a interação da temperatura do ar de secagem e a duração do pré-tratamento ultrassônico, sobre as taxas de secagem e o rendimento de óleo essencial. Os ensaios foram conduzidos de acordo com um Planejamento Composto Central Rotacional, considerando dois fatores com os seguintes intervalos: duração do banho ultrassônico de 0 a 40 min e temperatura do ar de secagem de 40 a 70 °C. O óleo essencial foi extraído por hidrodestilação e seus constituintes foram identificados por cromatografia gasosa acoplada à espectrometria de massa (GC-MS). Foram realizadas análises histoquímicas dos tubérculos frescos. O modelo de Midilli foi o que melhor descreveu a cinética de secagem de *C. rotundus* em todos os tratamentos. O tempo de secagem dos tubérculos de *C. rotundus* foi dependente apenas da temperatura (efeito linear decrescente), sendo possível descrever a variação no tempo de secagem em função da temperatura. Não foi possível ajustar um modelo para o tempo de banho ultrassônico ou a temperatura de secagem que otimizasse tanto o rendimento do óleo essencial quanto o tempo de secagem dos tubérculos de *C. rotundus*. No entanto, neste estudo, observaram-se tempos de secagem menores em comparação com estudos anteriores sobre a secagem dos tubérculos de *C. rotundus* à sombra e em temperatura ambiente. Vinte e nove constituintes químicos foram identificados no óleo essencial extraído, dos quais os majoritários são: 3,4-dimetil-3-cicloexen-1-carboxaldeído (19,23%); óxido de cariofileno (17,63%) e  $\alpha$ -ciperona (9,54%). As análises histoquímicas dos tubérculos de *C. rotundus* mostraram a presença de amido, compostos fenólicos e lipídios.

**Palavras-chave:** Tiririca, Óleo essencial, Planta medicinal, Extração.

## OPERATIONAL PARAMETERS OPTIMIZATION OF CONVECTION AIR-DRYING WITH ULTRASOUND PRETREATMENT OF *Cyperus rotundus* L. TUBERS BY RSM

### ABSTRACT

Drying is an important step in the post-harvest processing of agricultural products, as it enables product preservation by reducing water activity to safe levels, preventing the development of microorganisms and enzymatic reactions. In this context, the objective of this study was to evaluate the interaction between drying air temperature and ultrasonic pre-treatment duration on drying rates and essential oil yield. The experiments were conducted following a Central Composite Rotational Design, considering two factors with the following ranges: ultrasonic bath duration from 0 to 40 minutes and drying air temperature from 40 to 70 °C. Essential oil was extracted by hydrodistillation, and its constituents were identified by gas chromatography coupled with mass spectrometry (GC-MS). Histochemical analyses were performed on the fresh tubers. The Midilli model best described the drying kinetics of *C. rotundus* under all treatments. The drying time of *C. rotundus* tubers depended solely on temperature (a decreasing linear effect), allowing the variation in drying time to be described as a function of temperature. It was not possible to establish a model for ultrasonic bath time or drying air temperature that optimized both essential oil yield and tuber drying time. However, in this study, shorter drying times were observed compared to previous studies on the drying of *C. rotundus* tubers in the shade and at room temperature. Twenty-nine chemical constituents were identified in the extracted essential oil, with the major components being: 3,4-dimethyl-3-cyclohexene-1-carboxaldehyde (19.23%), caryophyllene oxide (17.63%), and  $\alpha$ -cyperone (9.54%). Histochemical analyses of *C. rotundus* tubers revealed the presence of starch, phenolic compounds, and lipids.

**Keywords:** *Nutgrass, Essential oil, Medicinal plant, Extraction.*

### 1. INTRODUÇÃO

*Cyperus rotundus* L, comumente conhecido como "tiririca", é originário da Índia e também é encontrado em várias regiões geográficas, incluindo partes da África, Américas, Ásia e Europa (Kumar et al., 2021). É caracterizado por um ciclo de vida perene, exibindo um caule ereto com inflorescência e raízes fibrosas, além de uma rede subterrânea composta por tubérculos, bulbos basais e rizomas que garantem a propagação, mesmo em condições desfavoráveis (Dhar et al., 2017). Além disso, o conteúdo de água do *C. rotundus* L. é alto, cerca de 50-85% em base úmida (Magalhães, 1965; Stoller e Sweet, 1987).

Essa espécie é um desafio para a agricultura devido ao rápido crescimento, características competitivas, tolerância a herbicidas e forte adaptabilidade (Holm et al., 1977).

Diversos compostos bioativos estão presentes em diferentes partes da planta são responsáveis pelas propriedades terapêuticas do *C. rotundus*. De acordo com a literatura, *C. rotundus* é utilizado na medicina tradicional e apresenta potencial promissor no tratamento de inflamações (Rocha et al., 2020), dores (Teng et al., 2011), febres (Singh e Singh, 2009), feridas (Datta et al., 2014), distúrbios estomacais e intestinais (Thomas et al., 2015), além de ser eficaz no controle de pragas de grãos armazenados (Janaki et al., 2018). Além disso, essa espécie vegetal tem ganhado importância na produção de perfumes, especiarias, aromatizantes alimentares e diversos produtos de panificação em todo o mundo (Samra et al. 2021).

Uma característica comum das plantas é a alta perecibilidade em função do elevado teor de água após a colheita. A secagem, método de preservação de alimentos, trata-se do uso de calor para remover parte significativa do teor de água de um produto, o que inibi o crescimento microbiano e as reações enzimáticas (Rocha, Melo e Radünz et al., 2011). Portanto, a secagem é uma etapa crucial no tratamento pós-colheita de produtos agrícolas (Dev e Raghavan, 2012).

No contexto da secagem de plantas medicinais, altas temperaturas durante o processo podem levar à perda de ativos, como constituintes dos óleos essenciais, devido a sensibilidade ao calor (Rocha, Melo e Radünz et al., 2011). No entanto, temperaturas mais baixas prolongam o processo de secagem, potencialmente afetando a qualidade fitoquímica do material vegetal e aumentando o consumo de energia.

Portanto, é vital integrar tecnologias do cultivo à secagem que otimizem eficientemente o processo. Uma abordagem promissora é o pré-tratamento ultrassônico, que melhora a transferência de calor e massa, aumenta a eficiência da secagem e reduz a perda de qualidade do produto final (Pei et al., 2021). Essa técnica envolve ondas mecânicas com uma frequência acima do limite de audição humana (> 20 kHz) (Dibagar e Amiri Chayjan, 2019).

No processo de secagem, a otimização da transferência de massa pela tecnologia ultrassônica é atribuída a diferentes mecanismos, considerados como efeitos diretos e indiretos do ultrassom. Os efeitos diretos estão relacionados ao "efeito esponja" e ao fluxo inercial. À medida que as ondas ultrassônicas atravessam o produto, causam uma rápida alternância de compressão e

expansão na matriz tecidual, semelhante a uma esponja sendo repetidamente comprimida e liberada (Mulet et al., 2003; De La Fuente-Blanco et al., 2006; Yao, 2016). Além disso, esse processo pode aumentar o fluxo de massa bombeando água para a superfície do produto, facilitando a remoção quando submetido a exposição do fluxo de ar de secagem (Galvão, Rodrigues e Fernandes, 2020).

O efeito indireto relaciona-se à formação de microcanais resultantes da cavitação acústica (Chemat et al., 2011). Quando as ondas ultrassônicas percorrem o produto, cavitações ocorrem na água dentro ou fora das células do produto, resultando na ruptura das paredes celulares e tecidos e na consequente formação de cavidades e microcanais, reduzindo a resistência interna ao fluxo de massa e acelerando a evaporação da água durante a secagem (Szadzińska et al., 2018).

Estudos demonstraram a eficácia do pré-tratamento ultrassônico na redução do tempo de secagem de produtos como cogumelos (Zhang et al., 2017), arroz (Dibagar e Amiri Chayjan, 2019), maçã (Galvão, Rodrigues e Fernandes, 2020), açafrão (Pei et al., 2021) e morango (Jiang et al., 2024).

Estudos sobre o efeito do ultrassom como pré-tratamento para a secagem de plantas medicinais ainda são incipientes, e não há relatos na literatura atual sobre os efeitos desse método de secagem em *C. rotundus*. Assim, o objetivo deste estudo foi avaliar a influência da secagem com pré-tratamento ultrassônico sobre a cinética de secagem, o rendimento e a composição química de óleo essencial dos tubérculos de *C. rotundus*; modelar matematicamente o processo de secagem, e analisar a histolocalização dos óleos essenciais e outros compostos em tubérculos de *C. rotundus*.

## **2. MATERIAIS E MÉTODOS**

### **2.1 Delineamento experimental e análises estatísticas dos dados**

Os ensaios foram realizados segundo um Delineamento Composto Central Rotacional (DCCR) (Monroy et al., 2016), considerando dois fatores: duração do banho de ultrassom entre 0 e 40 min, temperatura do ar de secagem entre 40 e 70°C. Dada a ausência de registros sobre o uso de ultrassom combinado com altas temperaturas na secagem de tubérculos de *C. rotundus*, foi utilizada uma faixa extrema de tempo e temperatura para investigar seu comportamento nessas condições e contribuir para a literatura, adotando uma faixa

de temperatura semelhante à aplicada em um estudo sobre a secagem de batata-doce (Souza et al., 2020). Desse modo, foram avaliados nove tratamentos, sendo quatro pontos fatoriais, quatro axiais e um ponto central. No DCCR para 2 fatores o valor adotado para  $\alpha$  é de 1,41. Para o tratamento 9, ponto central, foram realizadas quatro repetições e para os demais tratamentos uma repetição, totalizando 12 ensaios (Tabela 1).

**Tabela 1** - Valores codificadas (C1 e C2) e não codificadas (na escala original) para variáveis fixas duração do banho de ultrassom e temperatura do ar de secagem, segundo um Delineamento Composto Central Rotacional.

Tratamento	Duração do banho de ultrassom		Temperatura do ar de secagem		Repetições
	C1	(min)	C2	(°C)	
<b>1 *</b>	-1	6	-1	44	1
<b>2 *</b>	-1	6	1	66	1
<b>3 *</b>	1	34	-1	44	1
<b>4 *</b>	1	34	1	66	1
<b>5 **</b>	-1,41	0	0	55	1
<b>6 **</b>	1,41	40	-1	55	1
<b>7 **</b>	0	20	-1,41	40	1
<b>8 **</b>	0	20	1,41	70	1
<b>9 (Ponto central)</b>	0	20	0	55	4

\* pontos fatoriais; \*\* pontos axiais.

Para avaliar o efeito da duração do banho de ultrassom e da temperatura de secagem sobre cada variável resposta (tempo de secagem e o rendimento de óleo), foi utilizada a análise de regressão múltipla. A significância dos coeficientes de regressão foi avaliada pelo teste t, ao nível de 5% de probabilidade. Sendo a qualidade de ajuste do modelo avaliada pelo coeficiente de determinação ( $R^2$ ) (Mokhtarian, et al. 2014). Os dados foram analisados através do software Statistica® versão 8.0 (Statsoft, Palo Alto, CA, USA). Além disso, um polinômio de segundo grau (Equação 1), que relaciona os fatores, os níveis e as interações, foi ajustado aos dados.

$$y(x) = \beta_0 + \sum_{i=1}^k \beta_i x_i + \sum_{i=1}^k \beta_{ii} x_i^2 + \sum_{i=1}^{k-1} \sum_{\substack{j=2 \\ i < j}}^k \beta_{ij} x_i y_j + \varepsilon \quad \text{Equação 1}$$

Em que,  $y(x)$  = variável independente (rendimento e tempo de ultrassom),  $x_i$  e  $y_j$  = valores codificados dos fatores,  $\beta_0$ ,  $\beta_i$ ,  $\beta_{ii}$ ,  $\beta_{ij}$  = coeficientes constantes, lineares, quadrático e de interações, respectivamente e  $\varepsilon$  = erro aleatório.

## 2.2 Material Vegetal

### 2.2.1 Coleta

Uma exsicata de *Cyperus rotundus* L. (VIC 57427) foi identificada e incorporada ao Herbário VIC, da Universidade Federal de Viçosa (UFV). No mês de maio foram coletados do Vale da Agronomia da UFV tubérculos de *Cyperus rotundus* para realizar um experimento de secagem a fim de analisar o comportamento diante do ultrassom e da secagem e encontrar temperatura de secagem e o tempo de ultrassom que resultaria em maior rendimento e qualidade de óleo essencial. Os tubérculos foram higienizados com água corrente e colocados na bancada do laboratório de Plantas Medicinais do departamento de Engenharia Agrícola da UFV em papel toalha para a remoção do excesso de água à temperatura ambiente (Figura 1).

**Figura 1-** Tubérculos de *Cyperus rotundus* coletados do vale da agronomia para os experimentos de secagem e extração de óleo essencial.



### 2.2.2 Determinação do teor de água dos tubérculos de *Cyperus rotundus*

O teor inicial de água dos tubérculos foi determinado pelo método gravimétrico, utilizando 10 gramas do material vegetal, em estufa com circulação

forçada de ar (CIENLAB, Campinas, SP, Brazil), com temperatura de  $104 \pm 2$  °C, até atingir massa constante (ANVISA, 2010) (Figura 2).

**Figura 2-** Amostras para determinação do teor de água dos tubérculos de *Cyperus rotundus*.



### 2.3 Tratamento banho de ultrassom

Utilizou-se o banho ultrassom marca Elma<sup>R</sup>, modelo P180H (Singen, Germany), com aquecedor termostaticamente ajustável, frequência de 37 kHz, 1320 W de potência e 12,9 L de volume útil e temperatura ambiente (25°C).

Para cada tratamento listado na Tabela 1, foram utilizados 100 g de tubérculos frescos, que foram imersos em um béquer contendo água destilada. O béquer foi colocado em um banho de ultrassom. A condução de cada tratamento ocorreu em temperatura ambiente, com o objetivo de preservar a qualidade do material vegetal. No caso do pré-tratamento com duração de 0 minutos (sem exposição a ondas ultrassônicas), a amostra permaneceu imersa em água destilada por cinco minutos. Após o pré-tratamento, os tubérculos foram colocados sobre papel toalha para absorver o excesso de água e, em seguida, foram submetidas à secagem.

### 2.4 Secagem dos tubérculos de *Cyperus rotundus*

Nos ensaios de secagem foram utilizados quatro secadores experimentais de leito fixo, equipados com resistores elétricos com potência total de 7.500 W e ventiladores axiais de 48 W (Figura 3). O controle da temperatura nos secadores foi automático e a velocidade ajustada manualmente, fixada em  $1,5 \text{ m}\cdot\text{s}^{-1}$ . A medição da velocidade do ar de secagem foi realizada por meio de um anemômetro digital (Prova Instruments Inc, AVM-07, New Taipei City, Taiwan), com sensor de pás rotativas, tendo faixa de leitura de  $0,05$  a  $25 \text{ m}\cdot\text{s}^{-1}$  e sensibilidade de  $0,01 \text{ m}\cdot\text{s}^{-1}$ .

**Figura 3-** Secadores utilizados no experimento para secagem dos tubérculos de *Cyperus rotundus*.



A temperatura e a umidade relativa do ar ambiente foram registradas empregando um termo-higrômetro digital (HOBO datalogger, Onset, Bourne, EUA) instalado próximo aos secadores. As amostras de tubérculos foram dispostas em cestos cilíndricos confeccionados em tela metálica e colocadas nas câmaras cilíndricas

Para condução do estudo da cinética de secagem, na obtenção dos dados experimentais foram estabelecidos os seguintes intervalos de pesagem: a cada 5 minutos nos primeiros 30 min, depois a cada 15 minutos até atingir 120 min e a cada 60 min após esse período até atingir uma massa equivalente ao teor de água de 0,14 em base seca (b.s.) (Souza et al., 2020; Farias, 2003).

Para os casos em que o tempo ultrapassava o limite das 18h da tarde, adotou-se uma interrupção da secagem até que retornasse o dia seguinte para prosseguir com os experimentos. No período de descanso, o cesto contendo os tubérculos de *C. rotundus* eram removidos da câmara de secagem e acondicionado em uma caixa de EPS (Isopor).

Finalizada a secagem, os tubérculos foram acondicionados em embalagens de Nylon Poli a vácuo como embalagem primária para preservação dos compostos e envoltos em embalagens de papel Kraft (Figura 4), identificados e armazenados em temperatura ambiente.

**Figura 4-** Tubérculos de *C. rotundus* secos e acondicionados a vácuo em embalagens de Nylon Poli.



## 2.5 Ajuste de modelos matemáticos para secagem dos tubérculos de *Cyperus rotundus*

A razão de teor de água (RM) do produto foi calculada para o tempo  $t$ , conforme apresentado na Equação 2:

$$RM = \frac{U_x - U_e}{U_0 - U_e} \quad \text{Equação 2}$$

em que,

RM: razão de teor de água (adimensional)

$U_x$ : teor de água do produto no tempo  $x$  (base seca);

$U_e$  teor de água quando o produto atingiu 0,14 base seca; e

$U_0$ : teor de água inicial do produto (base seca).

Os valores de RM observados, para cada temperatura do ar de secagem, foram ajustados a 4 diferentes modelos matemáticos de regressão não linear, conforme apresentado na Tabela 2. Para a discussão e comparação dos ajustes, foram empregados o Coeficiente de Determinação Ajustado ( $R^2_{ajst}$ ) e Desvio Padrão da Estimativa (SE) (Erbay e Icier, 2010).

**Tabela 2** – Modelos matemáticos para descrever o processo de secagem dos tubérculos de *Cyperus rotundus*.

Designação	Modelo
Lewis (LEWIS, 1921)	$RM = e^{-kt}$
Page (PAGE, 1949)	$RM = e^{(-kt^n)}$
Henderson e Pabis (HENDERSON E PABIS, 1961)	$RM = a e^{-kt}$
Midilli (MIDILLI et al., 2002)	$RM = a e^{-kt^{11}} + bt$

em que:

RM: Razão de umidade (adimensional);

t: Tempo de secagem (min);

k: Constante de secagem ( $\text{min}^{-1}$ );

a, n, b: Constante dos modelos (adimensional).

## 2.6 Extração do óleo essencial

Antes de proceder à extração do óleo, tubérculos secos de *C. rotundus* (Figura 5) foram triturados em Moinho de Tipo Willye, equipado com uma peneira de malha de 10 mm da marca TECNAL® (Piracicaba, SP, Brasil), e, posteriormente, adicionados ao balão de fundo redondo. Para cada extração, utilizou-se 40 g de tubérculos secos e 1 L de água destilada.

**Figura 5-** Tubérculos de *C. rotundus* triturados.



O óleo essencial foi extraído por hidrodestilação, em aparelho tipo Clevenger (MA 553/2000, Marconi Equipamentos para Laboratórios Ltda., Piracicaba, SP, Brasil), adaptado a balão de fundo redondo de 2 L (Figura 6). Para os tubérculos secos a extração foi conduzida durante 2h e para os

tubérculos frescos (controle) o processo durou 4h, definidos a partir de testes preliminares (a partir desse tempo o volume de óleo extraído manteve-se invariável).

**Figura 6-** Extração do óleo essencial dos tubérculos de *C. rotundus*.



Ao término da extração, o óleo essencial obtido foi coletado do Clevenger e transferido para um frasco âmbar (Figura 7). O óleo essencial, presente no hidrolato, foi recuperado com pentano (Neon, Suzano, São Paulo) e armazenado a -20 °C até ser analisado. Os rendimentos de óleo essencial foram expressos em porcentagem de óleo em relação à matéria seca do produto (% ms) usando a seguinte equação:

$$R (\% \text{ dm}) = \frac{\text{massa de óleo essencial (g)}}{\text{massa seca de tubérculos no extrator (g)}} \times 100 \quad \text{Equação 3}$$

**Figura 7-** Óleo essencial de *C. rotundus* obtido por hidrodestilação.



## 2.7 Análise qualitativa e quantitativa dos constituintes do óleo essencial

A identificação dos constituintes químicos do óleo essencial foi realizada por cromatografia gasosa acoplada ao espectrômetro de massa (CG-EM) em equipamento com detector seletivo de massa, modelo QP5050A (SHIMADZU, Tokyo, Japan), equipado com coluna cromatográfica SPB-5 (30 m x 0,25 mm x 0,25 µm), utilizando hélio como gás de arraste, a um fluxo de 1,8 mL min<sup>-1</sup>, razão de split de 1:10 e tempo de corte do solvente de 5 min. As temperaturas do injetor e do detector foram mantidas em 220 °C e 240 °C, respectivamente. A temperatura inicial da coluna foi mantida a 40 °C por 2 min, sendo aquecida a uma taxa de 3 °C min<sup>-1</sup> até 240 °C. No espectrômetro de massa, apenas íons com razão massa/carga (m/z) entre 35 e 400 foram detectados. O volume da amostra injetada foi de 1 µL, a uma concentração de 10.000 mg/L, usando diclorometano (Sigma-Aldrich, Steinheim, Germany) como solvente. Para a identificação dos compostos, os espectros de massas obtidos para cada composto foram comparados com os registrados no banco de dados do equipamento com os Índices de Retenção Linear ou de Kovatz (IK) calculados (Equação 4), comparados com os descritos na literatura (Adams, 2007; Kerebba et al. 2020; Zan et al., 2022; Janaki et al., 2018). Uma mistura de hidrocarbonetos (C7 a C30) (Sigma-Aldrich, Steinheim, Germany) foi analisada nas mesmas condições cromatográficas e os respectivos tempos de retenção serviram de base para o cálculo do IK dos componentes dos óleos essenciais.

$$KI = 100NC + 100\left(\frac{\log tr_x - \log tr_z}{\log tr_{(z+1)} - \log tr_z}\right) \quad \text{Equação 4}$$

em que,

KI: Índice de Kovatz;

NC: número de carbonos do hidrocarboneto imediatamente antes do componente avaliado;

tr<sub>x</sub>: tempo de retenção do componente avaliado;

tr<sub>z</sub>: tempo de retenção do hidrocarboneto imediatamente antes do componente avaliado; e

$t_{r(z+1)}$ : tempo de retenção do hidrocarboneto imediatamente após o componente avaliado.

## 2.8 Análise histoquímica

As amostras dos tubérculos frescos foram fixadas em solução de FAA<sub>50</sub> (formaldeído 37%, ácido acético glacial e álcool etílico 50%) durante 48 horas e armazenadas em álcool 70% (Kerebba et al., 2020). Na realização das análises histoquímicas, as amostras foram seccionadas transversalmente em micrótomo de mesa (LPC Rolemberg e Bherring) (Figura 13) com lâminas de aço inoxidável e submetido a diferentes corantes e reagentes.

Utilizou-se solução de Lugol para identificar o amido (Johansen, 1940); o azul de Alcian para detecção de paredes primárias (Johansen, 1940) e a Safranina e cloreto férrico para detecção de compostos fenólicos (Johansen, 1940). Além disso, para a identificação de lipídios foram utilizados solução de Sudam III, Sudan black B e Vermelho Neutro sob luz ultravioleta (Pearse, 1960).

As observações e obtenção das imagens foram realizadas em fotomicroscópio óptico (Olympus Optical AX70RF, Tóquio, Japão), equipado com sistema U-Photo com câmera digital acoplada (AxiaCan, Zeiss, Gena, Alemanha).

**Figura 8-** Cortes transversais dos tubérculos de *C. rotundus*.



### 3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

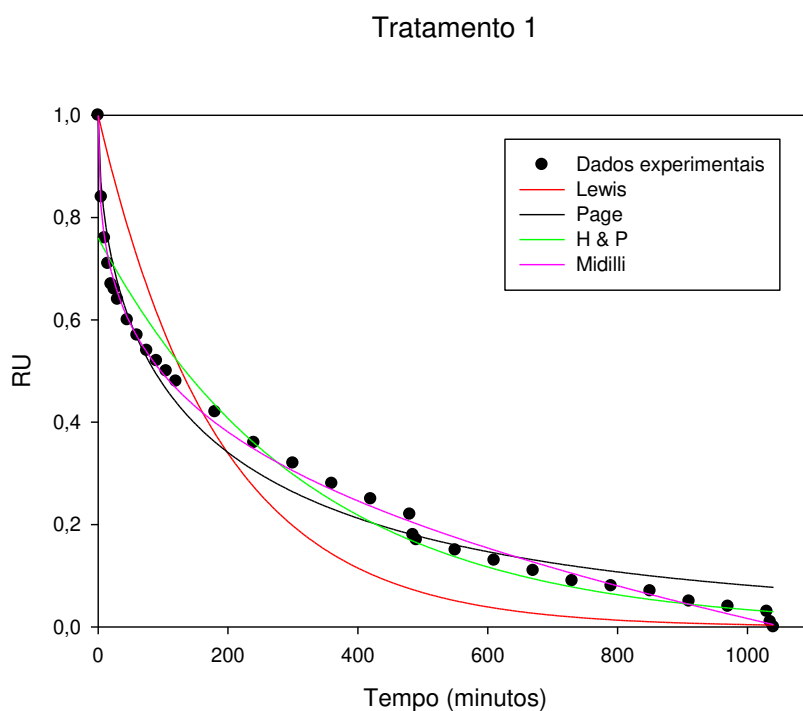
#### 3.1 Teor inicial de água

O teor de água das amostras de tubérculos de *C. rotundus* coletadas em campo foi de 64,6 %.

#### 3.2 Cinética de Secagem

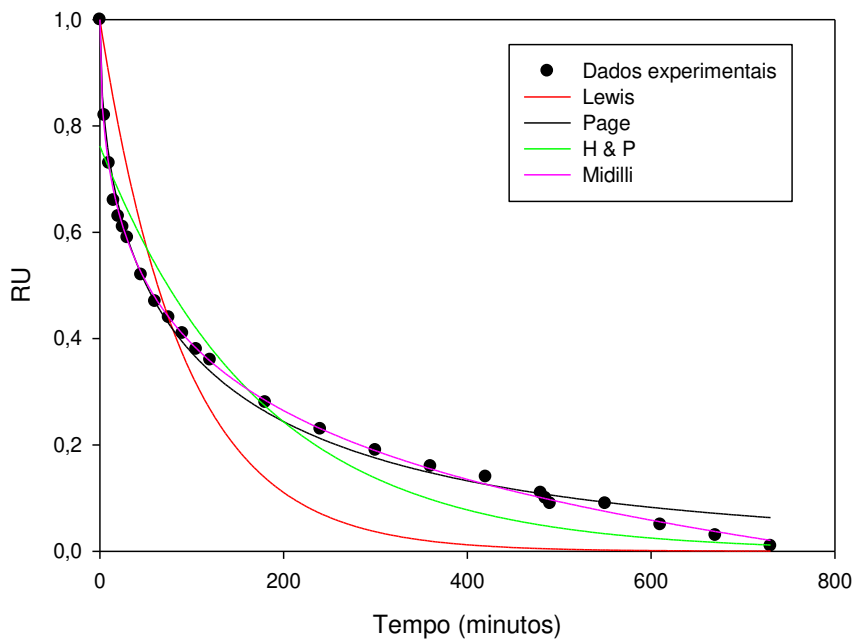
Para cada tratamento foram elaboradas curvas de secagem empregando dados experimentais e dados calculados segundo equações ajustadas conforme os modelos de Lewis, Page, Henderson & Pabis e Midilli, Figura 9.

**Figura 9** – Curvas de secagem de *Cyperus rotundus* em secador convectivo em diferentes condições para cada tratamento (DCCR). RU=Razão de Umidade. (Continua 1/7)

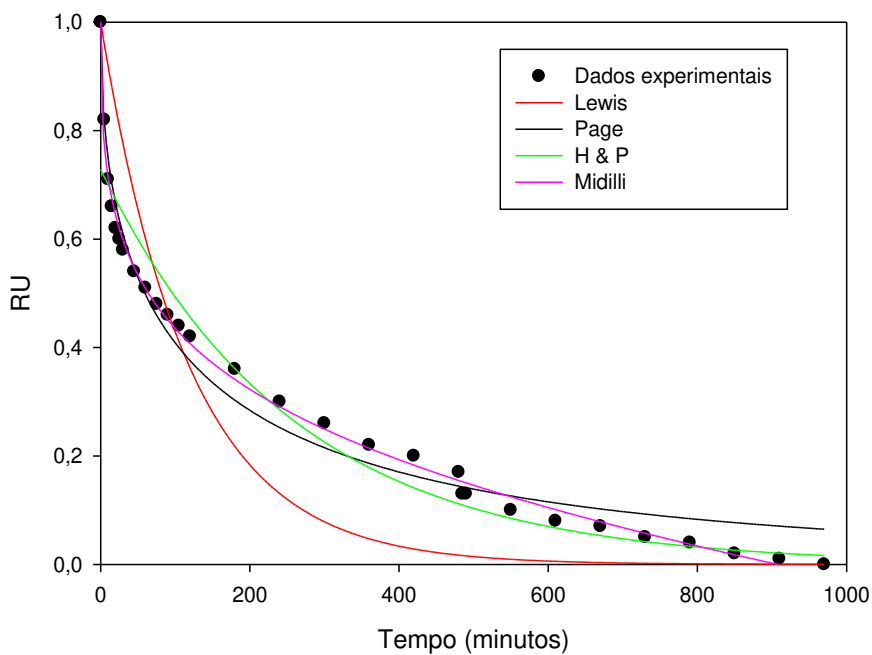


**Figura 9** – Curvas de secagem de *Cyperus rotundus* em secador convectivo em diferentes condições para cada tratamento (DCCR). RU=Razão de Umidade. (Continua 2/7)

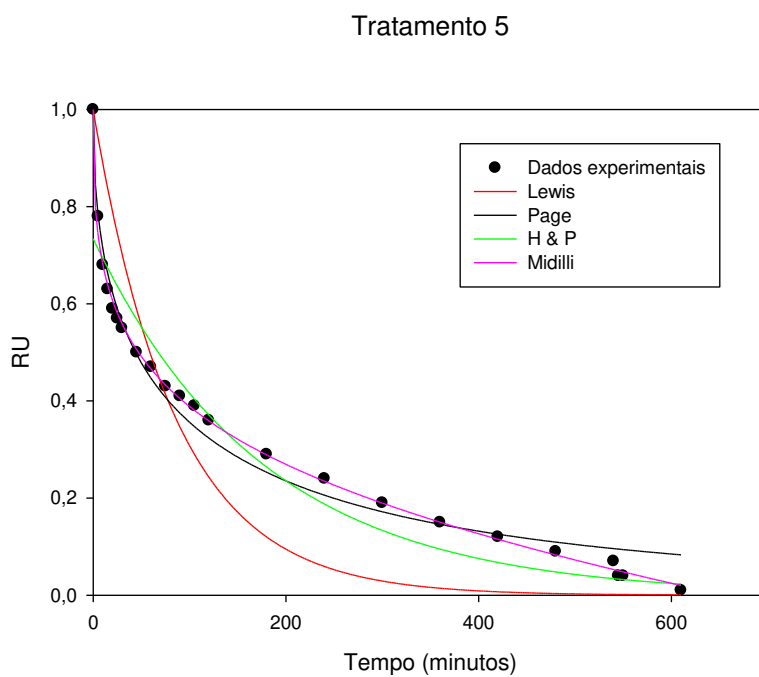
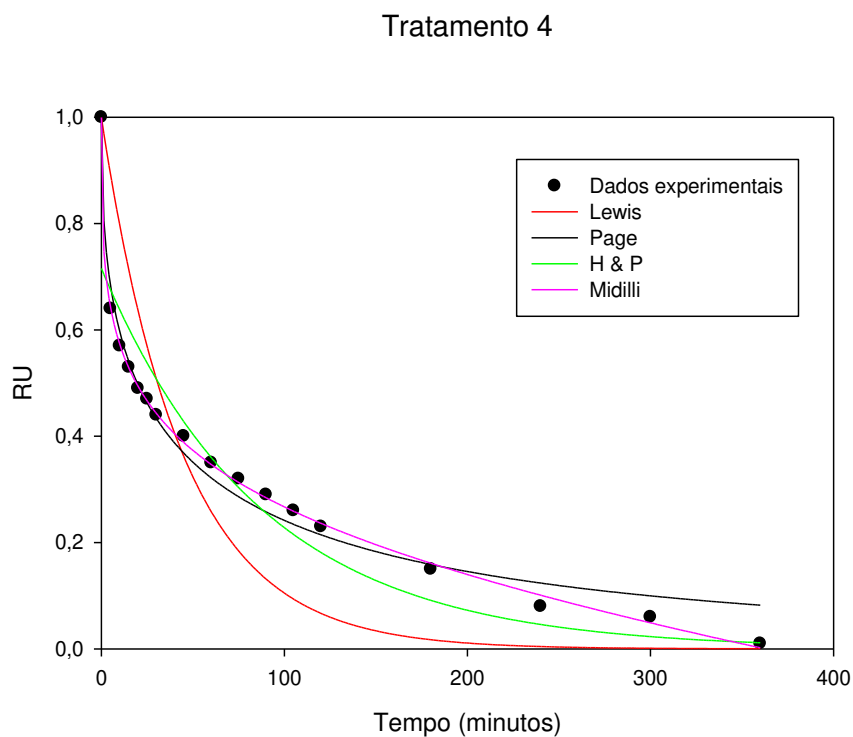
## Tratamento 2



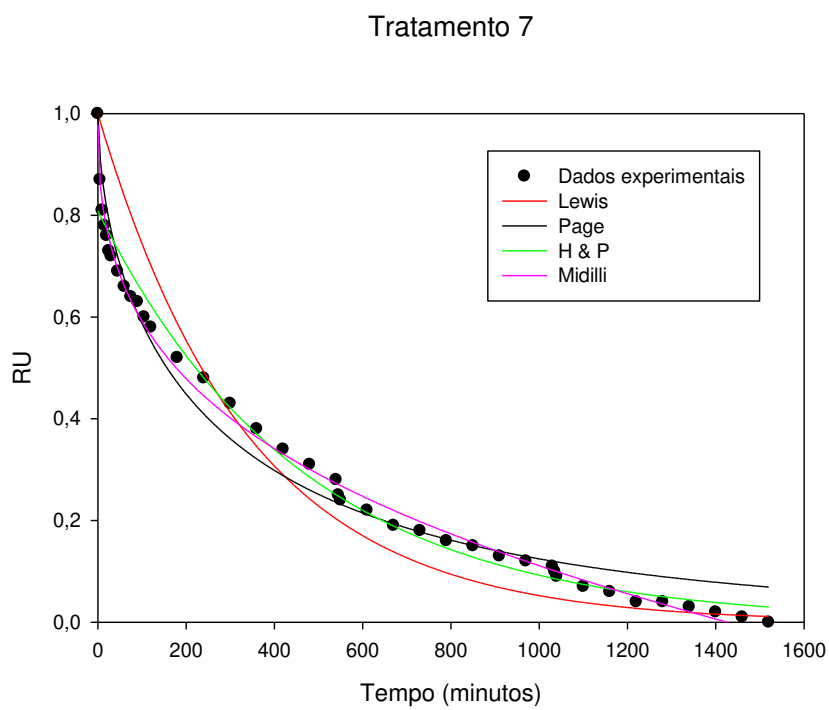
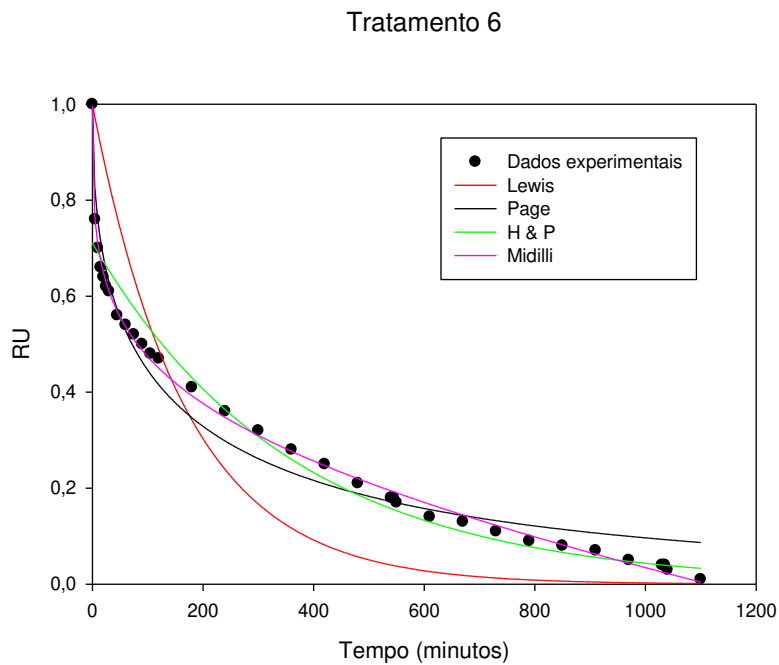
## Tratamento 3



**Figura 9** – Curvas de secagem de *Cyperus rotundus* em secador convectivo em diferentes condições para cada tratamento (DCCR). RU=Razão de Umidade. (Continua 3/7)

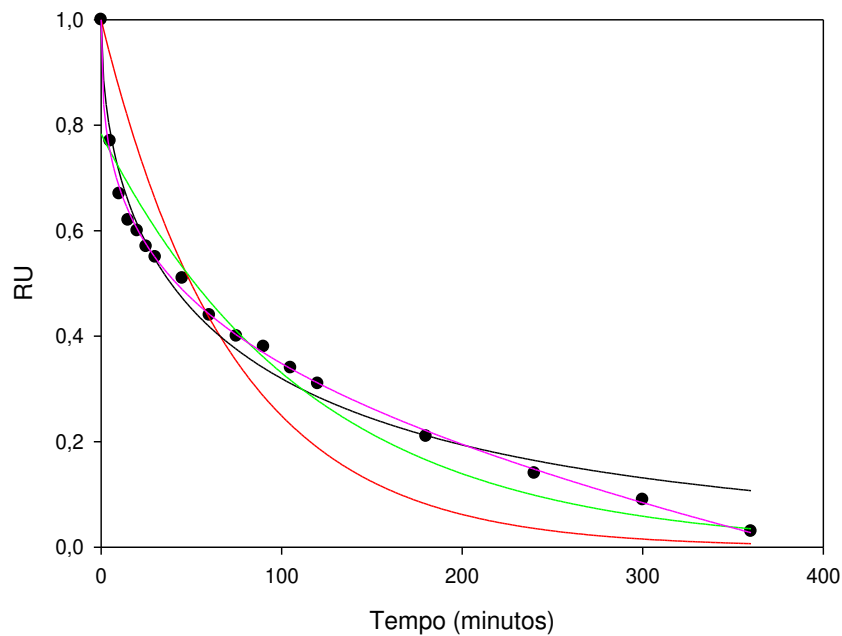


**Figura 9** – Curvas de secagem de *Cyperus rotundus* em secador convectivo em diferentes condições para cada tratamento (DCCR). RU=Razão de Umidade. (Continua 4/7)

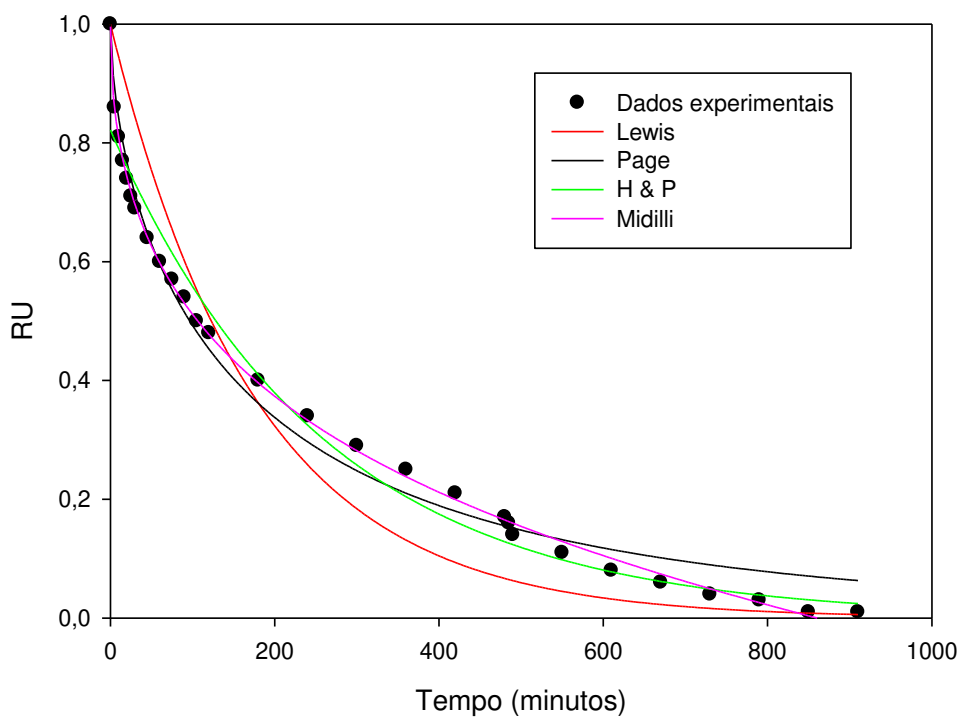


**Figura 9** – Curvas de secagem de *Cyperus rotundus* em secador convectivo em diferentes condições para cada tratamento (DCCR). RU=Razão de Umidade. (Continua 5/7)

### Tratamento 8

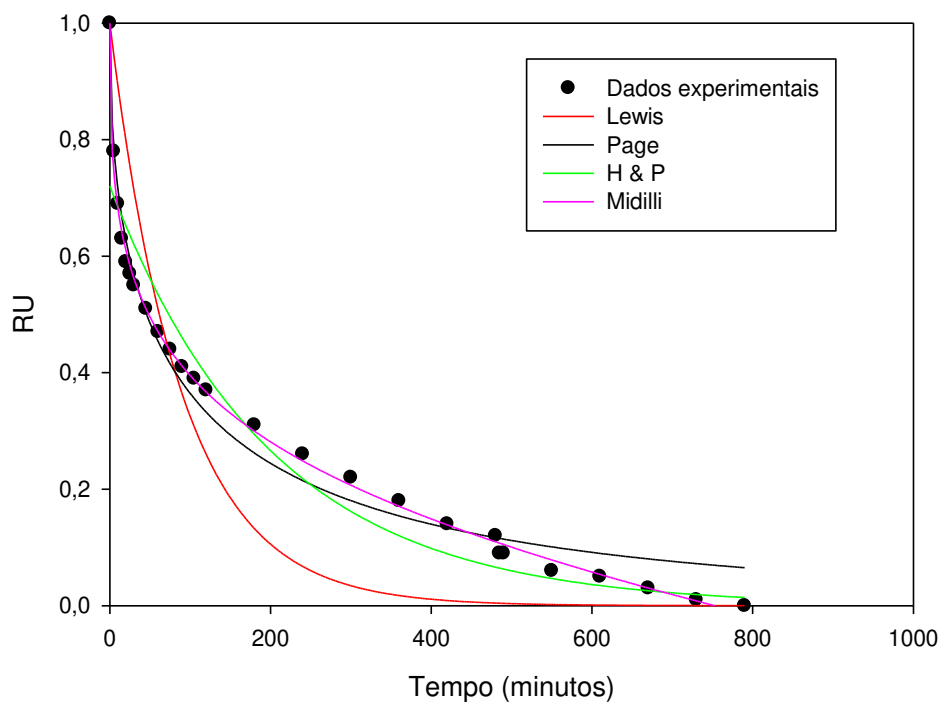


### Tratamento 9

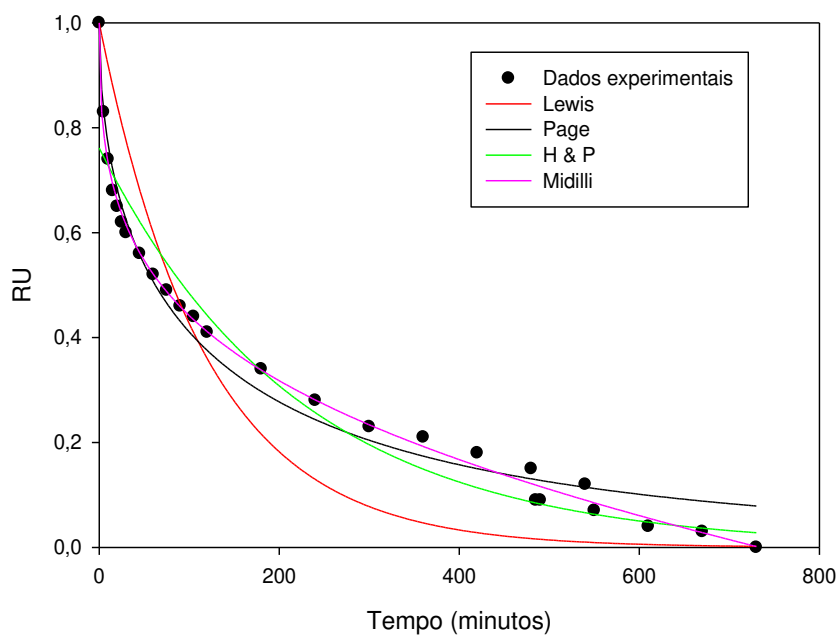


**Figura 9** – Curvas de secagem de *Cyperus rotundus* em secador convectivo em diferentes condições para cada tratamento (DCCR). RU=Razão de Umidade. (Continua 6/7)

## Tratamento 10

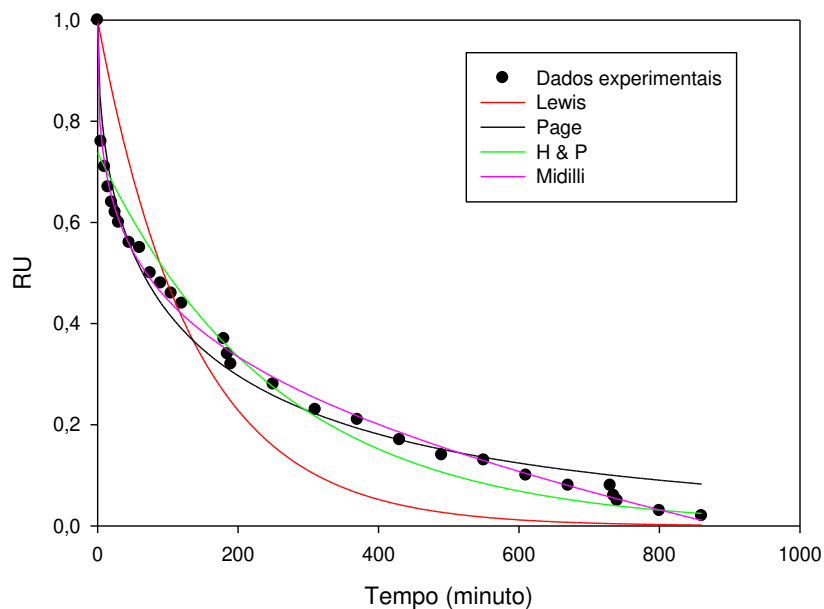


## Tratamento 11



**Figura 9** – Curvas de secagem de *Cyperus rotundus* em secador convectivo em diferentes condições para cada tratamento (DCCR). RU=Razão de Umidade. (Continua 7/7)

Tratamento 12



Os parâmetros estimados para os modelos ajustados são mostrados na Tabela 3. Observou-se que os modelos de Lewis e H&P apresentaram os menores valores de coeficientes de determinação ajustado ( $R^2_{ajust.}$ ) e os maiores valores para o erro padrão da estimativa.

**Tabela 3** – Modelos ajustados, coeficientes de determinação ajustados ( $R^2_{ajust}$ ) e erro padrão da regressão (S) na secagem de *Cyperus rotundus* (Tiririca). (Continua 1/2)

Tratamento	Modelo	Equação ajustada	$R^2_{ajust}$	SE
1	Lewis	$RU = e^{-0,0054t}$	0,8049	0,1241
	Page	$RU = e^{(-0,0664t)^{0,5257}}$	0,9791	0,0406
	H&P	$RU = 0,7601e^{-0,0031t}$	0,9576	0,0579
	Midilli	$RU = 0,9996e^{-0,1107t} - 0,0002t$	0,9965	0,0167
2	Lewis	$RU = e^{-0,0110t}$	0,8270	0,1148
	Page	$RU = e^{(-0,0906t)^{0,5182}}$	0,9943	0,0207
	H&P	$RU = 0,7623e^{-0,0057t}$	0,9343	0,0707
	Midilli	$RU = 1,0069e^{-0,1177t} - 0,0001t$	0,9986	0,0104
3	Lewis	$RU = e^{-0,0085t}$	0,7642	0,1325
	Page	$RU = e^{(-0,0931t)^{0,4915}}$	0,9793	0,0393
	H&P	$RU = 0,7287e^{-0,0039t}$	0,9362	0,0690
	Midilli	$RU = 1,0043e^{-0,1450t} - 0,0002t$	0,9957	0,0179
4	Lewis	$RU = e^{-0,0225t}$	0,6680	0,1415
	Page	$RU = e^{(-0,1866t)^{0,4407}}$	0,9816	0,0333
	H&P	$RU = 0,7157e^{-0,0114t}$	0,8671	0,0895
	Midilli	$RU = 0,9992e^{-0,2586t} - 0,0005t$	0,9986	0,0091
5	Lewis	$RU = e^{-0,0118t}$	0,7588	0,1310
	Page	$RU = e^{(-0,1101t)^{0,4860}}$	0,9835	0,0343
	H&P	$RU = 0,7339e^{-0,0057t}$	0,9213	0,0748
	Midilli	$RU = 1,0047e^{-0,1681t} - 0,0003t$	0,9979	0,0122
6	Lewis	$RU = e^{-0,0060t}$	0,6963	0,01442
	Page	$RU = e^{(-0,0962t)^{0,4619}}$	0,9727	0,0432
	H&P	$RU = 0,7109e^{-0,0028t}$	0,9451	0,0613
	Midilli	$RU = 0,9958e^{-0,1641t} - 0,0002t$	0,9977	0,0127

**Tabela 3** – Modelos ajustados, coeficientes de determinação ajustados ( $R^2_{ajust}$ ) e erro padrão da regressão (S) na secagem de *Cyperus rotundus* (Tiririca). (Continua2/2)

Tratamento	Modelo	Equação ajustada	$R^2_{ajust}$	SE
<b>7</b>	Lewis	$RU = e^{-0,0030t}$	0,8847	0,0994
	Page	$RU = e^{(-0,0345t^{0,5937})}$	0,9782	0,0432
	H&P	$RU = 0,8085e^{-0,0022t}$	0,9804	0,0410
	Midilli	$RU = 0,9784e^{-0,0583t^{0,4578}} - 0,0001t$	0,9963	0,0177
<b>8</b>	Lewis	$RU = e^{-0,0139t}$	0,7770	0,1199
	Page	$RU = e^{(-0,1019t^{0,5245})}$	0,9819	0,0341
	H&P	$RU = 0,7836e^{-0,0086t}$	0,9251	0,0695
	Midilli	$RU = 1,0009e^{-0,1535t^{0,3863}} - 0,0005t$	0,9979	0,0117
<b>9</b>	Lewis	$RU = e^{-0,0056t}$	0,8973	0,0968
	Page	$RU = e^{(-0,0414t^{0,6167})}$	0,9871	0,0343
	H&P	$RU = 0,8218e^{-0,0039t}$	0,9743	0,0484
	Midilli	$RU = 0,9957e^{-0,0662t^{0,4890}} - 0,0002t$	0,9986	0,0112
<b>10 (repetição)</b>	Lewis	$RU = e^{-0,0112t}$	0,7600	0,1316
	Page	$RU = e^{(-0,1099t^{0,4814})}$	0,9823	0,0357
	H&P	$RU = 0,7203e^{-0,0050t}$	0,9239	0,0741
	Midilli	$RU = 1,0046e^{-0,1665t^{0,3615}} - 0,0002t$	0,9975	0,0133
<b>11 (repetição)</b>	Lewis	$RU = e^{-0,0085t}$	0,8056	0,1225
	Page	$RU = e^{(-0,0783t^{0,5276})}$	0,9818	0,0375
	H&P	$RU = 0,7615e^{-0,0045t}$	0,9421	0,0669
	Midilli	$RU = 1,0071e^{-0,1297t^{0,3856}} - 0,0003t$	0,9958	0,0181
<b>12 (repetição)</b>	Lewis	$RU = e^{-0,0074t}$	0,7631	0,1280
	Page	$RU = e^{(-0,0890t^{0,4930})}$	0,9801	0,0371
	H&P	$RU = 0,7379e^{-0,0040t}$	0,9474	0,0603
	Midilli	$RU = 0,9931e^{-0,1384t^{0,3679}} - 0,0002t$	0,9968	0,0149

O modelo de Midilli apresentou valores elevados para o coeficiente de determinação ajustado em todos os tratamentos, ultrapassando 99%. Entre todos os modelos testados, o de Midilli apresentou as menores magnitudes de

desvio padrão para todas as temperaturas e tempos ultrassônicos utilizados. Quanto menor o valor de SE e quanto maiores os valores de  $R^2$ , melhor a qualidade de ajuste do modelo em relação aos dados observados (Cui et al., 2020). Isso indica uma representação satisfatória desse modelo para o processo de secagem estudado.

Portanto, para o presente estudo, dentre os modelos testados, o modelo de Midilli foi o que melhor descreveu a cinética de secagem de *Cyperus rotundus* em todos os tratamentos.

Em estudos com outras espécies, como frutos de *Schinus terebinthifolius* (Albuquerque et al., 2024), folhas de *Piper umbellatum* L. (Dorneles et al., 2019) cogumelo shiitake (Shishir et al. 2020), algas (Jia et al., 2018), partes inteiras de pimenta caiena (Hempattarasuwan et al., 2020), framboesas (Mierzwa et., 2019) e fatias de cebola (Maftoonazad et al., 2022), o modelo Midilli também foi o que melhor se ajustou aos dados experimentais de secagem.

Segundo Goneli et al. (2014), o melhor ajuste do modelo de Midilli aos dados experimentais de secagem de plantas medicinais e alimentícias, provavelmente, está relacionado à rápida perda de água, nos estádios iniciais do processo, obtendo uma curva de secagem mais acintosa e mais bem caracterizada, matematicamente, por este modelo.

### **3.3 Otimização do processo de secagem dos tubérculos de *Cyperus rotundus***

#### **3.3.1 Tempo de secagem**

Para estimar o tempo efetivo de secagem dos tubérculos de *C. rotundus*, empregando o modelo ajustado conforme o modelo de Midilli, considerou-se o tempo de secagem correspondente ao período em que a razão de umidade decresce de um para zero, conforme descrito na Equação 5.

$$a e^{-kt^n} + bt = 0 \quad \text{Equação 5}$$

No contexto da modelagem matemática, definir  $MR = 0$  como o ponto final de secagem fornece um critério padrão e consistente para comparar diferentes processos de secagem e prever o comportamento do material durante a secagem. Além disso, embora a secagem completa na prática seja desafiadora, essa condição teórica fornece uma base para calcular o tempo

necessário para reduzir a umidade a níveis desejáveis ou seguros para armazenamento e consumo.

Para a solução da equação, foi utilizado o método de Newton, usando como critério de convergência uma tolerância igual a  $10^{-8}$ . Os resultados encontrados para os tempos de secagem são apresentados na Tabela 4.

**Tabela 4** – Tempos de secagem dos tubérculos de *C. rotundus* nas diferentes condições de cada tratamento.

Tratamento	Duração do banho de ultrassom (min)	Temperatura do ar de secagem (°C)	Tempo efetivo de secagem (min)
1	6	44	1050
2	6	66	805
3	34	44	911
4	34	66	367
5	0	55	655
6	40	44	1119
7	20	40	1422
8	20	70	389
9*	20	55	860
10*	20	55	751
11*	20	55	735
12*	20	55	893

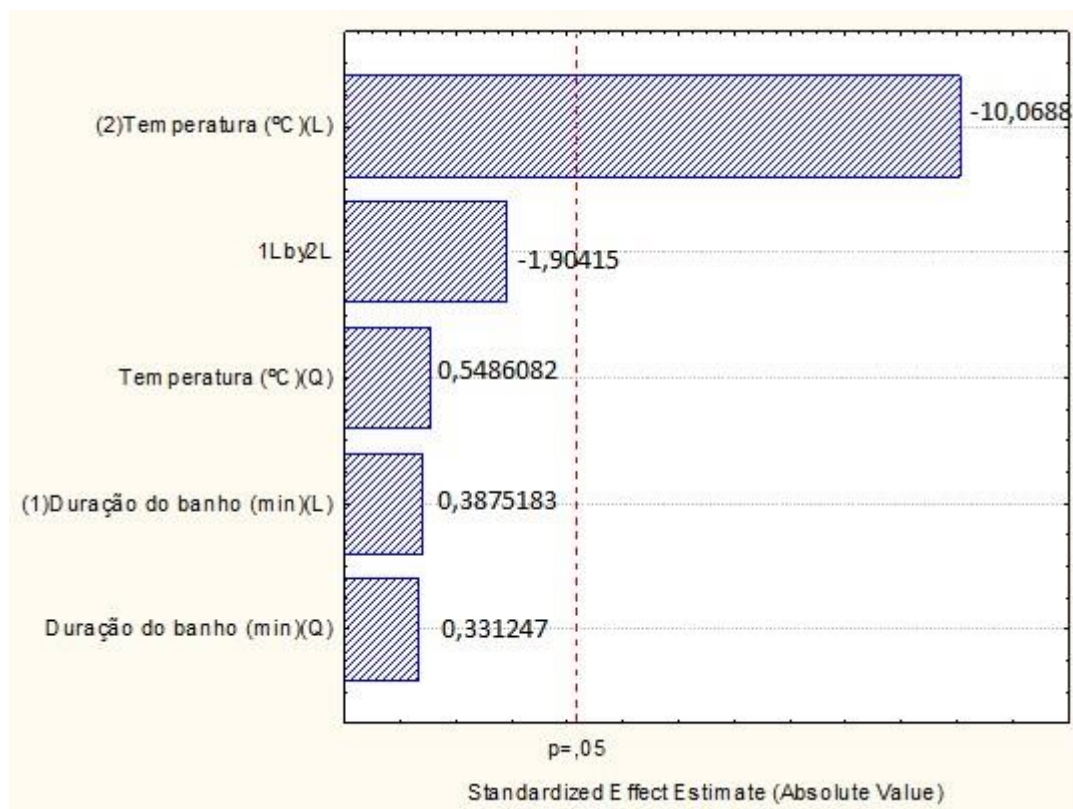
\*Ponto central e suas repetições

Pode-se observar (Tabela 4), que na menor temperatura (40 °C) obteve-se o maior tempo de secagem (1422 min) e o menor tempo de secagem foi na temperatura de 66 °C. Em relação ao pré-tratamento de ultrassom, para uma mesma temperatura (55 °C), observou-se o menor tempo de secagem quando não se aplicou o pré-tratamento de ultrassom. Estudos de secagem de tubérculos de *C. rotundus*, à sombra, em temperatura ambiente, relatam a duração do processo de 7 dias (Zoghbi et al., 2008) e 5 dias, respectivamente (Kempraj e Bhat, 2008).

Pelo delineamento composto central rotacional (DCCR), observou-se, que somente o fator temperatura (L) foi diretamente responsável pela modificação no tempo de secagem (Figura 9). Assim, pode-se afirmar que a temperatura de secagem linear tem o maior efeito negativo no tempo de secagem. Isso significa

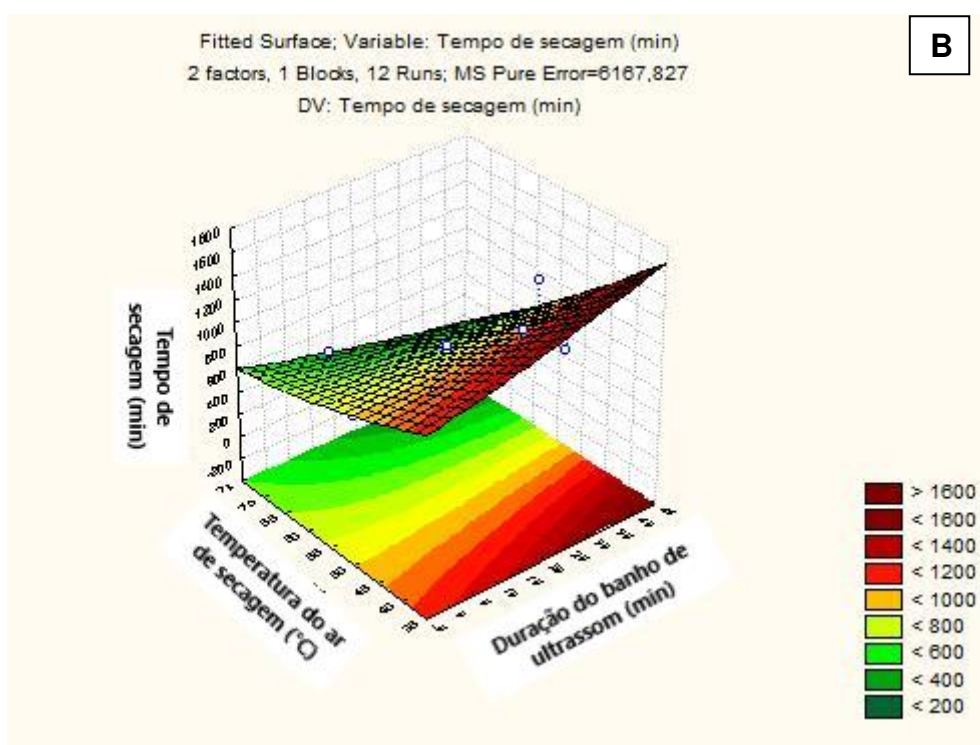
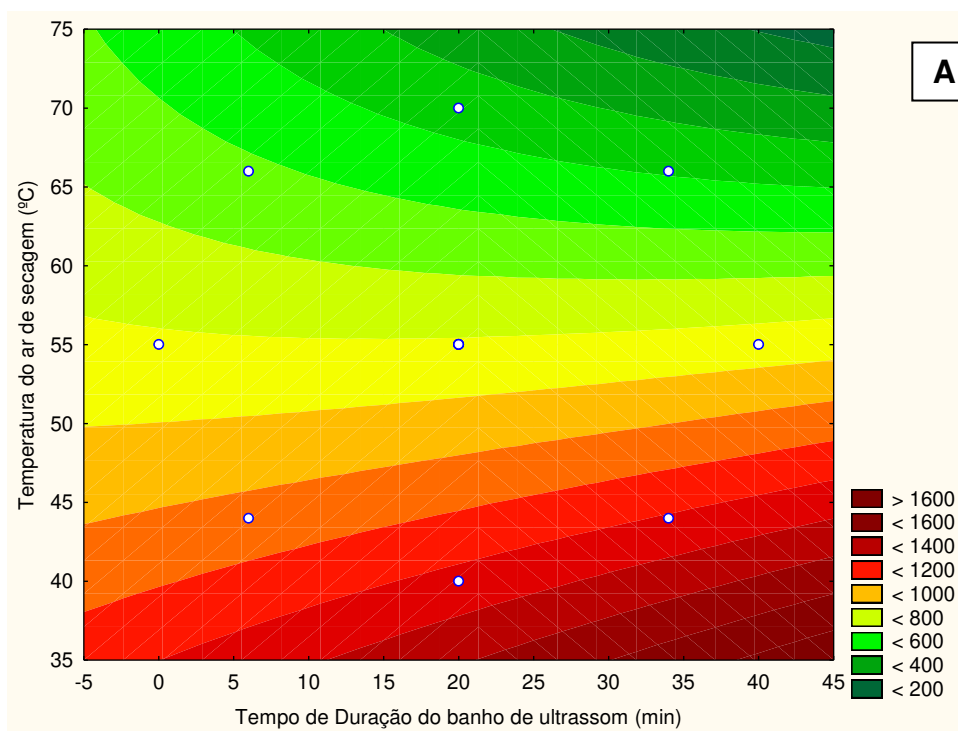
que o aumento da temperatura de secagem tende a reduzir significativamente o tempo necessário para secar os tubérculos de *C. rotundus*.

**Figura 9-** Diagrama de Pareto para os efeitos dos parâmetros de processo no tempo de secagem dos tubérculos de *C. rotundus*.



A Figura 10 ilustra as superfícies de contorno e de resposta. Observa-se que os menores valores de tempo de secagem foram obtidos nas maiores temperaturas do ar de secagem e nos maiores tempos de exposição ao pré-tratamento de ultrassom.

**Figura 10-** Gráfico de contorno (A) e superfície de resposta (B) para os efeitos dos parâmetros de processo no tempo de secagem dos tubérculos de *C. rotundus*.



Em termos práticos, um bom modelo precisa ter uma regressão significativa e uma falta de ajustamento não significativa (Bezerra et al., 2008), elevado coeficiente de determinação ( $R^2$ ), além de baixo coeficiente de variação (inferiores a 20%) (Zakaria et al., 2021). Os coeficientes (analisados pelo teste  $t$  de Student ( $p < 0,05$ )) que compõem o modelo de tempo de secagem de óleo essencial de *C. rotundus* são apresentados na Tabela 5.

**Tabela 5** – Coeficientes de regressão estimados para efeito linear (L), quadrático (Q) e efeito da interação (UxT) para Duração de banho de ultrassom (U) e Temperatura de secagem (T) sobre tempo de secagem de óleo essencial de *C. rotundus*.

Fatores	Coeficientes	Tempo de secagem	P
	$\beta_0$	2155,216	0,089
Pré-tratamento de ultrassom (min)(L)	$\beta_1$	25,409	0,199
Pré-tratamento de ultrassom (min)(Q)	$\beta_1^2$	0,051	0,762
Temperatura ( $^{\circ}$ C)(L)	$\beta_2$	-32,510	0,362
Temperatura ( $^{\circ}$ C)(Q)	$\beta_2^2$	0,149	0,621
U x T	$\beta_1\beta_2$	-0,486	0,153
	$R^2$	0,687	-
	CV	26,84 %	-

CV: Coeficiente de Variação experimental.  $R^2$ : Coeficiente de determinação. p: p-valor do teste  $t$  para significância dos coeficientes de regressão (não significativo:  $p > 0,05$ ).

Para o tempo de secagem, o coeficiente de determinação ( $R^2$ ) foi de 0,687 o que refletiu um ajuste ruim. O coeficiente de variação experimental (CV) para o tempo de secagem foi superior a 20%, indicando a variabilidade aleatória dos dados. Além disso, os coeficientes de regressão não foram significativos a 5% de probabilidade.

Com esses resultados, os efeitos não significativos foram retirados do modelo a fim de melhorar o ajuste. Somente o coeficiente de efeito linear de temperatura foi significativo, assim, foi possível descrever a variação no tempo de secagem em função da temperatura através do modelo ajustado (Equação 6).

$$t = 2252,843 - (25,874 \times T) \quad \text{Equação 6}$$

em que,

t: tempo de duração da secagem (min);

T: temperatura do ar de secagem (°C).

### 3.3.2 Rendimento do óleo essencial

Os resultados encontrados para os rendimentos do óleo essencial são apresentados na Tabela 6.

**Tabela 6**– Rendimento do óleo essencial dos tubérculos de *C. rotundus* nas diferentes condições de tratamento.

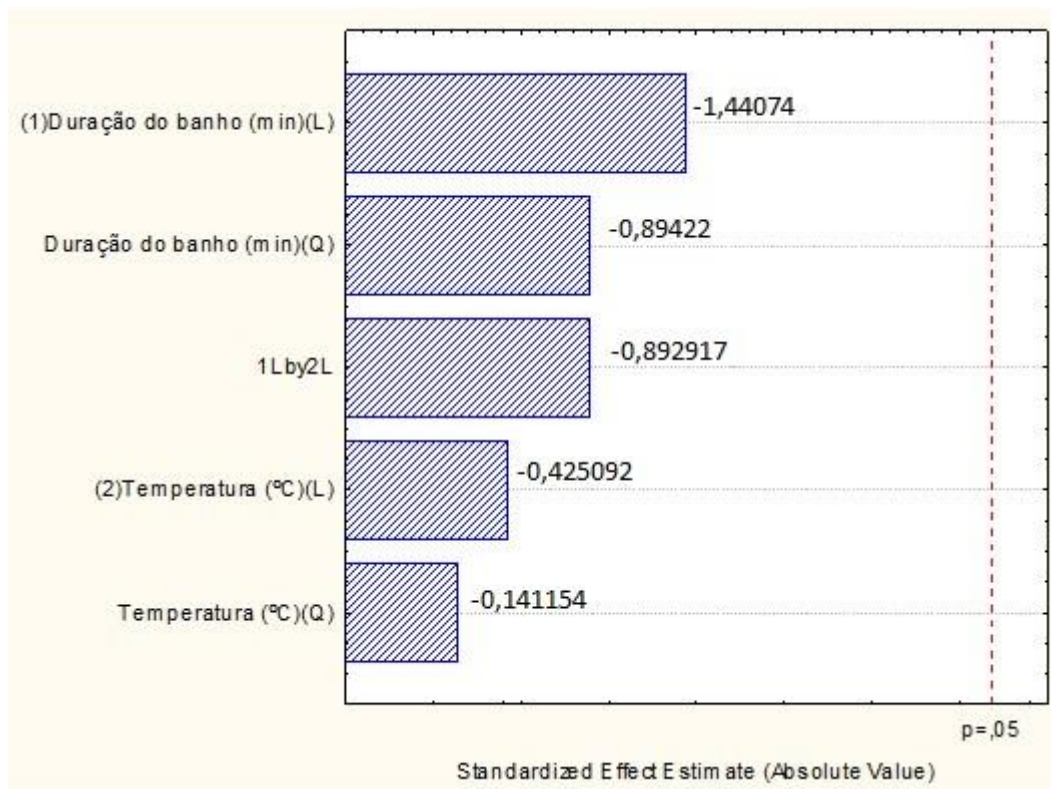
<b>Tratamento</b>	<b>Pré-tratamento de ultrassom (min)</b>	<b>Temperatura do ar de secagem (°C)</b>	<b>Rendimento de óleo essencial (% m/m)</b>
<b>1</b>	6	44	0,063
<b>2</b>	6	66	0,133
<b>3</b>	34	44	0,066
<b>4</b>	34	66	0,002
<b>5</b>	0	55	0,139
<b>6</b>	40	55	0,013
<b>7</b>	20	40	0,158
<b>8</b>	20	70	0,087
<b>9*</b>	20	55	0,097
<b>10*</b>	20	55	0,158
<b>11*</b>	20	55	0,013
<b>12*</b>	20	55	0,183
<b>Controle (tubérculos frescos)</b>	-	-	0,157

\*Ponto central e suas repetições

Na Tabela 6, observa-se também, que a menor porcentagem de rendimento ocorreu na temperatura de 66 °C e tempo pré-tratamento de ultrassom de 34 min. Obteve-se o maior rendimento de óleo essencial (0,183%), na temperatura de 55 °C e tempo pré-tratamento de ultrassom de 20 min. Esse valor de rendimento foi próximo ao obtido por Ghannadi et al. (2012), 0,2% e maior que o rendimento encontrado por Duarte et al. (2005), de 0,15%. Além disso, o maior percentual de rendimento de óleo essencial foi superior ao rendimento obtido com os tubérculos frescos (0,157%).

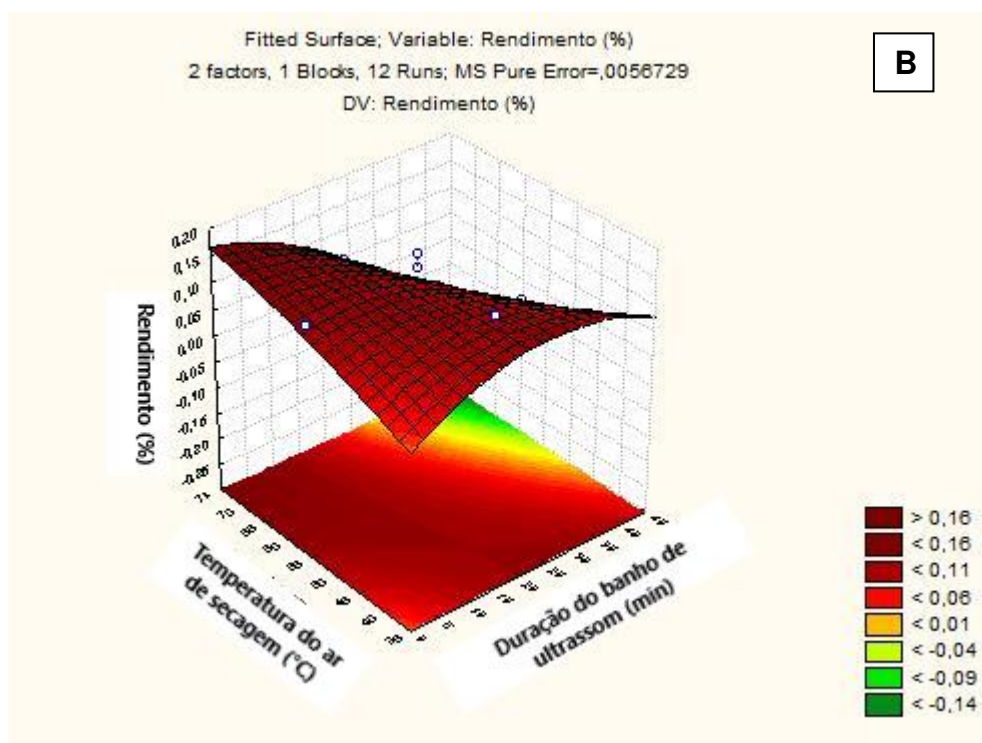
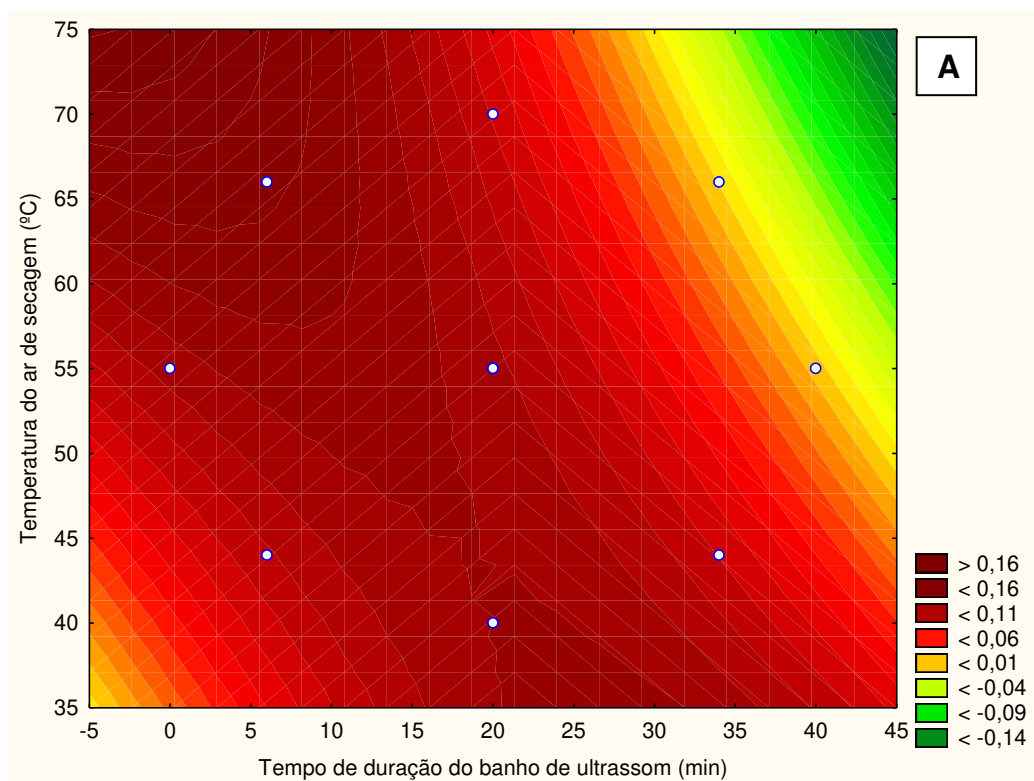
Através no delineamento composto central rotacional (DCCR), observou-se que nenhum fator apresentou efeito significativo diante do rendimento do óleo essencial (Figura 11).

**Figura 11-** Diagrama de Pareto para os efeitos dos parâmetros de processo no rendimento do óleo essencial de *C. rotundus*.



A Figura 12 ilustra as superfícies de contorno. Os maiores rendimentos de óleo essencial foram obtidos nas faixas de maiores temperaturas de secagem e menores tempos de exposição ao pré-tratamento de ultrassom.

**Figura 12-** Gráfico de contorno (A) e superfície de resposta (B) para os efeitos dos parâmetros de processo de rendimento do óleo essencial de *C. rotundus*.



Os coeficientes (analisados pelo teste *t* de Student ( $p < 0,05$ ) que compõem o modelo de rendimento de óleo essencial de *C. rotundus* são apresentados na Tabela 7.

**Tabela 7** – Coeficientes de regressão estimados para efeito linear (L), quadrático (Q) e efeito da interação (UxT) para Duração de banho de ultrassom (U) e Temperatura de secagem (T) sobre rendimento de óleo essencial.

Fatores	Coeficientes	Rendimento de óleo essencial	<i>p</i>
	$\beta_0$	-0,180	0,843
Pré-tratamento de ultrassom (min)(L)	$\beta_1$	0,015	0,397
Pré-tratamento de ultrassom (min)(Q)	$\beta_1^2$	$-1,33 \times 10^{-4}$	0,437
Temperatura (°C)(L)	$\beta_2$	0,007	0,817
Temperatura (°C)(Q)	$\beta_2^2$	$-3,7 \times 10^{-5}$	0,897
U x T	$\beta_1\beta_2$	$2,18 \times 10^{-4}$	0,438
	$R^2$	0,509	-
	CV	63,71%	-

CV: Coeficiente de Variação experimental.  $R^2$ : Coeficiente de determinação. *p*: *p*-valor do teste *t* para significância dos coeficientes de regressão (não significativo:  $p > 0,05$ ).

O coeficiente de variação experimental (CV) para o rendimento de extração foi superior a 20%, indicando a variabilidade aleatória dos dados. Além disso, os coeficientes de regressão não foram significativos a 5% de probabilidade.

Com esses resultados, os efeitos não significativos foram retirados do modelo a fim de melhorar o ajuste, porém não apresentou alteração nos resultados.

A eficácia do pré-tratamento de ultrassom está relacionada a capacidade de melhorar os fenômenos de transporte de massa, reduzindo assim o tempo e o custo do processo. Com isso, essa técnica pode ser utilizada para a secagem de plantas medicinais, melhorando a qualidade do produto desejado. Na literatura não foi encontrado trabalhos relacionados ao uso do pré-tratamento de ultrassom nos tubérculos de *C. rotundus*. Entretanto, Garcia-Perez et al. (2006) abordaram o uso do ultrassom durante a fluidização da cenoura, concluindo que o ultrassom não teve impacto significativo no processo de secagem, uma vez que o campo ultrassônico foi interrompido pela turbulência do fluxo de ar em

altas velocidades do ar (>2 m / s). Galvão, Rodrigues e Fernandes (2020) relatam que a eficácia do pré-tratamento ultrassônico no processamento radicular, como cenoura, mandioca e outros, pode ser desafiadora devido ao impacto reduzido do ultrassom em estruturas teciduais mais duras e menos porosas.

Zotti-Sperotto et al. (2020) constataram que o pré-tratamento ultrassônico reduziu o tempo de secagem, maximizou o rendimento do óleo essencial de folhas *Varronia curassavica*. Todavia, o rendimento de óleo essencial de folhas de *Ocimum gratissimum* apresentou redução significativa. Assim, os efeitos induzidos pelo pré-tratamento ultrassônico são diferentes para cada espécie medicinal.

Portanto, os resultados do presente estudo nos levam a concluir que não foi possível ajustar um modelo a fim de obter um tempo de pré-tratamento de ultrassom e temperatura de secagem que otimize tanto o rendimento do óleo essencial quanto o tempo de secagem dos tubérculos de *C. rotundus*. Porém, neste trabalho obteve-se resultados importantes que contribuirão para estudos futuros.

#### **3.4 Análise quantitativa e qualitativa do óleo essencial dos tubérculos de *C. rotundus***

Na Tabela 8 constam os constituintes químicos do óleo essencial extraído dos tubérculos de *C. rotundus* nos diferentes tratamentos.

No óleo essencial de *C. rotundus*, 24 compostos foram identificados, correspondendo a mais de 70% das áreas totais dos picos resultantes da leitura cromatográfica. A maior parte da fração do óleo obtido é formado por sesquiterpenos. Nos doze tratamentos de secagem avaliados, em onze os compostos 3,4-dimetil-3-ciclohexen-1-carboxaldeído, óxido de cariofileno e  $\alpha$ -ciperona foram encontrados em maiores concentrações (entre 17,85-25,38%; 17,27-25,26%; 4,95-11,34%, respectivamente); no tratamento 11 os componentes majoritários foram o óxido de cariofileno (23,40%), 3,4-dimetil-3-ciclohexen-1-carboxaldeído (21,5%) e humuleno (8,41%). Em contraste, o óleo proveniente dos tubérculos frescos continha os seguintes compostos principais: 3,4-dimetil-3-ciclohexen-1-carboxaldeído (19,43%), óxido de cariofileno (18,38%) e  $\alpha$ -selineno (9,46%).

Os estudos sobre a composição química do óleo essencial de *C. rotundus* revelam uma grande variação nos principais componentes conforme a parte da planta utilizada e seu estado (fresco ou seco). Samra et al. (2020) identificaram

o epóxido de humuleno (38,43%) e o óxido de cariofileno (21,03%) como principais constituintes nos rizomas frescos da planta no Egito. Já Liu et al. (2016), ao analisarem rizomas secos, destacaram a presença de  $\alpha$ -ciperona (29,38%), cipereno (13,97%), óxido de cariofileno (6,71%) e  $\beta$ -selineno (6,47%) entre os 35 compostos encontrados. Essa predominância da  $\alpha$ -ciperona também foi observada por Al-Massarani et al. (2016), que estudaram os óleos essenciais extraídos de tubérculos frescos e identificaram como principais constituintes a  $\alpha$ -ciperona (21,1%) e o óxido de cariofileno (3,5%). Nos tubérculos secos, Ghannadi et al. (2012) apontaram o cipereno (16,9%), o óxido de cariofileno (8,9%) e o  $\alpha$ -longipinano (8,4%) como compostos predominantes. Em relação aos rizomas secos, Janaki et al. (2018) destacaram a elemenona (13,59%), a  $\alpha$ -ciperona (13,41%) e o óxido de cariofileno (13,03%), enquanto Zhang et al. (2017) observaram uma maior concentração de  $\alpha$ -ciperona (38,46%), cipereno (12,84%) e  $\alpha$ -selineno (11,66%). Em uma análise realizada por El-Gohary (2004) revelaram a presença de 52 componentes nos óleos essenciais dos tubérculos de *C. rotundus*, extraídos por hidrodestilação, representando 99,21% da composição total dos óleos. Como resultado, (+) oxo- $\alpha$ -ilangeno (9,35%), (+)  $\alpha$ -ciperona (9,07%) transpinocarveol (7,92%) e cipereno (7,83%) foram os principais constituintes do óleo da planta. O autor observou também a presença de cariofileno, cariofileno, óxido de cariofileno,  $\beta$ -pineno, 1,8-cineol,  $\alpha$ -copaeno,  $\alpha$ -ciperona,  $\alpha$ -humuleno, cipereno e  $\beta$ -silineno nos óleos essenciais de *C. rotundus*. Nesse experimento, os sesquiterpenos constituíram a maior parte dos óleos, resultado semelhante ao deste estudo.

Complementando essas investigações, Jirovetz et al. (2004) estudaram os óleos essenciais extraídos de raízes e tubérculos frescos no sul da Índia, obtendo os compostos principais  $\alpha$ -copaeno (11,4%), valeranal (9,8%), óxido de cariofileno (9,7%), cipereno (8,4%), nootkatone (6,7%) e trans-pinocarveol (5,2%), reforçando a diversidade química de *C. rotundus* conforme o local e as condições de coleta.

**Tabela 8-** Composição química do óleo essencial dos tubérculos de *C. rotundus* coletados, submetidas a diferentes temperaturas de ar de secagem e tempos de pré-tratamento com banho ultrassônico. (Continua 1/2)

Compostos	KI <sup>c</sup>	KI <sup>t</sup>	Controle (Fresco)	Trat. 1	Trat. 2	Trat. 3	Trat. 4	Trat. 5	Trat. 6	Trat. 7	Trat. 8	Trat. 9*	Trat. 10*	Trat. 11*	Trat. 12*
Área Relativa (%)															
Cipereno	1394	1398	1,99	0,23	-	-	-	0,76	0,82	0,87	1,04	0,65	0,79	0,77	0,73
β-Cariofileno	1415	1408	3,93	2,98	0,53	0,34	-	1,64	2,89	2,31	2,19	2,37	2,65	3,42	1,87
Humuleno	1453	1454	8,86	6,20	2,36	1,33	0,66	3,80	6,21	4,89	4,57	5,29	5,56	8,41	4,18
Rotundeno	1457	1459	0,53	0,07	-	-	-	0,29	0,29	0,34	0,38	0,28	0,27	0,27	0,28
β-Selineno	1485	1490	6,56	3,14	2,00	0,55	-	2,91	2,96	3,43	0,99	5,18	4,15	3,94	3,13
α-Selineno	1495	1498	9,46	5,45	3,11	-	0,93	-	-	4,24	4,64	5,06	5,01	6,34	4,15
α-Bulneseno	1509	1509	1,67	1,32	-	-	-	-	1,27	1,08	1,09	1,16	1,16	1,57	-
Isoaromadendreno epóxido	1549	1590 <sup>a</sup>	-	1,33	1,56	1,07	2,14	1,04	1,75	1,4	1,32	1,66	1,30	1,66	1,26
Óxido de cariofileno	1582	1583	18,38	20,17	25,26	22,95	23,27	17,27	24,18	19,21	18,02	21,96	17,79	23,4	17,36
α-Santalol	1602	1675	1,21	-	-	1,58	-	1,62	-	-	-	-	1,62	1,77	-
α-Bisaboleno	1594	1507	-	1,81	1,86	-	-	-	2,24	-	-	-	-	-	-
Linalol, formato	1596	1216	-	-	-	-	-	-	-	1,01	1,78	1,73	-	-	1,21
3,4-dimetil-3-ciclohexen-1-carboxaldeído	1605	1492 <sup>b</sup>	19,3	21,2	25,8	25,19	24,31	19,69	23,14	18,28	17,85	19,21	18,83	21,5	19,23
6-metanol-2-hidroxi-1,4,4-trimetil-biciclo[3.1.0]hexano	1628	-	-	1,97	2,12	-	-	-	2,41	1,92	2,14	1,97	1,86	1,9	2,18
<i>trans</i> -Longipinocarveol	1637	1634 <sup>c</sup>	-	4,45	-	-	-	-	-	1,05	1,28	0,97	0,86	-	-
Cicloheptane, 4-metileno-1-metil- 2-(2-metil-1-propen-1-il)-1-vinil-	1654	-	-	1,5	-	-	-	1,93	1,47	-	-	-	1,26	-	2,00
7-Tetraciclo[6.2.1.0(3.8)0(3.9)]undecanol, 4,4,11,11-tetrametil-	1674	-	-	5,56	4,3	4,14	3,54	3,29	2,24	-	-	2,07	2,69	1,33	5,75

KI<sup>c</sup> = Índice de Kovats calculado; KI<sup>t</sup> = Índice de Kovats citado na literatura por Adams, 2007; a (Zan et al., 2022); b (Kerebba et al. 2020); c (Elshamy et al., 2019); d (Janaki et al., 2018); \* Ponto central e suas repetições.

**Tabela 8-** Composição química do óleo essencial dos tubérculos de *C. rotundus* coletados, submetidas a diferentes temperaturas de ar de secagem e tempos de pré-tratamento com banho ultrassônico. (Continua 2/2)

Compostos	KI <sup>c</sup>	KI <sup>t</sup>	Controle (Fresco)	Trat. 1	Trat. 2	Trat. 3	Trat. 4	Trat. 5	Trat. 6	Trat. 7	Trat. 8	Trat. 9*	Trat. 10*	Trat. 11*	Trat. 12*
2-(4a,8-Dimetil-1,2,3,4,4a,5,6,7-octahidro-naftalen-2-il)-prop-2-en-1-ol	1684	1732 <sup>a</sup>	3,21	2,81	3,41	5,21	5,21	5,20	3,85	4,69	5,23	4,42	5,15	2,92	5,28
α-Eudesmol	1675	1653	-	-	-	-	-	-	-	2,01	2,29	3,27	4,25	-	3,14
Viridiflorol	1631	1592	-	-	1,11	1,27	1,1	-	-	-	-	-	-	-	-
Isolongifoleno, 4,5-dehidro-	1673	-	1,59	-	-	-	-	5,53	3,91	-	-	-	-	2,66	-
2,3,3-Trimetil-2-(3-metilbuta-1,3-dienil)-6-metilenociclohexanona	1701	-	-	-	-	-	-	-	-	2,01	1,99	1,48	1,77	-	2,32
Ciperotundona	1694	1695	0,25	1,82	1,18	0,79	-	1,17	0,73	0,82	1,08	0,61	0,69	0,40	1,28
α -ciperona	1792	1741 <sup>d</sup>	7,44	9,76	9,07	9,61	9,64	11,34	4,95	9,69	8,82	7,54	8,92	5,32	9,54
Hidrocarbonetos sesquiterpenos			34,59	22,70	9,86	2,22	1,59	16,86	22,06	17,16	14,9	19,99	20,85	27,38	16,34
Sesquiterpenos oxigenados			30,49	37,86	43,71	42,48	41,36	37,64	37,87	41,75	40,89	42,91	43,35	37,37	42,36
Monoterpenos oxigenados			-	10,01	4,30	4,14	3,54	3,29	2,24	2,06	3,06	4,77	3,55	1,33	6,96
Outros			19,43	21,2	25,38	25,19	24,31	19,69	23,14	18,28	17,85	19,21	18,83	21,5	19,23
Total de compostos identificados			84,51	91,77	83,25	74,03	70,8	77,48	85,31	79,25	76,7	86,88	86,58	87,58	84,89

KI<sup>c</sup> = Índice de Kovats calculado; KI<sup>t</sup> = Índice de Kovats citado na literatura por Adams, 2007; a (Zan et al., 2022); b (Kerebba et al. 2020); c (Elshamy et al., 2019); d (Janaki et al., 2018); \* Ponto central e suas repetições.

Óleo essencial dos tubérculos de *C. rotundus* coletado na Tunísia e avaliados por Kilani et al. (2005), obteve como compostos principais o cipereno (30,9%), ciperotundeno (8,8%), rotundeno (7,6%),  $\alpha$ -ciperona (4,5%) e ciperol (4%). Além disso, os autores relataram que a composição do óleo de *C. rotundus* tunisiano foi considerada diferente do óleo de outros países e isso sugere que podem existir diferentes quimiotipos de *C. rotundus*.

Destaca-se que o composto 3,4-dimetil-3-ciclohexen-1-carboxaldeído que foi relatado pela primeira vez na composição química da *C. rotundus*. Assim, os resultados deste estudo diferiram dos tipos relatados anteriormente e representam um novo padrão químico.

Nos tratamentos 3 (34 min/ 44 °C) e 4 (34 min/ 66 °C) a quantidade de compostos observados foram menores do que no tratamento controle. A menor quantidade dos compostos majoritários óxido de cariofileno e 3,4-dimetil-3-ciclohexen-1-carboxaldeído foi observada, respectivamente, no tratamento 4 (34 min/ 66 °C) e 8 (20 min/ 60 °C). Comparando com os tubérculos frescos, o tratamento 11 (20 min/ 55 °C) apresentou uma maior quantidade dos compostos majoritários óxido de cariofileno e 3,4-dimetil-3-ciclohexen-1-carboxaldeído, maior número de componentes e apresentou todos os compostos proveniente do mesmo. O tratamento 2 (6 min/66 °C) resultou na maior concentração dos compostos majoritários 3,4-dimetil-3-ciclohexen-1-carboxaldeído e óxido de cariofileno, embora tenha havido perda de alguns componentes em comparação aos tubérculos frescos. Ainda assim, esse tratamento foi considerado o mais adequado neste estudo.

Portanto, nesse estudo, o tempo do banho de ultrassom e temperaturas de secagem causaram alterações qualitativa e quantitativa na composição química do óleo essencial de *C. rotundus*. Ademais, altas temperaturas e longos tempos de ultrassom resultaram em uma menor qualidade do óleo essencial de *C. rotundus* em relação aos tubérculos frescos.

Pei et al. (2021) investigaram os efeitos do pré-tratamento com ultrassom seguido de secagem por infravermelho nas taxas de secagem, diferença de cor e microestrutura do açafão. Além disso, examinaram como a duração do pré-tratamento (30 e 60 segundos) e a temperatura de secagem (50, 60, 70 e 80 °C) influenciaram a composição química principal, o conteúdo total de flavonoides, a atividade antioxidante e os compostos voláteis do açafão. Os resultados

destacaram a influência das temperaturas de secagem e dos períodos de pré-tratamento com ultrassom na taxa de secagem, coloração, microestrutura e propriedades químicas e voláteis do açafão. A combinação mais eficaz foi o pré-tratamento ultrassônico de 30 segundos seguido de secagem a 50 °C, que reduziu substancialmente o tempo de secagem, resultando em valores máximos para propriedades químicas, cor, aroma, atividade antioxidante e teor de flavonoides. Assim, concluíram que o pré-tratamento ultrassônico antes da secagem por infravermelho tem potencial para reduzir o tempo do processo sem comprometer a qualidade do açafão.

Conforme um estudo realizado por Rahimmalek e Goli (2013), ao aumentar a temperatura de secagem de 50 °C para 70 °C em um forno, verificou-se a diminuição da maioria dos hidrocarbonetos monoterpênicos. Pirbalouti, Mahdad, and Craker (2013) também observaram que, ao aumentar a temperatura de secagem tanto em forno quanto em micro-ondas, ocorreu a perda de muitos hidrocarbonetos monoterpênicos em comparação com a secagem em temperaturas mais baixas. Os compostos sensíveis à temperatura, como  $\alpha$ -tujeno,  $\alpha$ -pineno, sabineno,  $\beta$ -mirceno e  $\beta$ -felandreno, demonstraram uma afinidade maior com a fração de água presente nas folhas, resultando em sua perda concomitante com a água durante o processo de secagem. Adicionalmente, o aumento da temperatura de secagem levou à formação de sesquiterpenos oxigenados (epi- $\alpha$ -cadinol), hidrocarbonetos sesquiterpênicos ( $\beta$ -bisaboleno e  $\beta$ -elemeno) e monoterpênicos oxigenados (acetato de geranil, acetato de  $\alpha$ -terpinenil, timol e  $\alpha$ -terpineol) no óleo essencial do manjeriço.

Moyler (1994) indica que as variações na composição química entre o material vegetal fresco e o seco podem ser explicadas pela evaporação durante o processo de secagem, uma vez que vários compostos são perdidos à medida que são transportados para a superfície.

Em altas temperaturas, existe a possibilidade de impacto na estrutura das células secretoras de lipídeos das plantas, que podem sofrer colapso e alterar a sua composição química (Rahimmalek e Goli, 2013). Por outro lado, na secagem em temperaturas mais baixas os constituintes do óleo essencial são expostos por um período prolongado, podendo ocorrer transformações químicas e processos de oxidação, resultando no desaparecimento e na formação de novas moléculas (Sellami et al., 2011). Contudo, nesse estudo não se pode concluir

que ocorreu oxidação dos compostos, uma vez que, devido à sua estrutura molecular, não foi possível identificar a formação de novos compostos.

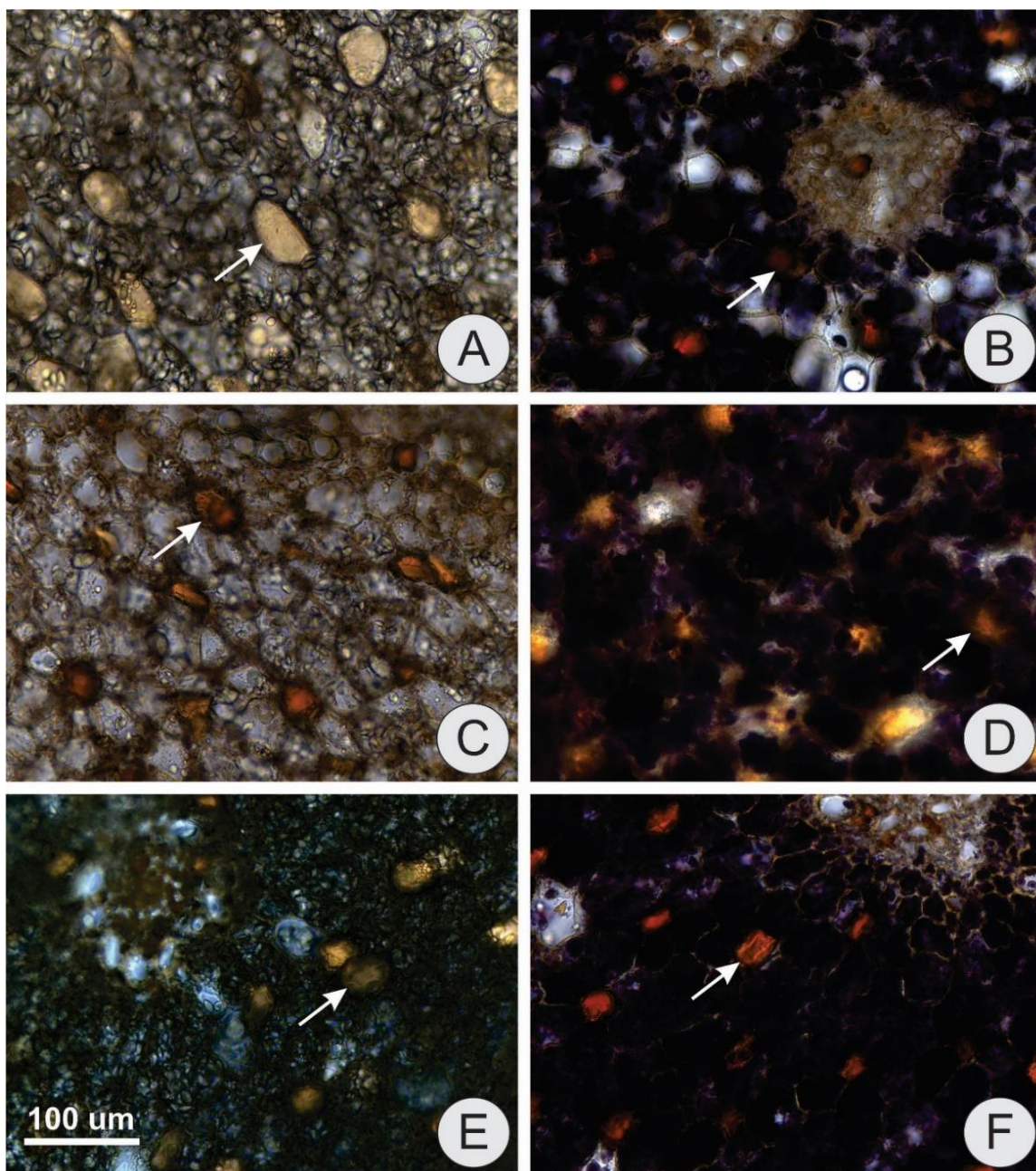
Nesse contexto, a composição de metabólitos secundários em plantas medicinais é complexa e requer investigação aprofundada para elucidar as potenciais interações e efeitos físico-químicos que podem ocorrer entre esses compostos e as ondas ultrassônicas (Zotti-Sperotto et al., 2020).

Ao empregar o método de secagem, é de suma importância preservar a eficácia dos compostos ativos das plantas visando manter inalteradas suas propriedades terapêuticas. Portanto, é essencial realizar uma investigação adequada para entender o comportamento de cada espécie em relação aos efeitos induzidos pelo ultrassom e pela temperatura de secagem.

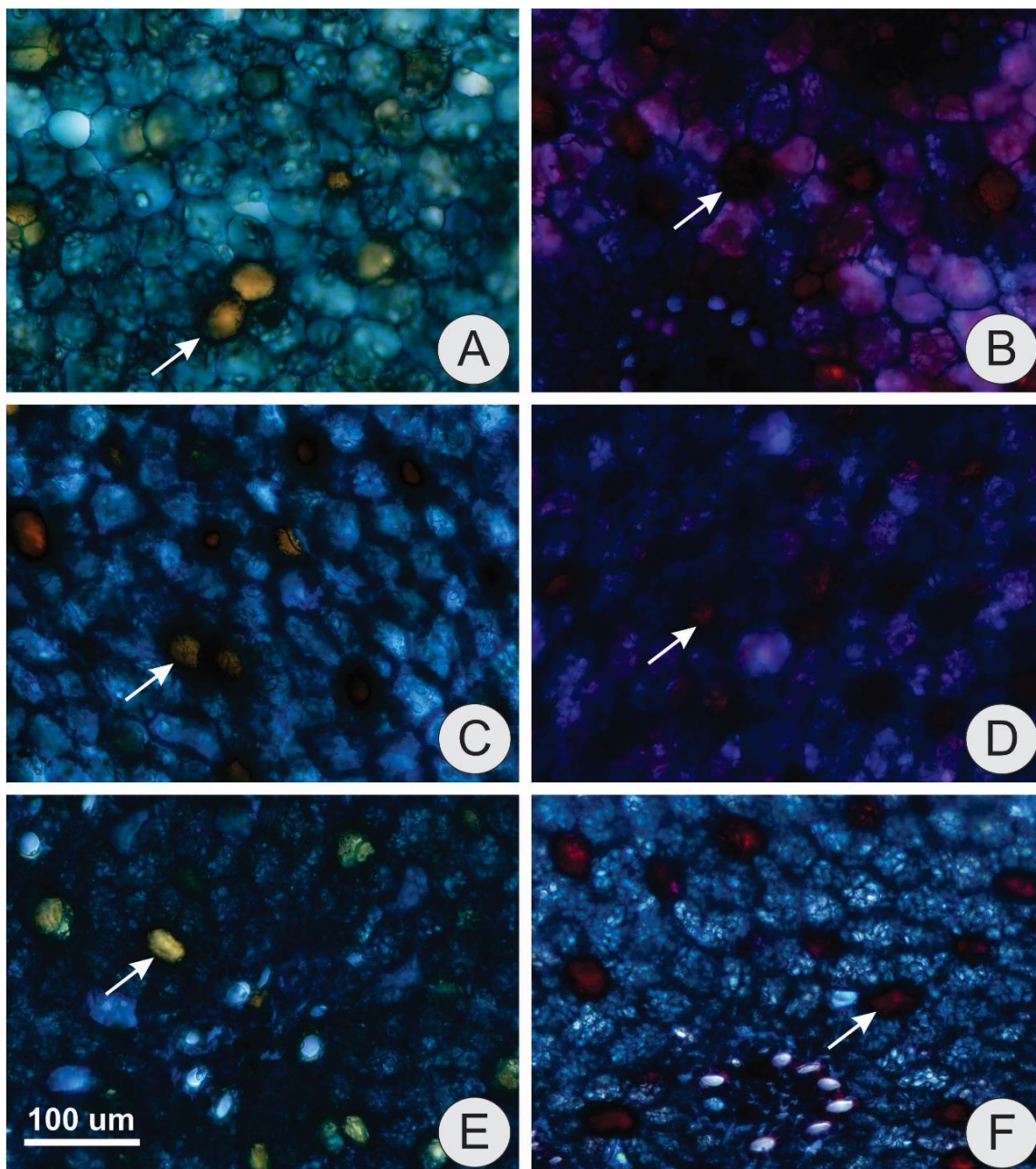
### **3.5 Histoquímica**

Nas Figuras 13 e 24 são referentes as análises histoquímicas realizadas nos tubérculos frescos e secos submetidos ao banho ultrassônico por 15 minutos.

**Figura 13-** Cortes transversais do tubérculo de *Cyperus rotundus* fresco (A-B), seco (C-D) e submetido ao ultrassom (E-F). A, C, E, sem coloração; B, D, F, corado com lugol. Coloração negra indica amido; setas brancas indicam idioblastos secretores.



**Figura 14-** Cortes transversais do tubérculo de *Cyperus rotundus* fresco (A-B), seco (C-D) e submetido ao ultrassom (E-F). A, C, E, corado com azul de Alcian para detecção de paredes primárias (coloração azul) e sudan III para lipídios (coloração alaranjada); B, D, F, corado com azul de Alcian para detecção de paredes primárias (coloração azul) e safranina para detecção de compostos fenólicos (coloração vermelha). Setas brancas indicam idioblastos secretores.

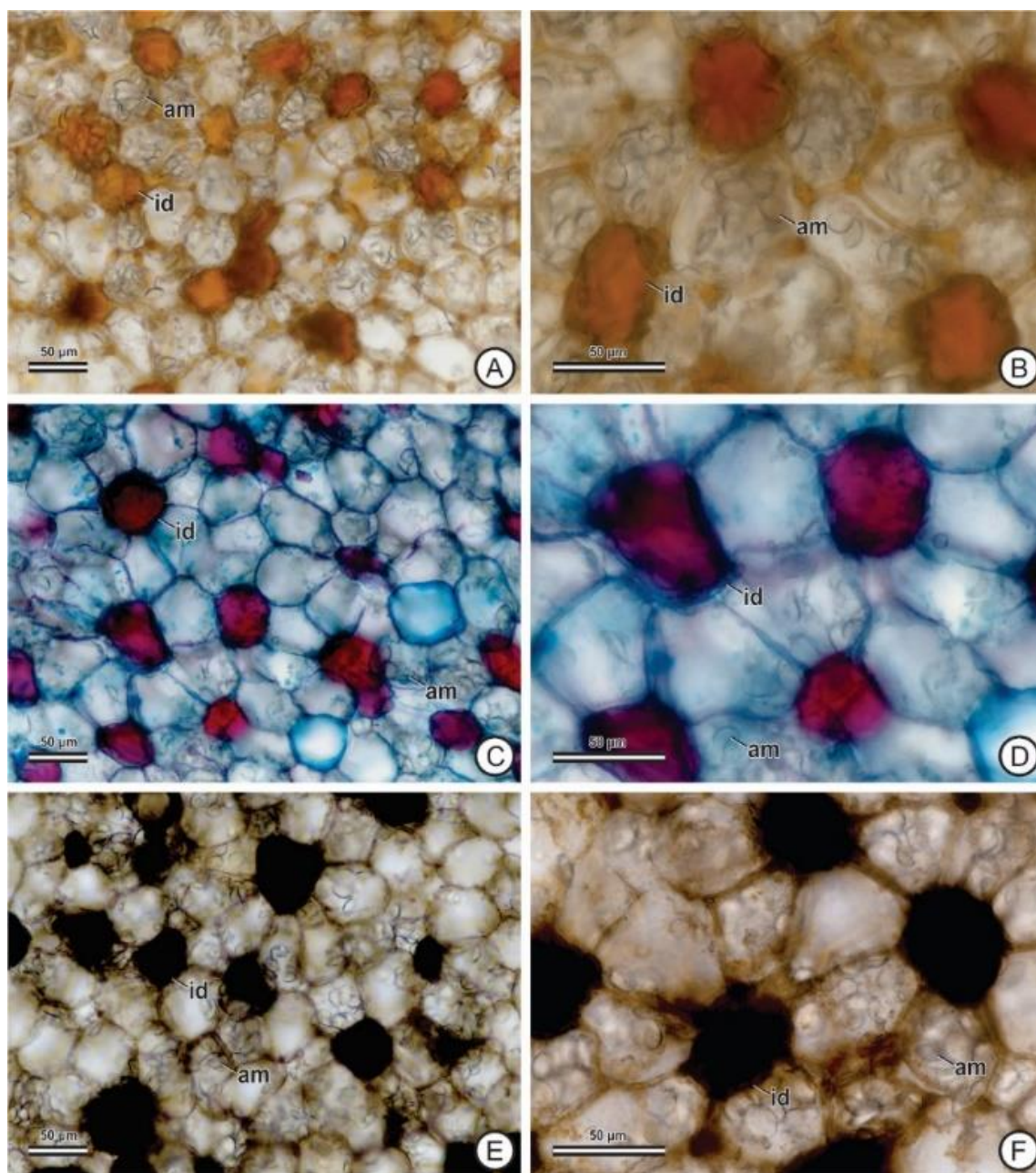


Pelos resultados apresentados acima, não foi possível verificar diferenças entre os tratamentos. Assim, foram realizados novos experimentos com os tubérculos frescos.

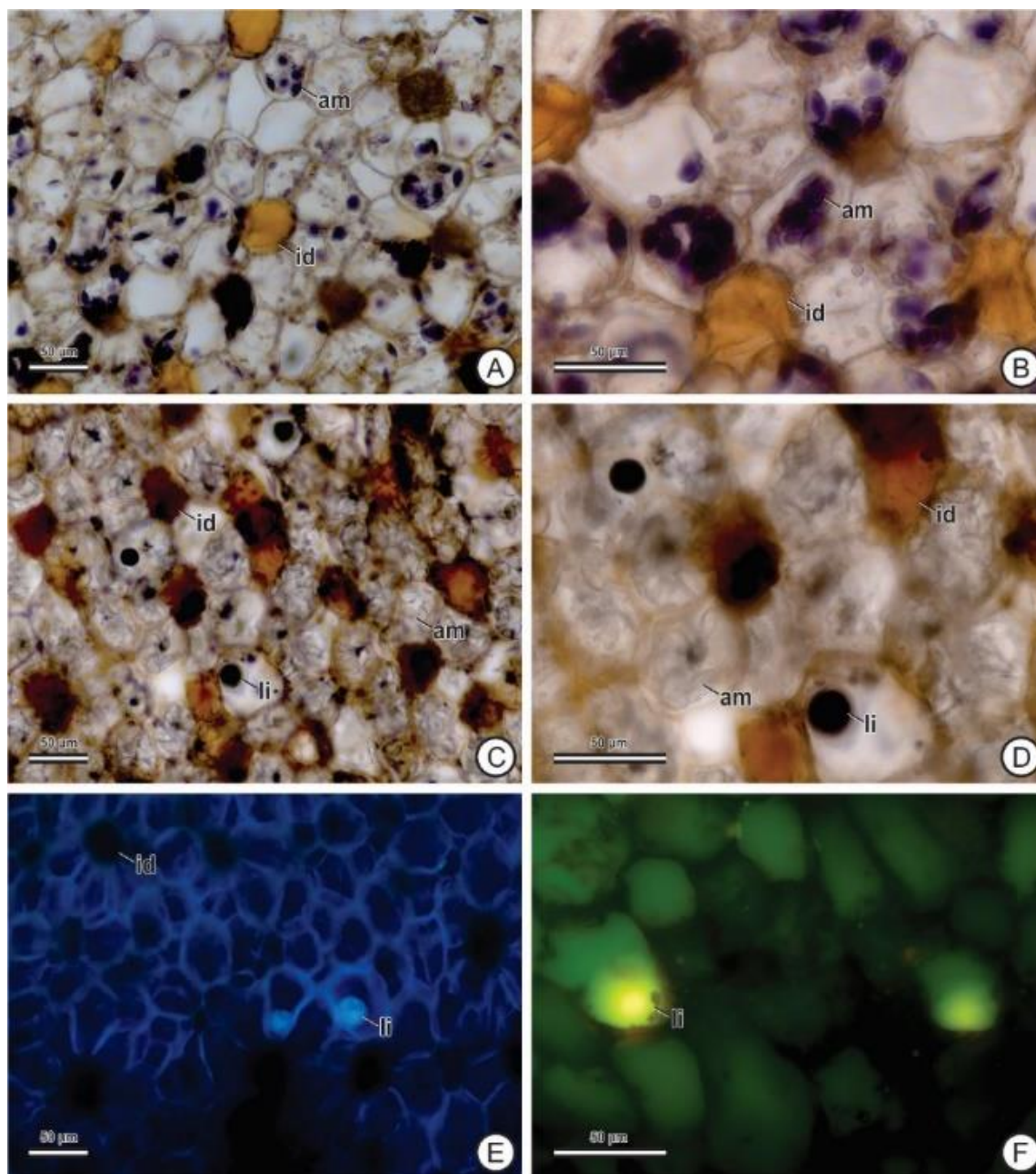
Nas Figuras 15 e 16 estão apresentados os resultados das análises histoquímicas e a histolocalização dos compostos de interesse dos tubérculos frescos de *C. rotundus*. Os resultados da prospecção histoquímica mostraram a

presença de amido, compostos fenólicos e lipídios em diferentes tipos celulares. Os idioblastos secretores são células secretoras que se destacam das demais pela coloração amarelada e ausência de amido (Fig. 15A-B). Esses idioblastos contêm apenas compostos fenólicos, como revela a coloração rosada/ avermelhada com azul de alcian e safranina (Fig. 15C-D) e a coloração negra com o cloreto férrico (Fig. 15E-F).

**Figura 15-** Tubérculo de *Cyperus rotundus* – cortes transversais. A-B, material com a coloração natural (branco). C-D, azul de alcian para coloração de paredes primárias (coloração azul) e safranina para compostos fenólicos (coloração rosa-avermelhada). E-F, cloreto férrico para detecção de compostos fenólicos (coloração negra). am, amido; id, idioblasto.



**Figura 16-** Tubérculo de *Cyperus rotundus* – cortes transversais. A-B, lugol para detecção de amido (coloração negra-arroxeadada). C-D, sudan black B para detecção de lipídios (coloração negra). E, luz UV; autofluorescência azul clara das gotas lipídicas. F, vermelho neutro sob luz UV para detecção de lipídios (fluorescência secundária amarela intensa). am, amido; id, idioblasto; li, lipídio.



As demais células parenquimáticas do tubérculo estão repletas de amiloplastos com grãos de amido, como revela a coloração negra dos grãos com o reagente de Lugol (Fig. 16A-B). Essas mesmas células com amido apresentam pequenas gotas lipídicas, reveladas pela coloração negra do sudan black B (Fig. 16C-D) e pela fluorescência secundária amarela do vermelho neutro (Fig. 16E-F). Essas gotículas lipídicas representam o óleo essencial dos tubérculos. Essa

fração lipídica dos rizomas já foi negligenciada em trabalho de histoquímica com o gênero *Cyperus* (Rodrigues e Estelita, 2009), provavelmente por serem pequenas.

Portanto, gotículas lipídicas (óleo essencial) e compostos fenólicos são metabólitos secundários presentes no tubérculo de *Cyperus rotundus*.

#### **4 Perspectivas Futuras**

Neste trabalho optou-se por utilizar os tubérculos inteiros na secagem visando preservar os compostos ativos, entretanto, longos tempos foram necessários para finalizar o processo. Assim, recomendamos estudos futuros de secagem utilizando os tubérculos de *C. rotundus* em fatias, a fim de avaliar se o tempo de secagem será menor e se a qualidade do óleo essencial permanecerá preservada.

#### **5 CONCLUSÃO**

O composto 3,4-dimetil-3-ciclohexen-1-carboxaldeído foi relatado pela primeira vez na composição química da *Cyperus rotundus*, diferindo dos tipos relatados anteriormente e representando um novo padrão químico. O tratamento 2 (6 min/66 °C) foi o mais recomendado neste estudo, pois apresentou a maior concentração dos compostos majoritários 3,4-dimetil-3-ciclohexen-1-carboxaldeído e óxido de cariofileno. Observou-se que o tempo de exposição ao ultrassom e as temperaturas de secagem influenciaram significativamente tanto a composição qualitativa quanto quantitativa do óleo essencial de *C. rotundus*.

Para o presente estudo as ondas ultrassônicas não influenciaram significativamente o tempo de secagem e o rendimento do óleo essencial de *C. rotundus*, estudos comprovam que a aplicação ultrassônica como pré-tratamento ou como assistência durante a secagem, pode ser uma ótima tecnologia adicional aos processos de secagem convencionais. Ademais, nesse estudo, foram observados tempos de secagem menores em comparação com estudos anteriores sobre a secagem de tubérculos de *C. rotundus* à sombra e à temperatura ambiente. Apenas o coeficiente de efeito da temperatura linear foi significativo, assim, foi possível descrever a variação no tempo de secagem em função da temperatura. Portanto, o uso do ultrassom deve ser estudado para

cada produto individualmente, uma vez que características intrínsecas podem influenciar no resultado final.

## REFERÊNCIAS

ADAMS, R. P. Identification of essential oil components by gas chromatography/mass spectrometry. 4. ed. 2007. Carol Stream: Allured, 800 p.

ALBUQUERQUE, C. F. et al. Investigation of the influence of pre-treatment with ultrasound+ ethanol on the drying of mature fruits of *Schinus terebinthifolius Raddi*. **Caderno Pedagógico**, v. 21, n. 5, p. e4325-e4325, 2024.

AL-MASSARANI, S. et al. Composition & biological activity of *Cyperus rotundus* L. tuber volatiles from Saudi Arabia. *Natural Volatiles and Essential Oils*, v. 3, n. 2, p. 26-34, 2016.

BEZERRA, M. A. et al. Response surface methodology (RSM) as a tool for optimization in analytical chemistry. **Talanta**, v. 76, n. 5, p. 965-977, 2008.

CHEMAT, F. et al. Deterioration of edible oils during food processing by ultrasound. **Ultrasonics Sonochemistry**, v. 11, n. 1, p. 13-15, 2004.

CUI, L. et al. Detection of water variation in rosebuds during hot-air drying by LF-NMR and MRI. **Drying Technology**, 2020.

DATTA, T.; PATRA, A. K.; DASTIDAR, S. G. Medicinal plants used by tribal population of Coochbehar district, West Bengal, India—an ethnobotanical survey. **Asian Pacific journal of tropical biomedicine**, v. 4, p. S478-S482, 2014.

DE LA FUENTE-BLANCO, S. et al. Food drying process by power ultrasound. **Ultrasonics**, v. 44, p. e523-e527, 2006.

DEV, S. RS; RAGHAVAN, V. GS. Advancements in drying techniques for food, fiber, and fuel. **Drying Technology**, v. 30, n. 11-12, p. 1147-1159, 2012.

DHAR, P. et al. Medicinal chemistry and biological potential of *Cyperus rotundus* Linn.: An overview to discover elite chemotype (s) for industrial use. *Industrial Crops and Products*, v. 108, p. 232-247, 2017.

DIBAGAR, N.; AMIRI CHAYJAN, R. Rough rice convective drying enhancement by intervention of airborne ultrasound—A response surface strategy for experimental design and optimization. **Drying Technology**, v. 37, n. 9, p. 1097-1112, 2019.

DORNELES, L. do N. S. et al. Effect of air temperature and velocity on drying kinetics and essential oil composition of *Piper umbellatum* L. leaves. **Industrial Crops and Products**, v. 142, p. 111846, 2019.

DUARTE, M. C. T. et al. Anti-Candida activity of Brazilian medicinal plants. **Journal of ethnopharmacology**, v. 97, n. 2, p. 305-311, 2005.

EL-GOHARY, H. M. 14-Study of essential oils of the tubers of *Cyperus rotundus* L. and *Cyperus alopecuroides* rottb. **Bull Fac Pharm Cairo Univ**, v. 42, n. 1, p. 157-163, 2004.

ERBAY, Z.; ICIER, F. A review of thin layer drying of foods: theory, modeling, and experimental results. **Critical reviews in food science and nutrition**, v. 50, n. 5, p. 441-464, 2010.

FARIAS, M. R. Avaliação da Qualidade de Matérias-primas Vegetais. In: SIMÕES, C. M. O et al. Farmacognosia: da Planta ao Medicamento. 5. ed. Porto Alegre/Florianópolis: **Editores UFRGS/ Editora UFSC**, 2003. p. 263-288.

GALVÃO, A. MMT; RODRIGUES, S.; FERNANDES, F. AN. Kinetics of ultrasound pretreated apple cubes dried in fluidized bed dryer. **Drying Technology**, v. 38, n. 10, p. 1367-1377, 2020.

GARCÍA-PÉREZ, J. V. et al. Ultrasonic drying of foodstuff in a fluidized bed: Parametric study. **Ultrasonics**, v. 44, p. e539-e543, 2006.

GHANNADI, A. et al. Phytochemical screening and essential oil analysis of one of the Persian sedges; *Cyperus rotundus* L. **International Journal of Pharmaceutical Sciences and Research**, v. 3, n. 2, p. 424, 2012.

GONELI, A. L. D. et al. Modelagem matemática e difusividade efetiva de folhas de aroeira durante a secagem. **Pesquisa agropecuária tropical**, v. 44, p. 56-64, 2014.)

HEMPATTARASUWAN, P. et al. Performance evaluation of parabolic greenhouse-type solar dryer used for drying of cayenne pepper. **Drying Technology**, 2020.

HENDERSON, S. M.; PABIS, S. Grain drying theory. 1. Temperature effect on drying coefficient. 1961.

HOLM, L. G. et al. The World's Worst Weeds. Distribution and Biology. **Pedobiologia**, v. 18, n. 4, p. 296-297, 1978.

JANAKI, S. et al. Chemical composition and insecticidal efficacy of *Cyperus rotundus* essential oil against three stored product pests. **International Biodeterioration & Biodegradation**, v. 133, p. 93-98, 2018.

JIA, Z. et al. Newly designed superheated steam dryer bearing heat recovery unit: Analysis of energy efficiency and kinetics of Kelp drying. **Drying Technology**, v. 36, n. 13, p. 1619-1630, 2018.

JIANG, DL. et al. Effect of various different pretreatment methods on infrared combined hot air impingement drying behavior and physicochemical properties of strawberry slices. **Food Chemistry: X**, v. 22, p. 101299, 2024.

JIROVETZ, L. et al. Comparative analysis of the essential oil and SPME-headspace aroma compounds of *Cyperus rotundus* L. roots/tubers from South-India using GC, GC-MS and olfactometry. **Journal of Essential Oil Bearing Plants**, v. 7, n. 2, p. 100-106, 2004.

JOHANSEN, D. A. Plant Microtechnique; Plant microtechnique: **New York**, 1940; pp 322.

KEMPRAJ, V.; BHAT, S. K. Ovicidal and larvicidal activities of *Cyperus giganteus* Vahl and *Cyperus rotundus* Linn. essential oils against *Aedes albopictus* (Skuse). 2008.

KEREBBA, N. et al. Chemical variation and implications on repellency activity of *Tephrosia vogelii* (Hook f.) essential oils against *Sitophilus zeamais* motschulsky. **Agriculture**, v. 10, n. 5, p. 164, 2020.

KILANI, S. et al. Chemical composition, antibacterial and antimutagenic activities of essential oil from (Tunisian) *Cyperus rotundus*. **Journal of Essential Oil Research**, v. 17, n. 6, p. 695-700, 2005.

KUMAR, S. B. et al. Screening of natural compounds from *Cyperus rotundus* Linn against SARS-CoV-2 main protease (Mpro): An integrated computational approach. **Computers in biology and medicine**, p. 104524, 2021.

LEWIS, W. K. The rate of drying of solid materials. *Industrial & Engineering Chemistry*, v. 13, n. 5, p. 427-432, 1921.

LIU, X. C. et al. Chemical composition and insecticidal activity of the essential oil of *Cyperus rotundus* Rhizomes against *Liposcelis bostrychophila* (*Psocoptera: Liposcelididae*). *Journal of Essential Oil Bearing Plants*, v. 19, n. 3, p. 640-647, 2016.

MAFTOONAZAD, N.; DEGHANI, M. R.; RAMASWAMY, H. S. Hybrid microwave-hot air tunnel drying of onion slices: Drying kinetics, energy efficiency, product rehydration, color, and flavor characteristics. *Drying Technology*, v. 40, n. 5, p. 966-986, 2022.

MAGALHÃES, A. C. Influência do teor de umidade no tubérculo e da quantidade de água disponível no solo sobre a capacidade de brotação da tiririca. **Bragantia**, v. 24, p. 507-513, 1965.

MIDILLI, ADNAN; KUCUK, HAYDAR; YAPAR, Z. İ. Y. A. A new model for single-layer drying. *Drying technology*, v. 20, n. 7, p. 1503-1513, 2002.

MIERZWA, D. et al. Nonstationary convective drying of raspberries, assisted by microwaves and ultrasound. *Drying Technology*, v. 37, n. 8, p. 988-1001, 2019.

MOKHTARIAN, M. et al. Optimisation of pumpkin mass transfer kinetic during osmotic dehydration using artificial neural network and response surface

methodology modelling. **Quality Assurance and Safety of Crops & Foods**, v. 6, n. 2, p. 201-214, 2014.

MONROY, Y. M. et al. Optimization of the extraction of phenolic compounds from purple corn cob (*Zea mays* L.) by sequential extraction using supercritical carbon dioxide, ethanol and water as solvents. **The Journal of Supercritical Fluids**, v. 116, p. 10-19, 2016.

MOYLER, D. A. Spices--recent advances. **Developments in food science**, 1994.

MULET, A. et al. New food drying technologies-Use of ultrasound. **Food Science and Technology International**, v. 9, n. 3, p. 215-221, 2003.

PAGE, G. E. **Factors Influencing the Maximum Rates of Air Drying Shelled Corn in Thin layers**. Purdue University, 1949.

PEARSE, A. G. **Histochemistry, Theoretical and Applied**. J. & A: London, 1960.

PEI, Y. et al. Effects of ultrasound pretreatment followed by far-infrared drying on physicochemical properties, antioxidant activity and aroma compounds of saffron (*Crocus sativus* L.). *Food Bioscience*, p. 101186, 2021.

PIRBALOUTI, A. G.; MAHDAD, E.; CRAKER, L. Effects of drying methods on qualitative and quantitative properties of essential oil of two basil landraces. **Food chemistry**, v. 141, n. 3, p. 2440-2449, 2013.

RAHIMMALEK, M.; GOLI, S. A. H. Evaluation of six drying treatments with respect to essential oil yield, composition and color characteristics of *Thymys daenensis* subsp. *daenensis*. Celak leaves. **Industrial Crops and Products**, v. 42, p. 613-619, 2013.

ROCHA, F. G. et al. Preclinical study of the topical anti-inflammatory activity of *Cyperus rotundus* L. extract (Cyperaceae) in models of skin inflammation. **Journal of ethnopharmacology**, v. 254, p. 112709, 2020.

ROCHA, R. P.; MELO, Ed C.; RADÜNZ, L. L. Influence of drying process on the quality of medicinal plants: A review. **Journal of Medicinal Plants Research**, v. 5, n. 33, p. 7076-7084, 2011.

RODRIGUES, A. C.; ESTELITA, M. E. M. Morphoanatomy of the stem in Cyperaceae. **Acta Botanica Brasilica**, v. 23, p. 889-901, 2009.

SAMRA, R. M. et al. Chemical composition, antiviral and cytotoxic activities of essential oil from *Cyperus rotundus* growing in Egypt: evidence from chemometrics analysis. **Journal of Essential Oil Bearing Plants**, v. 23, n. 4, p. 648-659, 2020.

SELLAMI, I. H. et al. Qualitative and quantitative changes in the essential oil of *Laurus nobilis* L. leaves as affected by different drying methods. **Food chemistry**, v. 126, n. 2, p. 691-697, 2011.

SHISHIR, M. R. I. et al. Cold plasma pretreatment—A novel approach to improve the hot air drying characteristics, kinetic parameters, and nutritional attributes of shiitake mushroom. **Drying Technology**, v. 38, n. 16, p. 2134-2150, 2020.

SINGH, A.; SINGH, P. K. An ethnobotanical study of medicinal plants in Chandauli District of Uttar Pradesh, India. **Journal of Ethnopharmacology**, v. 121, n. 2, p. 324-329, 2009.

SOUZA, D. G. et al. Physical-chemical and technological characterization of dried biofortified sweet potato flour in different temperatures. 2020.

STOLLER, E. W.; SWEET, R. D. Biology and life cycle of purple and yellow nutsedges (*Cyperus rotundus* and *C. esculentus*). **Weed Technology**, v. 1, n. 1, p. 66-73, 1987.

SZADZIŃSKA, J. et al. Microwave-and ultrasound-assisted convective drying of raspberries: Drying kinetics and microstructural changes. **Drying Technology**, v. 37, n. 1, p. 1-12, 2019.

TENG, Y. et al. Ethnobotanical survey of medicinal plants and their utilization in Shaanxi Province, China. **Journal of Medicinal Plants Research**, v. 5, n. 9, p. 1762-1778, 2011.

THOMAS, D. et al. *Cyperus rotundus* L. prevents non-steroidal anti-inflammatory drug-induced gastric mucosal damage by inhibiting oxidative stress. **Journal of basic and clinical physiology and pharmacology**, v. 26, n. 5, p. 485-490, 2015.

YAO, Y. Enhancement of mass transfer by ultrasound: Application to adsorbent regeneration and food drying/dehydration. **Ultrasonics sonochemistry**, v. 31, p. 512-531, 2016.

ZAKARIA, F. et al. Ultrasound-assisted extraction conditions optimisation using response surface methodology from *Mitragyna speciosa* (Korth.) Havil leaves. **Ultrasonics Sonochemistry**, v. 81, p. 105851, 2021.

ZAN, B. et al. Volatile components in Yinchenzhufu decoction and their pharmacokinetics after oral administration in rats. **RSC advances**, v. 12, n. 6, p. 3287-3299, 2022.

ZHANG, LL. et al. Chemical composition, antibacterial activity of *Cyperus rotundus* rhizomes essential oil against *Staphylococcus aureus* via membrane disruption and apoptosis pathway. **Food Control**, v. 80, p. 290-296, 2017.

ZOGHBI, M. G. B. et al. Comparison of the Main Components of the Essential Oils of “priprioca”: *Cyperus articulatus* var. *articulatus* L., *C. articulatus* var.

*nodosus* L., *C. prolixus* Kunth and *C. rotundus* L. **Journal of Essential Oil Research**, v. 20, n. 1, p. 42-45, 2008.

ZOTTI-SPEROTTO, N. C. et al. Effect of drying with ultrasonic pretreatment on the yield and quality of the essential oil of *Varronia curassavica* Jacq. and *Ocimum gratissimum* Linn. **Industrial Crops and Products**, v. 147, p. 112211, 2020.

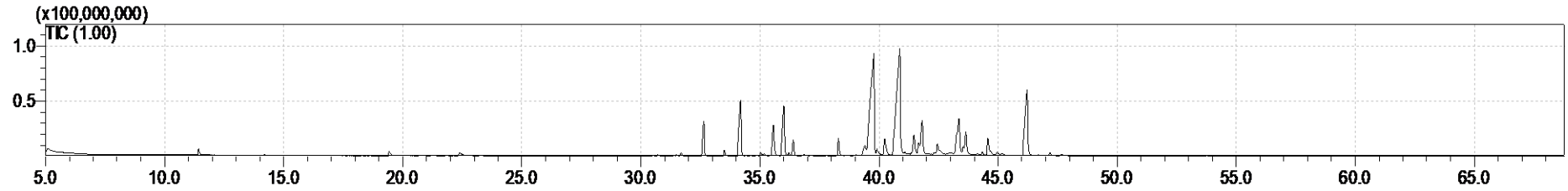
## ANEXOS

**Tabela A1** – ANOVA para os efeitos linear (L), quadrático (Q) e de interação (UxT) da duração do banho ultrassônico (U) e da temperatura de secagem (T) sobre o tempo de secagem e o rendimento do óleo essencial.

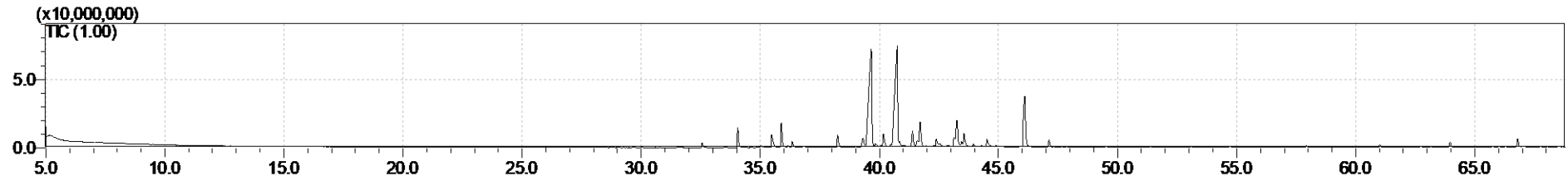
Fatores	Tempo de secagem					Rendimento de óleo essencial				
	SS	Df	MS	F	P	SS	Df	MS	F	P
Pré-tratamento de ultrassom (min)(L)	926,2	1	926,2	0,150	0,724	0,0118	1	0,0117	2,076	0,245
Pré-tratamento de ultrassom (min)(Q)	67,8	1	676,8	0,101	0,762	0,0045	1	0,0045	0,799	0,437
Temperatura (°C)(L)	625302,7	1	625302,7	101,381	0,002	0,0010	1	0,0010	0,181	0,699
Temperatura (°C)(Q)	1856,3	1	1856,3	0,301	0,621	0,0001	1	0,0001	0,019	0,897
U x T	22363,3	1	22363,3	3,626	0,153	0,0045	1	0,0045	0,797	0,438
Falta de Ajuste	279066,3	3	93022,1	15,082	0,026	0,0040	3	0,0013	0,237	0,866
Erro Puro	18503,5	3	6167,8			0,0170	3	0,0057		
Total SS	948352,2	11				0,0429	11			

SS: Soma dos quadrados. Df: graus de liberdade. MS: quadrado médio. p: valor do teste t para significância dos coeficientes de regressão (não significativo:  $p > 0,05$ ).

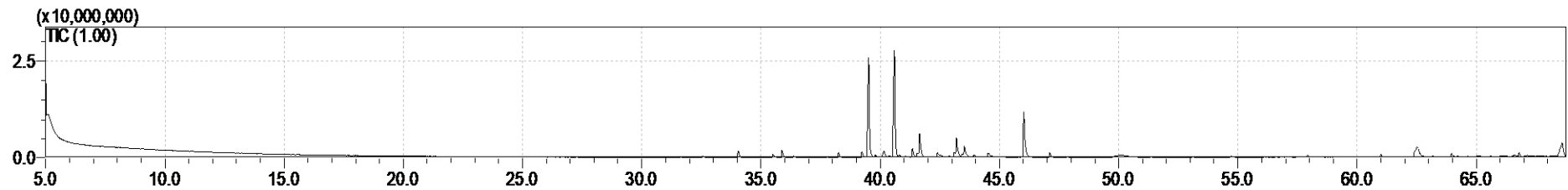
**Figura A1-** Cromatograma CG-MS do óleo essencial de tubérculos coletados de *C. rotundus* do Tratamento 1.



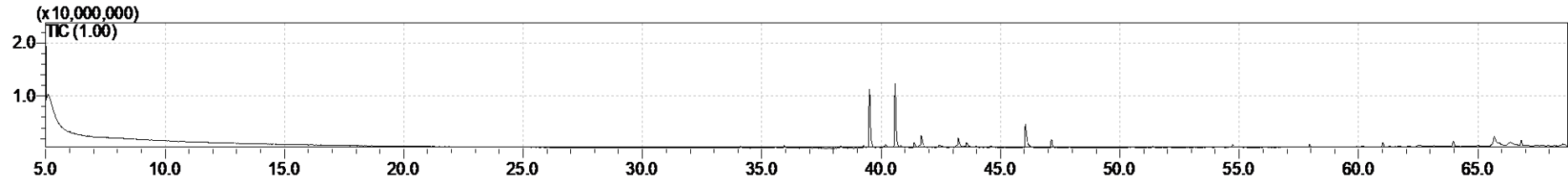
**Figura A2-** Cromatograma CG-MS do óleo essencial de tubérculos coletados de *C. rotundus* do Tratamento 2.



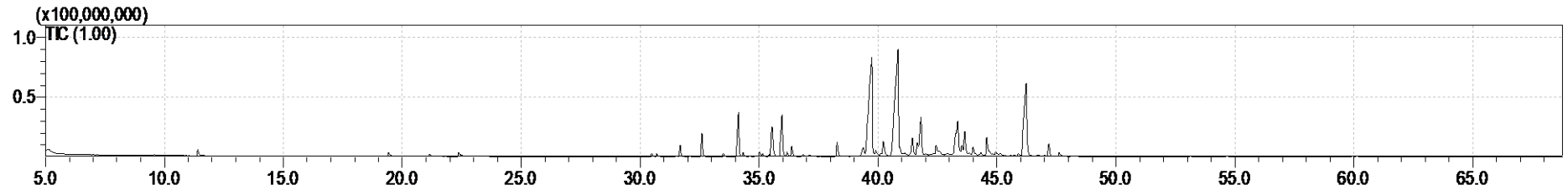
**Figura A3-** Cromatograma CG-MS do óleo essencial de tubérculos coletados de *C. rotundus* do Tratamento 3.



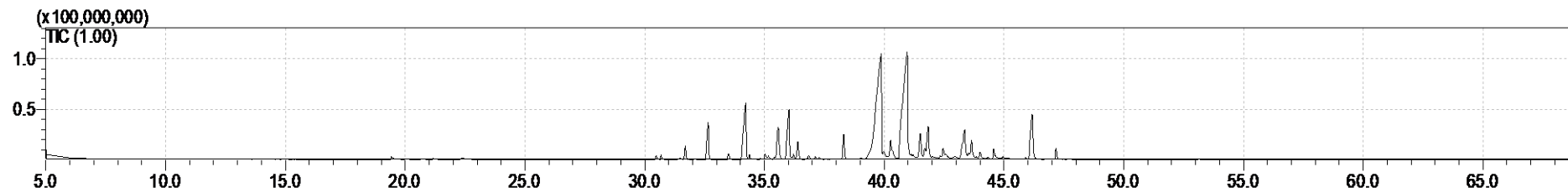
**Figura A4-** Cromatograma CG-MS do óleo essencial de tubérculos coletados de *C. rotundus* do Tratamento 4.



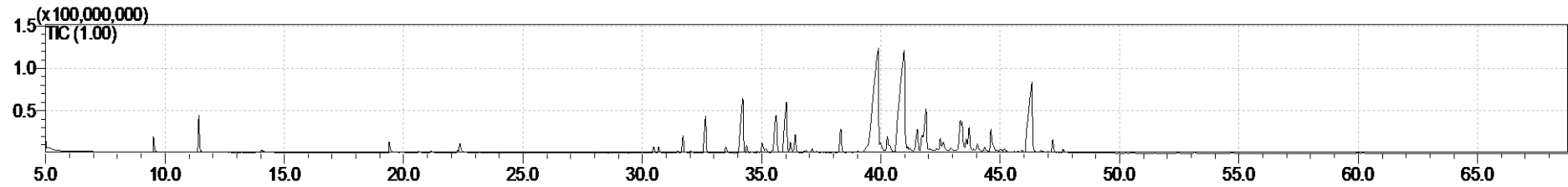
**Figura A5-** Cromatograma CG-MS do óleo essencial de tubérculos coletados de *C. rotundus* do Tratamento 5.



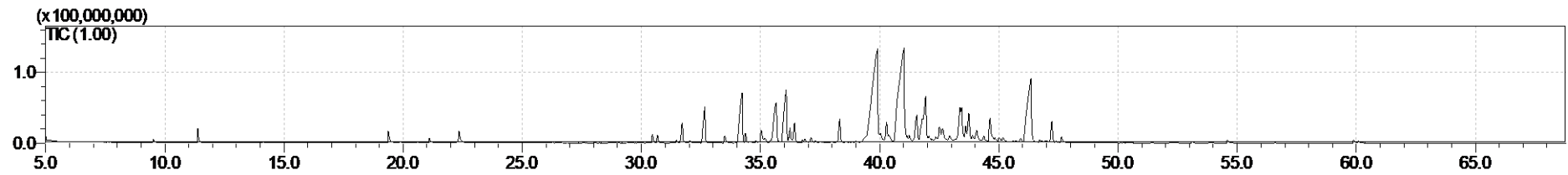
**Figura A6-** Cromatograma CG-MS do óleo essencial de tubérculos coletados de *C. rotundus* do Tratamento 6.



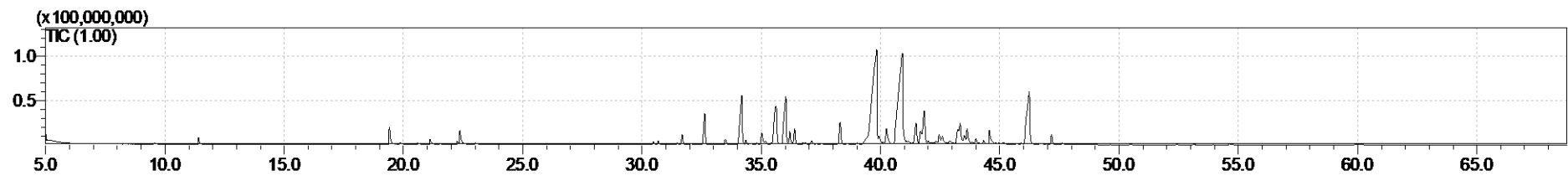
**Figura A7-** Cromatograma CG-MS do óleo essencial de tubérculos coletados de *C. rotundus* do Tratamento 7.



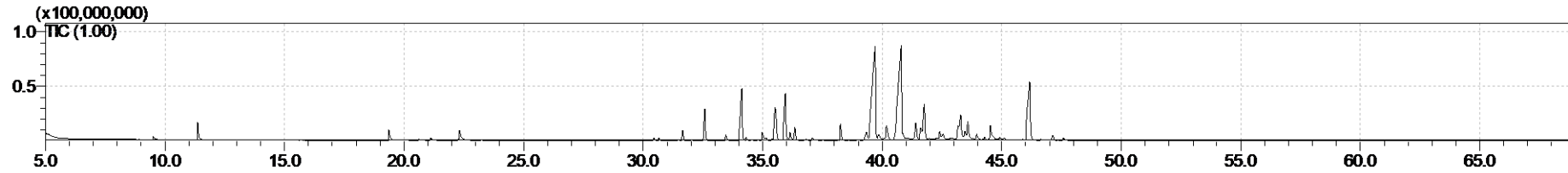
**Figura A8-** Cromatograma CG-MS do óleo essencial de tubérculos coletados de *C. rotundus* do Tratamento 8.



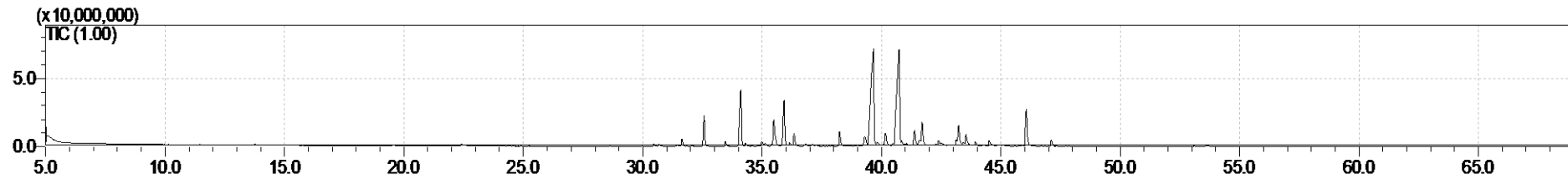
**Figura A9-** Cromatograma CG-MS do óleo essencial de tubérculos coletados de *C. rotundus* do Tratamento 9.



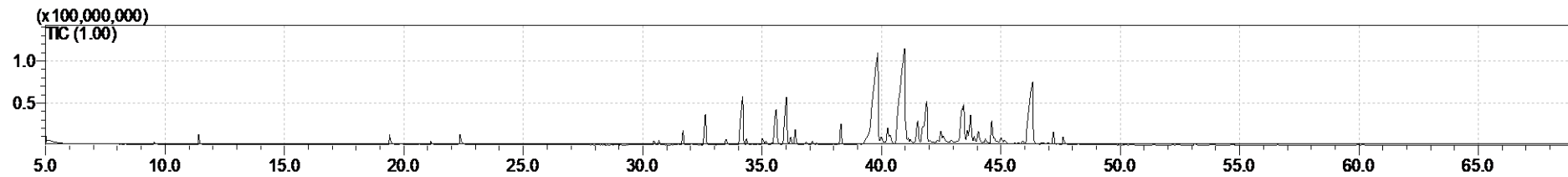
**Figura A10-** Cromatograma CG-MS do óleo essencial de tubérculos coletados de *C. rotundus* do Tratamento 10.



**Figura A11-** Cromatograma CG-MS do óleo essencial de tubérculos coletados de *C. rotundus* do Tratamento 11.



**Figura A12-** Cromatograma CG-MS do óleo essencial de tubérculos coletados de *C. rotundus* do Tratamento 12.



## Capítulo 3

### AValiação DA ATIVIDADE ANTIMICROBIANA DO Óleo ESSENCIAL DOS TUBÉrcULOS DE *Cyperus rotundus* L. E DO SABONETE LíQUIDO FORMULADO COM O Óleo ESSENCIAL

#### RESUMO

Em diversas partes do mundo, os produtos fitoterápicos são empregados no tratamento de uma variedade de doenças. Entre as espécies utilizadas na medicina tradicional, *Cyperus rotundus* L. destaca-se por suas diversas atividades terapêuticas. Portanto, este estudo teve como objetivo avaliar a composição química e a atividade antimicrobiana do óleo essencial extraído dos tubérculos de *C. rotundus* cultivado. Além disso, objetivou-se desenvolver um sabonete líquido acrescido do óleo essencial e avaliar a atividade antimicrobiana do sabonete. O processo de extração do óleo essencial foi realizado por hidrodestilação e seus constituintes foram identificados por cromatografia gasosa acoplada à espectrometria de massas (GC-MS). A atividade antimicrobiana do óleo essencial de *C. rotundus* e do sabonete líquido foi avaliada contra *Staphylococcus aureus*, *Staphylococcus epidermidis* e *Candida albicans* utilizando o método de microdiluição, com o qual foram estimadas a concentração inibitória mínima (MIC) e a concentração bactericida mínima (MBC) para cada microrganismo. Na análise cromatográfica do óleo essencial de tubérculos de *C. rotundus* cultivado, 28 compostos foram identificados, correspondendo a mais de 90% das áreas totais do cromatograma. O óxido de cariofileno (24,83%), 3,4-dimetil-3-ciclohexeno-1-carboxaldeído (21,36%),  $\alpha$ -selineno (9,59%),  $\beta$ -selineno (6,90%); humuleno (5,22%),  $\beta$ -Pinenos (3,74%) e  $\alpha$ -cyperona (3,66%) foram encontrados em maiores concentrações. O óleo essencial e o sabonete líquido íntimo de *C. rotundus* apresentaram atividade antimicrobiana contra bactérias Gram-positivas e contra a levedura *C. albicans*. O óleo essencial apresentou potencial bacteriostático e bactericida para *S. aureus* (MIC = 0,015 e MBC = 0,250 mg/mL) e *S. epidermidis* (MIC = 0,125 e MBC = 0,250 mg/mL). Entretanto, apresentou apenas potencial fungistático (MIC = 2,000 mg/mL) para *Candida albicans*. O sabonete líquido exibiu potencial fungistático (MIC = 4,000 mg/mL), fungicida (MFC = 4,000 mg/mL), bacteriostático e bactericida para *S. aureus* (MIC = 0,002 e MBC = 0,250 mg/mL) e *S. epidermidis* (MIC = 4,000 e MBC = 4,000 mg/mL). O estudo demonstrou que o óleo essencial extraído de tubérculos *C. rotundus* tem aplicações potenciais para uso nas indústrias cosmética e farmacêutica.

**Palavras-chaves:** Tiririca, Fitoquímicos, Atividade antibacteriana, Atividade antifúngica.

## EVALUATION OF THE ANTIMICROBIAL ACTIVITY OF ESSENTIAL OIL FROM TUBERS OF *Cyperus rotundus* L. AND LIQUID SOAP FORMULATED WITH THE ESSENTIAL OIL

### ABSTRACT

Treatment for a variety of diseases. Among the species used in traditional medicine, *Cyperus rotundus* L. stands out for its diverse therapeutic activities. Therefore, this study aimed to evaluate the chemical composition and antimicrobial activity of the essential oil extracted from the tubers of cultivated *C. rotundus*. Additionally, the goal was to develop a liquid soap enriched with the essential oil and assess its antimicrobial activity. The essential oil extraction process was carried out by hydrodistillation, and its constituents were identified by gas chromatography-mass spectrometry (GC-MS). The antimicrobial activity of *C. rotundus* essential oil and liquid soap was evaluated against *Staphylococcus aureus*, *Staphylococcus epidermidis*, and *Candida albicans* using the microdilution method, which estimated the minimum inhibitory concentration (MIC) and minimum bactericidal concentration (MBC) for each microorganism. In the chromatographic analysis of the essential oil from cultivated *C. rotundus* tubers, 28 compounds were identified, corresponding to over 90% of the total chromatogram area. Caryophyllene oxide (24.83%), 3,4-dimethyl-3-cyclohexene-1-carboxaldehyde (21.36%),  $\alpha$ -selinene (9.59%),  $\beta$ -selinene (6.90%), humulene (5.22%),  $\beta$ -pinene (3.74%), and  $\alpha$ -cyperone (3.66%) were found in higher concentrations. The essential oil and the *C. rotundus* liquid soap showed antimicrobial activity against Gram-positive bacteria and the yeast *C. albicans*. The essential oil demonstrated both bacteriostatic and bactericidal potential against *S. aureus* (MIC = 0.015 and MBC = 0.250 mg/mL) and *S. epidermidis* (MIC = 0.125 and MBC = 0.250 mg/mL). However, it showed only fungistatic potential (MIC = 2.000 mg/mL) for *Candida albicans*. The liquid soap exhibited fungistatic (MIC = 4.000 mg/mL), fungicidal (MFC = 4.000 mg/mL), bacteriostatic, and bactericidal potential against *S. aureus* (MIC = 0.002 and MBC = 0.250 mg/mL) and *S. epidermidis* (MIC = 4.000 and MBC = 4.000 mg/mL). The study demonstrated that the essential oil extracted from *C. rotundus* tubers has potential applications in the cosmetic and pharmaceutical industries.

**Keywords:** Nutsedge, Phytochemicals, Antibacterial activity, Antifungal activity.

### 1. INTRODUÇÃO

Doenças infecciosas provocadas por fungos e bactérias impactam significativamente a saúde humana. Entre as bactérias, *Staphylococcus aureus* é um patógeno amplamente conhecido, responsável por sintomas como náuseas, vômitos intensos, diarreia, pneumonia, osteomielite e até síndrome do choque tóxico (Tian et al., 2022). A contaminação pode ocorrer tanto por meio de cruzamento durante o processamento de alimentos quanto por infecções adquiridas em ambientes hospitalares (Chung et al., 2021). Em *Staphylococcus epidermidis*, a formação de biofilmes é um fator crítico de virulência, pois permite que a bactéria colonize superfícies, especialmente biomateriais como cateteres e próteses, conferindo-lhe

uma resistência natural a antibióticos e aos mecanismos de defesa do organismo (Schilcher e Horswill, 2020; Jardak et al., 2021).

Os antibióticos são fundamentais no tratamento e prevenção de infecções bacterianas, mas seu uso pode causar efeitos adversos e exercer pressão seletiva que favorece a resistência bacteriana (Curran et al., 2022). Alguns desses efeitos adversos, incluem erupção cutânea, desconforto estomacal, urticária, náusea, vômito e diarreia (Hussein et al., 2023).

Infecções fúngicas causadas por microrganismos oportunistas podem afetar a pele e a mucosa, além de causar infecções sistêmicas (Talapko, et al., 2021). A espécie *Candida albicans* é a mais comum em infecções da mucosa e infecções sistêmicas, sendo responsável por cerca de 70% das infecções fúngicas em todo o mundo (Morad et al., 2018). Esse microrganismo é comumente encontrado na cavidade oral, na flora conjuntiva e nos tratos gastrointestinal e geniturinário (Pereira et al., 2021).

À vista das infecções fúngicas, três classes de medicamentos são utilizadas para tratá-las: azóis (como fluconazol e itraconazol), polienos (como anfotericina B e nistatina) e equinocandinas (como caspofungina e micafungina) (Guo et al., 2012; Wijnants, Vreys e Van Dijck, 2021). Tradicionalmente, os azóis têm sido os tratamentos de primeira escolha sendo frequentemente usado para tratar a maioria das infecções causadas por *C. albicans* (Whaley et al., 2017; De Las Mercedes Oliva et al., 2013). Contudo, os medicamentos azólicos causam efeitos adversos, incluindo toxicidade hepática, intolerância gastrointestinal, tonturas, erupções cutâneas, psicose e supressão adrenal (Wu et al., 2004). Ademais, o uso prolongado desses antifúngicos pode resultar na resistência de cepas de *C. albicans*, reduzindo sua eficácia terapêutica (Zhao et al., 2019).

A resistência antimicrobiana é um dos maiores desafios para a medicina contemporânea, sendo vista pela Organização Mundial da Saúde (OMS) como uma séria ameaça à saúde global e à segurança alimentar (Aslam et al., 2018). Portanto, existe uma demanda para o desenvolvimento de novos produtos fitoterápicos que não apresentem resistências e efeitos adversos.

A seleção de compostos bioativos extraídos de plantas para comporem novas formulações de antimicrobianos é uma alternativa promissora. As plantas medicinais têm sido usadas tradicionalmente em diversas partes do mundo para tratar várias doenças (Sneader, 2005; Ng'uni et al., 2022). No Brasil, de acordo com Fenner et al.

(2006), foram identificadas 409 espécies vegetais utilizadas na medicina tradicional para tratar sinais e sintomas de infecções fúngicas. Dentre elas, *Cyperus rotundus*, devido às suas propriedades antifúngicas e antibacterianas (Eltayeib e Ismaeel, 2014).

No que se refere à ocorrência da espécie *Cyperus rotundus* L., é espontânea e encontrada na Índia, África, Tunísia, Brasil e outros países das regiões tropicais e subtropicais (Kandikattu et al., 2021). *C. rotundus* é popularmente conhecida como “tiririca” no Brasil, “nutgrass” nos Estados Unidos e “nagarmotha” na Índia (Rocha et al., 2020).

Quanto ao uso medicinal da espécie, é conhecida por várias atividades terapêuticas no mundo (Dhar et al., 2017; Ullah, e Hassan, 2022; Bezerra e Pinheiro, 2022). Entre essas atividades destacam-se as atividades anti-inflamatória (Dang et al., 2011; Tsoyi et al., 2011), antidiabética (Raut e Gaikwad, 2006; Tran et al., 2014), antioxidante (Nagulendran et al., 2007; Hu et al., 2017), anticancerígena (Ryu et al., 2015; Nidugala et al., 2016; Lin et al., 2019; Bezerra e Pinheiro, 2022), antimicrobiana (Zhang et al., 2017; Karzan, Shnawa e Gorony et al., 2017; Sasidharan e Pottail, 2020), antiviral (Parvez et al., 2019; Kumar et al., 2021), inseticida (Liu et al., 2016; Janaki et al., 2018), anticonvulsivante (Sonwa e König, 2001; Shivakumar et al., 2009) e antidepressiva (Zhou e Yin, 2012). Além disso, segundo Bhattarai (1993), seus tubérculos são utilizados para tratar dismenorreia, diarreia, irregularidades menstruais e espasmos. As atividades terapêuticas de *C. rotundus* são atribuídas aos óleos essenciais presentes nas suas raízes, seus tubérculos e partes do seu rizoma. Quanto à composição desses óleos, estudos mostram que são compostos, principalmente, por sesquiterpenos oxigenados, hidrocarbonetos sesquiterpênicos, hidrocarbonetos monoterpênicos, monoterpenos oxigenados, aldeídos monoterpênicos, cetonas monoterpênicas, éster monoterpênico, epóxidos sesquiterpênicos, cetonas sesquiterpênicas e aldeído sesquiterpênico (Peerzada et al., 2015). Ressalta-se que o óleo essencial dessa espécie é rico em constituintes químicos responsáveis por atividades biológicas de interesse medicinal.

Neste contexto, o desenvolvimento de novos produtos contendo em sua formulação compostos bioativos extraídos de *C. rotundus*, são promissores no tratamento antifúngico. Portanto, o presente estudo teve como objetivo identificar a composição química e, a atividade antimicrobiana do óleo essencial de tubérculos de *Cyperus rotundus* e do sabonete líquido contendo o óleo essencial contra *C. albicans*, *Staphylococcus aureus* e *Staphylococcus epidermidis*.

## 2. MATERIAL E MÉTODO

### 2.1. Material vegetal

Uma amostra de *Cyperus rotundus* L. (VIC 57427) foi identificada e incorporada ao Herbário VIC, da Universidade Federal de Viçosa (UFV). Foram coletados 109 tubérculos de *C. rotundus* no Vale da Agronomia da UFV (Figura 1), os quais foram cultivados em vasos de 5 litros contendo solo do tipo argiloso na Área Experimental do Departamento de Engenharia Agrícola da UFV (Viçosa-MG/Brasil; 20° 46' 13" S; 42° 52' 23" W), no dia 06 de fevereiro de 2022. Os vasos foram dispostos no espaçamento de 30 cm entre si de modo que não houvesse sombreamento. Uma amostra do solo utilizado foi levada para análise física e química no Laboratório de Análise de solo Viçosa.

**Figura 1-** Tubérculos coletados no vale da agronomia para transplantes em vasos.



Os tubérculos do cultivo (Figura 2) foram colhidos no dia 02 junho de 2022. Posteriormente os mesmos foram higienizados com água corrente (Figura 3) e armazenados em câmara climática, tipo B.O.D. a 3,5 °C antes do início dos ensaios de secagem.

**Figura 2-** *Cyperus rotundus* após 4 meses de cultivo.



**Figura 3-** Tubérculos de *Cyperus rotundus* colhidos do próprio cultivo e higienizados.



## 2.2 Processo de secagem

No processo de secagem, foram utilizados quatro secadores experimentais de leito fixo, equipados com resistências elétricas de 7.500 W e ventiladores axiais de 48 W. A temperatura foi controlada automaticamente, enquanto a velocidade do ar foi ajustada manualmente, mantida em 1,5 m/s. A medição da velocidade do ar de secagem foi realizada com um anemômetro digital (Prova Instruments Inc, AVM-07, New Taipei City, Taiwan), equipado com sensor de pás rotativas, com uma faixa de leitura de 0,05 a 25 m/s e precisão de 0,01 m/s.

A temperatura e a umidade relativa do ar ambiente foram monitoradas por um termo-higrômetro digital (HOBO datalogger, Onset, Bourne, EUA), instalado próximo aos secadores. As amostras de tubérculos foram colocadas em cestos cilíndricos de

tela metálica e inseridas nas câmaras cilíndricas. Para selecionar a temperatura ideal de secagem dos tubérculos de *Cyperus rotundus* para a extração de óleo essencial, considerou-se que, conforme apresentado no Capítulo 2, o tratamento a 66°C por 6 minutos de ultrassom resultou nas maiores concentrações dos compostos principais, 3,4-dimetil-3-cicloexen-1-carboxaldeído e óxido de cariofileno. Assim, os tubérculos cultivados de *C. rotundus* foram secos a 66°C até alcançarem uma massa correspondente ao teor de água de 0,14 (b.s.). Decidiu-se não utilizar o ultrassom, uma vez que mesmo não influenciou significativamente o tempo de secagem e o rendimento do óleo essencial.

### **2.3 Extração do óleo essencial**

Inicialmente, os tubérculos secos de *C. rotundus* foram triturados em Moinho de Tipo Willye, equipado com uma peneira de malha de 10 mm da marca TECNAL®. Posteriormente, 150 g do material triturado foi transferido para balões de fundo redondo e 1 L de água destilada foi adicionado em cada balão.

O óleo essencial foi extraído por hidrodestilação, em aparelho tipo Clevenger (MA 553/2000, Marconi Equipamentos para Laboratórios Ltda., Piracicaba, SP, Brasil), adaptado a um balão de fundo redondo de 2 L. O tempo de extração foi de 2h após o início da ebulição da água. Após o término do período de extração, o óleo essencial obtido foi coletado e transferido para um frasco âmbar com tampa rosqueada. O óleo essencial presente no hidrolato, foi recuperado com pentano (Neon, Suzano, São Paulo) e armazenado a -20°C até ser analisado. Os rendimentos foram expressos em porcentagem de óleo essencial em relação à matéria seca do produto (% ms) [rendimento da extração = (massa de óleo essencial / massa seca de tubérculos no extrator) \*100].

### **2.4 Formulação do sabonete líquido utilizando o óleo essencial de *C. rotundus***

As matérias-primas utilizadas na formulação do sabonete líquido foram: lauril éter sulfato de sódio (34%), cocoamido propilbetaína (anfótero) (5%), dietanolamida de ácido graxo de coco (1,5%), hidroxietilcelulose (espessante hidrofílico) (0,5%), propilenoglicol (2%), ácido láctico (q.s.), óleo essencial de *C. rotundus* a (1%) e água destilada (q.s.p 100%). Cabe destacar que nenhum conservante foi adicionado à formulação.

Para o preparo do sabonete, em um béquer, aqueceu-se até 55°C, hidroxietilcelulose e parte da água destilada. Após atingir essa temperatura, a mistura foi resfriada sob agitação até 40°C (A). Paralelamente, em um cálice foram adicionados o lauril éter sulfato de sódio, a dietanolamina de ácido graxo de coco, propilenoglicol e o cocoamido propil betaina (B). O conteúdo do béquer (A) foi vertido no cálice (B) e homogeneizado. Em seguida, o óleo de *C. rotundus* foi adicionado e o volume completado com água destilada para obtenção de um volume final de 100 mL.

O pH do sabonete líquido foi ajustado com ácido láctico para o valor de 4,5 (valor do pH da região íntima feminina). Esse pH atua como uma barreira protetora, inibindo o crescimento de microrganismos patogênicos que preferem ambientes menos ácidos. Esse nível de acidez, portanto, é essencial para a proteção contra infecções e para preservar o equilíbrio saudável da microbiota vaginal.

## 2.5 Análise quantitativa dos constituintes do óleo essencial

A identificação dos constituintes químicos do óleo essencial foi realizada por cromatografia gasosa acoplada à espectrometria de massas (CG-EM), utilizando um equipamento modelo QP5050A (SHIMADZU) com detector seletivo de massa. O sistema contava com uma coluna cromatográfica SPB-5 (30 m x 0,25 mm x 0,25 µm) e usava hélio como gás de arraste, com fluxo de 1,8 mL/min, razão de split de 1:10 e corte de solvente após 5 minutos. As temperaturas do injetor e do detector foram mantidas em 220°C e 240°C, respectivamente. A coluna iniciou a 40°C por 2 minutos, sendo aquecida a uma taxa de 3°C/min até atingir 240°C. No espectrômetro, apenas íons com razão massa/carga (*m/z*) entre 35 e 400 foram detectados. Um volume de 1 µL da amostra, com concentração de 10.000 mg/L, foi injetado, utilizando diclorometano (Sigma-Aldrich, Steinheim, Alemanha) como solvente. A identificação dos compostos foi realizada comparando os espectros de massa obtidos com os do banco de dados do equipamento e com os Índices de Retenção Linear (IK) calculados (Equação 1), que foram comparados com valores da literatura (Adams, 2007; Janaki et al., 2018; Kerebba et al., 2020; Zan et al., 2022). Uma mistura de hidrocarbonetos (C7 a C30) (Sigma-Aldrich, Steinheim, Alemanha) foi analisada sob as mesmas condições cromatográficas, e os tempos de retenção correspondentes serviram para o cálculo dos IK dos componentes do óleo essencial.

$$KI = 100NC + 100\left(\frac{\log tr_x - \log tr_z}{\log tr_{(z+1)} - \log tr_z}\right) \quad \text{Equação 1}$$

em que,

KI: Índice de Kovatz;

NC: número de carbonos do hidrocarboneto imediatamente antes do componente avaliado;

trx: tempo de retenção do componente avaliado;

trz: tempo de retenção do hidrocarboneto imediatamente antes do componente avaliado; e

t r(z+1): tempo de retenção do hidrocarboneto imediatamente após o componente avaliado.

## **2.6 Atividade antimicrobiana do óleo essencial e do sabonete líquido de *Cyperus rotundus***

As atividades antimicrobianas do óleo essencial de *C. rotundus* e do sabonete líquido foram testadas contra *Staphylococcus aureus* ATCC 6538, *Staphylococcus epidermidis* ATCC 12228 e *Candida albicans* ATCC 10231, na Divisão de Microbiologia do Centro Pluridisciplinar de Pesquisas Químicas, Biológicas e Agrícolas - CPQBA/ UNICAMP, Paulínia, SP, Brasil.

### **2.6.1 Preparo do inóculo de *Candida albicans***

O inóculo de *C. albicans* foi cultivado em tubo de ensaio contendo o meio ágar *Saboraud* a 35°C por 48h. Após o crescimento das células, alíquotas da cultura foram retiradas com alça de platina e transferidas para tubo de ensaio contendo 4 mL de solução salina 0,85% estéril. A solução de levedura foi homogeneizada em vortex e uma alíquota (2 mL) lida em espectrofotômetro (Shimadzu UV mini 1240) a 530 nm e ajustada com solução salina 0,85% para uma densidade ótica (DO) de 0,09 a 0,11, correspondente à  $5,0 \times 10^6$  UFC/mL. À suspensão remanescente (2mL) foi adicionada a mesma quantidade de solução salina utilizada na leitura em espectrofotômetro. A partir da solução padronizada foi realizada a diluição seriada obtendo-se ao final da mesma  $5,0 \times 10^4$  UFC/mL. Por fim, 1 mL da solução diluída foi transferida para um tubo de ensaio contendo 9 mL de caldo RPMI-1640 (caldo padrão para *C. albicans*), correspondendo à concentração de  $2,5 \times 10^3$  UFC/mL que equivale  $2,5 \times 10^2$  UFC em 100µL (CLSI, 2002).

### **2.6.2 Preparo do inóculo de *Staphylococcus aureus* e *Staphylococcus epidermidis***

O preparo dos inóculos de bactérias para os testes de susceptibilidade seguiu as recomendações do protocolo M7-A6 (CLSI, 2012). Culturas de bactérias de 24h cultivadas em meios específicos foram transferidas para tubos de ensaio contendo 4 mL de solução salina estéril. As soluções de bactérias foram homogeneizadas em vortex e alíquotas de 2 mL foram tomadas para leitura em espectrofotômetro (Shimadzu UV mini 1240) a 625nm e ajustadas com solução salina para DO de 0,08 a 0,10 correspondente à concentração de  $1,5 \times 10^8$  UFC/mL. Aos 2 mL remanescentes das suspensões de bactérias foram adicionadas as mesmas quantidades de solução salina utilizada no ajuste em espectrofotômetro. A partir das soluções padronizadas foi feita diluição seriada de forma a se obter, ao final da mesma, a concentração de  $1,5 \times 10^6$  UFC/mL e, destas últimas soluções, 6 mL foram transferidos para tubos contendo 3 mL de meio de cultura (Caldo Mueller Hinton ou BHI), estabelecendo-se uma concentração de  $1 \times 10^6$  UFC/mL que equivale a  $1,0 \times 10^5$  em 100  $\mu$ L.

### **2.6.3 Teste de concentração inibitória mínima (MIC)**

A atividade antimicrobiana foi avaliada pelo método de microdiluição, de acordo com o Clinical & Laboratory Standards Institute (Wayne, MI, EUA) (CLSI, 2002, 2005), e a concentração inibitória mínima (MIC) foi determinada para cada microrganismo. Inicialmente, em uma microplaca estéril de 96 poços foram depositados 100  $\mu$ L de caldo Mueller Hinton (bactérias) ou caldo RPMI-1640 (levedura). Em seguida, 100  $\mu$ L da solução de óleo essencial ( $16 \text{ mg mL}^{-1}$  em Tween a 1%) ou 100  $\mu$ L da solução de sabonete ( $16 \text{ mg mL}^{-1}$  em Tween a 1%) foram adicionados nos poços da primeira coluna. Posteriormente, o conteúdo desses poços foi homogeneizado e 100  $\mu$ L foram transferidos para os poços da coluna seguinte. Repetiu-se o procedimento até a última coluna, sendo os 100  $\mu$ L finais desprezados. Dessa forma, obtiveram-se as concentrações 4; 2; 1; 0,5; 0,25; 0,15; 0,06; 0,03; 0,015; 0,008; 0,004; 0,002  $\text{mg mL}^{-1}$  do óleo essencial e do sabonete. Por fim, adicionaram-se 100  $\mu$ L do inóculo padronizado (de bactérias ( $5 \times 10^5$  UFC/mL) ou de levedura ( $2,5 \times 10^3$  UFC/mL), em cada poço contendo as concentrações das soluções do óleo essencial ou do sabonete líquido. Para cada concentração realizou-se o teste em triplicata. Para o controle de esterilidade das amostras, em uma coluna separada, 50  $\mu$ L, exclusivamente do óleo

essencial ou do sabonete, foram adicionados. Para o controle de viabilidade do microrganismo, em outra coluna contendo apenas os caldos de crescimento adicionou-se 100  $\mu\text{L}$  dos microrganismos. Após esse procedimento, as placas foram incubadas à 37°C por 24 h (bactérias) e à 36°C por 48 h (*C. albicans*).

Após a incubação, 50  $\mu\text{L}$  de solução de cloreto de trifeniltetrazólio (TTC; Vetec, Duque de Caxias, RJ, Brasil) (p/v) a 0,5% foram adicionados em cada poço contendo as bactérias e as placas foram reincubadas por 3 h.

As MICs para bactérias foram definidas como a menor concentração do óleo essencial, capaz de impedir o aparecimento de coloração vermelha, conferida ao meio quando as células apresentam atividade respiratória.

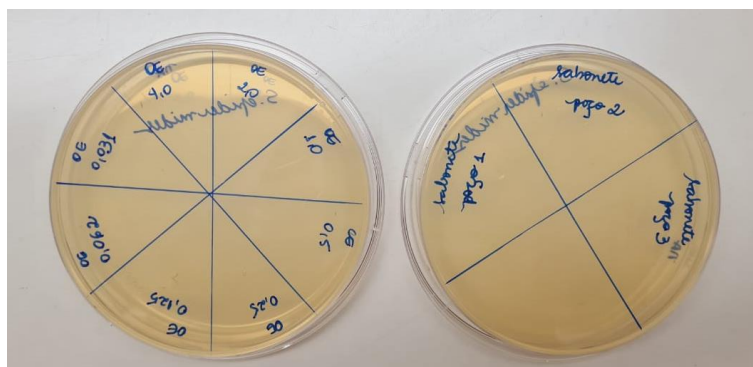
As MICs para *C. albicans* foram determinados na menor concentração da amostra que inibiu o crescimento visível por meio da mudança de cor do meio RPMI de rosa (cor original) para amarelo, o que indica mudança de pH ocasionada pelo crescimento microbiano.

#### 2.6.4 Concentração fungicida mínima (MFC) e Concentração bactericida mínima (MBC)

Para determinação da Concentração Bactericida Mínima (MBC) e da Concentração Fungicida Mínima (MFC – para *C. albicans*), retirou-se uma alíquota de 10  $\mu\text{L}$  do material contido no poço de MIC e dos três poços subsequentes de maior concentração do óleo essencial e adicionou-se em placa de petri (Figura 4).

Em seguida, as placas foram incubadas durante cinco dias e avaliadas quanto ao crescimento de colônias dos micro-organismos. A menor concentração na qual não houve crescimento de colônias foi considerada como a concentração capaz de matar 99,9 % das células microbianas, ou seja, a MBC ou MFC.

**Figura 4-** Placas de petri utilizadas para determinação da Concentração fungicida mínima (MFC) e da Concentração bactericida mínima (MBC).



### 3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

#### 3.1 Teor inicial de água

O teor médio de água das amostras de tubérculos de *C. rotundus* cultivadas foi de 64,20%.

#### 3.2 Composição química do óleo essencial

O óleo essencial extraído dos tubérculos cultivados e secos a 66°C, apresentou rendimento de 0,09% (m/m). No total, foram identificados 28 compostos (Tabela 1), representando 96,77% do valor total.

**Tabela 1-** Composição química do óleo essencial dos tubérculos de *C. rotundus*.

Nº.	Composto identificado	KI <sup>c</sup>	KI <sup>t</sup>	% por Área
1	$\alpha$ -Pineno	933	939	1,36
2	$\beta$ -Pineno	975	979	3,74
3	<i>trans</i> -Pinocarveol	1138	1139	1,38
4	Mirtenal	1193	1195	0,77
5	Mirtenol	1195	1195	0,76
6	$\alpha$ -Copaeno	1373	1376	0,41
7	$\beta$ -Elemeno	1389	1390	0,10
8	Cipereno	1394	1398	1,09
9	Cariofileno	1415	1408	2,59
10	$\alpha$ -Guaieno	1436	1439	0,41
11	Humuleno	1450	1454	5,22
12	Rotundeno	1455	1459	0,33
13	4,5-di-epi-aristoloqueno	1466	1473	0,23
14	Isolongifoleno, 4,5-dehidro-	1471	-	1,35
15	$\gamma$ -Muuroleno	1474	1479	0,43
16	$\alpha$ -Selineno	1483	1498	9,59
17	$\beta$ -Selineno	1492	1490	6,90
18	2(1H)-Naftalenona, 7-etinil-4a,5,6,7,8,8a-hexahidro-1,4a-dimetil-, (1 $\alpha$ ,4a $\beta$ ,7 $\beta$ ,8a $\alpha$ )-	1496	-	1,22
19	$\alpha$ -Bulneseno	1512	1509	0,90
20	$\delta$ -Cadineno	1511	1522	0,26
21	Isoaromadendreno epóxido	1543	1590 <sup>a</sup>	1,85
22	Spathulenol	1570	1578	0,99
23	Óxido de cariofileno	1579	1583	24,83
24	$\alpha$ -Bisaboleno	1594	1507	1,27
25	3,4-dimetil-3-ciclohexen-1-carboxaldeído	1608	1492 <sup>b</sup>	21,36
26	$\alpha$ -Linalol	1626	-	1,99
27	Óxido de aromadendreno- (II)	1634	1641	1,78
28	$\alpha$ -ciperona	1792	1741 <sup>c</sup>	3,66
Total de compostos identificados				96,77

KI <sup>c</sup> = Índice de Kovats calculado; KI <sup>t</sup> = Índice de Kovats citado na literatura (Adams, 2007; a (Zan et al., 2022); b (Kerebba et al. 2020); c (Janaki et al., 2018).

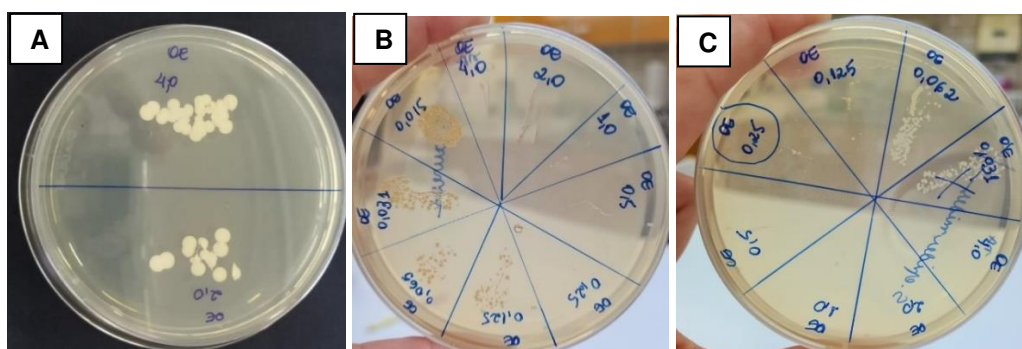
O óxido de cariofileno (24,83%), 3,4-dimetil-3-ciclohexen-1-carboxaldeído (21,36%) e  $\alpha$ -selineno (9,59%) foram considerados os constituintes majoritários do óleo essencial. Resultado semelhante ao obtido nos tubérculos frescos coletados em campo relatados no capítulo 2, o qual continha os mesmos compostos majoritários, porém, em quantidades menores.

Portanto, a diferença na composição química dos óleos essenciais extraídos de *C. rotundus* cultivado dos coletados indica que a diversidade química do óleo é influenciada por condições edafoclimáticas. Este fato, ressalta a importância de padronização do óleo utilizando tecnologias de cultivo adequadas para cada espécie visando a qualidade do ativo de interesse.

### 3.3 Atividade antimicrobiana

Observa-se, na Tabela 2, que o óleo essencial apresentou efeito fungistático, na concentração inibitória mínima (MIC) de 2 mg/mL. Entretanto, a atividade fungicida (MFC) não foi observada (Tabela 2, Figura 5A). Foram observados efeito bacteriostático e bactericida sobre *S. aureus* (MIC = 0,015 e MBC = 0,250 mg/mL) (Tabela 2, Figura 5B) e *S. epidermidis* (MIC = 0,125 e MBC = 0,250 mg/mL) (Tabela 2, Figura 5C). Observou-se ainda, que *S. aureus* foi a bactéria mais sensível ao efeito bacteriostático (Tabela 2).

**Figura 5** - Concentração fungicida mínima (MFC) do óleo essencial extraído de tubérculos de *Cyperus rotundus* (A). Concentração bactericida mínima (MBC) para *Staphylococcus aureus* (B) e para *Staphylococcus epidermidis* (C).



O resultado microbiológico observado foi semelhante ao encontrado por Al-Massarani et al. (2016) que constataram atividade antimicrobiana do óleo essencial extraído de tubérculos de *C. rotundus*, coletados na Arábia Saudita, sobre *Candida albicans*, *Staphylococcus aureus* e *Staphylococcus epidermidis*. Os principais

compostos identificados por esses autores, foram  $\alpha$ -ciperona (21,1%), 4-oxo- $\alpha$ -ilangeno (12,8%), trans-pinocarveol (3,6%) e óxido de cariofileno (3,5%).

Essaidi et al. (2014) também relatou que *S. aureus* foi a bactéria mais sensível ao efeito bacteriostático do óleo essencial de tubérculos de *C. rotundus* coletados em setembro de 2009 da região de Kebili, no sudoeste da Tunísia. Os compostos majoritários do óleo essencial tubérculos secos e moídos de *C. rotundus* por hidrodestilação encontrados pelos autores foram: ciperotundona (19,7%), cipereno (15,2%), mustakona (5,8%), rotundeno (3,6%), óxido de cariofileno (2,6%) e eudesma 5-en-11- $\alpha$ -ol (2,6%).

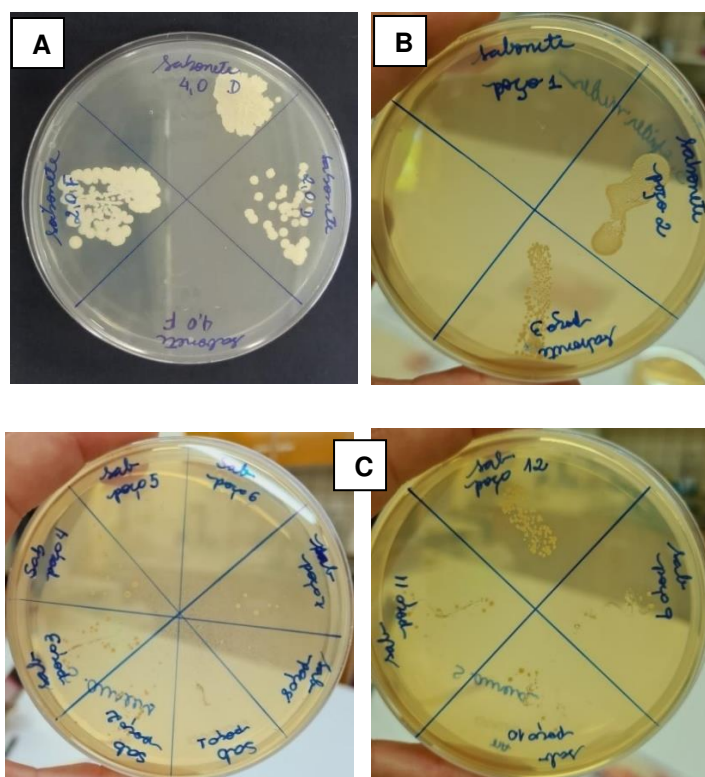
**Tabela 2-** Atividade antimicrobiana do óleo essencial e do sabonete líquido de *Cyperus rotundus*. Os resultados foram exibidos como MIC, MBC e MFC em mg/mL.

	<i>C. albicans</i>		<i>S. aureus</i>		<i>S. epidermidis</i>	
	MIC (mg/mL)	MFC (mg/mL)	MIC (mg/mL)	MBC (mg/mL)	MIC (mg/mL)	MBC (mg/mL)
<b>Óleo essencial</b>	2,000	Na	0,015	0,250	0,125	0,250
<b>Sabonete</b>	4,000	4,000	0,002	4,000	4,000	4,000

Na =Nenhuma atividade nas concentrações testadas.

Na avaliação da atividade antimicrobiana do sabonete líquido íntimo à base do óleo essencial foi observado o efeito fungistático (MIC = 4,000 mg/mL) e fungicida (MFC = 4,000 mg/mL) (Tabela 2, Figura 6A). Observou-se também, efeito bacteriostático e bactericida sobre *S. epidermidis* (MIC = 4,000 e MBC = 4,000 mg/mL) (Tabela 2, Figura 6B) e *S. aureus* (MIC = 0,002 e MBC = 0,250 mg/mL) (Tabela 2, Figura 6C).

**Figura 6** - Concentração fungicida mínima (MFC) do sabonete líquido contendo 1% de óleo essencial de *Cyperus rotundus* (A). Concentração bactericida mínima (MBC) para *Staphylococcus epidermidis* (B) e para *Staphylococcus aureus* (C).



Em estudo realizado por Duarte et al. (2005) na cidade de Campinas, São Paulo, Brasil, o óleo essencial de *C. rotundus* apresentou concentração inibitória mínima (MIC) de 0,6 mg/mL contra *C. albicans*, valor inferior ao encontrado neste estudo. Para *S. aureus*, Kilani et al. (2005) observaram valor de 0,009 mg/mL para a MIC do óleo de *C. rotundus* proveniente da região de Monastir na Tunísia, o qual foi inferior aos resultados obtidos no presente trabalho.

Os extratos de *C. rotundus* estudados por Kabbashi et al. (2015) também demonstraram atividade contra *S. aureus* e contra *C. albicans*. Contudo, a atividade antimicrobiana foi mais pronunciada contra a bactéria do que contra o fungo.

Aeganathan et al. (2015) verificaram que o extrato de clorofórmio de rizomas de *C. rotundus* apresentaram atividade antifúngica prolongada contra *C. albicans* e revelaram melhor controle do patógeno do que os medicamentos comercialmente disponíveis. Esses resultados foram diferentes dos encontrados por Adeniyi, Adeonipekun e Omotayo (2014), que avaliaram os extratos aquosos e etanólicos das plantas inteiras de *C. esculentus* e *C. rotundus*, constatando que não houve atividade contra *C. albicans*. Essa constatação evidencia que a composição química do extrato

vegetal influencia na sua efetividade sobre *C. albicans*. Segundo Martins et al. (2006), a variabilidade genética intraespecífica, as condições ambientais, a época de colheita, o tipo de solo, as práticas de cultivo e a parte da planta analisada podem influenciar tanto o teor quanto a composição química dos óleos essenciais. Sellem et al. (2020), relatam que fatores ecológicos e biológicos exercem um impacto significativo na qualidade e quantidade dos compostos naturais das plantas, bem como em suas atividades biológicas, com destaque especial para a época de colheita.

Ainda sobre a atividade microbiana, Zhang et al. (2017) relataram atividade bactericida do óleo essencial extraído de rizomas de *C. rotundus* sobre *S. aureus*. Entretanto, os autores encontraram valores elevados de MIC (10 mg/mL) e MBC (20 mg/mL) em comparação com o presente estudo. Os mesmos autores notaram que as células de *S. aureus* tratadas com óleo essencial de *C. rotundus* apresentaram irregularidades e anormalidades, tais como o desaparecimento das paredes celulares e o rompimento das membranas celulares. Isso sugeriu que o mecanismo de ação antibacteriano do óleo essencial de *C. rotundus* contra *S. aureus* provavelmente resulta de alterações na estrutura da parede celular e da membrana celular, levando à perda de viabilidade celular.

Em relação ao mecanismo de ação dos princípios ativos, estudos demonstraram que os óleos essenciais atuam principalmente na membrana celular do fungo, interrompendo sua estrutura e causando vazamento e morte celular, bloqueando a síntese da membrana e inibindo a esporulação, proliferação de fungos e respiração celular (De Las Mercedes Oliva et al., 2013). Esse efeito pode ser explicado pela alta volatilidade e lipofilicidade dos óleos essenciais, que facilitam a penetração na membrana celular e exercem seus efeitos biológicos (Silva et al., 2008; Cox et al., 2000). Em relação ao efeito fungicida superior do sabonete líquido íntimo, quando comparado ao do óleo essencial, sugere um efeito aditivo ou sinérgico entre os componentes do sabonete e os do óleo essencial (Wagner e Ulrich-merzenich, 2009; Wagner, 2011).

Os compostos lauril éter sulfato de sódio e cocoamidopropilbetaína, utilizados na formulação do sabonete líquido neste estudo, pertencem a uma classe de surfactantes amplamente empregada em produtos para a saúde (Anggraeni et al., 2020; Zumpano et al., 2024). Os surfactantes são reconhecidos por sua significativa atividade antimicrobiana (Cowles, 1938).

Em um estudo realizado por Loyawattananan e Rachtanapun (2020), a cocoamidopropilbetaína demonstrou eficiência na inibição das bactérias *Staphylococcus aureus* e *Escherichia coli*. Anggraeni et al. (2020) formularam sabonetes líquidos em quatro versões, utilizando o surfactante lauril éter sulfato de sódio combinado com diferentes concentrações de óleo de patchouli: F0 (0,00% p/p), F1 (0,05% p/p), F2 (0,50% p/p) e F3 (1,00% p/p). Esses sabonetes demonstraram atividade antibacteriana contra *Staphylococcus aureus*, apresentando zonas de inibição de  $11,26 \pm 2,60$  mm,  $14,60 \pm 2,45$  mm,  $15,51 \pm 0,44$  mm,  $17,97 \pm 0,71$  mm e  $19,00 \pm 3,92$  mm para F0, F1, F2, F3 e o controle positivo, respectivamente. A adição de 1% de óleo de patchouli (F3) teve um efeito significativo, ampliando o diâmetro da zona de inibição em comparação com a fórmula F0, que não continha o óleo.

Alguns autores associam a atividade antimicrobiana aos sesquiterpenos (Savoia et al., 2004; Bubamrung et al., 2017; Ogundajo et al., 2021; Qin et al., 2024) e aos aldeídos (Firmino et al., 2018; Chuesiang et al., 2019; Mahizan et al., 2019; Netopilova et al., 2020; Aljaafari et al., 2022) presentes nas plantas. O que pode justificar os resultados deste estudo, uma vez que os compostos majoritários,  $\alpha$ -selineno e óxido de cariofileno, pertencem à classe dos sesquiterpenos e o 3,4-dimetil-3-ciclohexen-1-carboxaldeído se enquadra na classe dos aldeídos.

Em relação aos componentes majoritários do óleo essencial deste estudo, os autores Schmidt et al. (2010) constataram que composto óxido de cariofileno demonstrou eficácia contra as bactérias *Staphylococcus aureus*, *Escherichia coli*, *Klebsiella pneumoniae* e *Salmonella*, com uma concentração inibitória mínima (MIC) de 0,06 mg/mL, além de mostrar atividade contra a levedura *Candida albicans* com MIC inferior a 0,06 mg/mL. Soares et al. (2015) sugerem que a atividade do óleo essencial das cascas de *B. pleiosperma* contra a bactéria *S. epidermidis* pode estar relacionada à presença dos compostos  $\delta$ -cadineno (7,55%),  $\beta$ -selineno (6,46%) e  $\alpha$ -selineno (5,18%). Assim, os compostos principais podem ser responsáveis pela atividade antimicrobiana observadas no óleo essencial de tubérculos de *C. rotundus* cultivados.

Diante do exposto, observou-se a eficácia na inibição do crescimento *in vitro* dos microrganismos estudados tanto do óleo essencial nas concentrações testadas, quanto do sabonete líquido contendo o óleo em sua formulação. Esses resultados evidenciam o potencial desse óleo essencial para compor formulações visando o tratamento de infecções causadas por *C. albicans*, *S. aureus* e *S. epidermidis*. Além

disso, os resultados obtidos contribuem para a valorização de óleos essenciais extraídos de plantas medicinais da flora brasileira. Portanto, o óleo essencial extraído dos tubérculos de *C. rotundus* apresenta grande potencial para compor a formulação de produtos e medicamentos visando o controle dos microrganismos testados. Nesse sentido, é fundamental realizar testes *in vivo* com o óleo essencial de *C. rotundus* para desenvolver protocolos de tratamento seguros e eficazes contra esses patógenos.

#### 4. CONCLUSÃO

Conclui-se que o óleo essencial extraído dos tubérculos de *C. rotundus* possui os compostos majoritários óxido de cariofileno, 3,4-dimetil-3-ciclohexen-1-carboxaldeído e  $\alpha$ -selineno entre os vinte e oito compostos identificados.

O óleo essencial e o sabonete líquido formulado com o óleo extraído de tubérculos de *C. rotundus* cultivado foi efetivo no controle do crescimento das bactérias *S. aureus* e *S. epidermidis* e da levedura *C. albicans*.

#### REFERÊNCIAS

ADAMS, R. P. Identification of essential oil components by gas chromatography/mass spectrometry. 4. ed. 2007. Carol Stream: Allured, 800 p.

ADENIYI, T. A.; ADEONIKEKUN, P. A.; OMOTAYO, E. A. Investigating the phytochemicals and antimicrobial properties of three sedge (*Cyperaceae*) species. **Notulae Scientia Biologicae**, v. 6, n. 3, p. 276-281, 2014.

AEGANATHAN, R. et al. Anti-oxidant, antimicrobial evaluation and GC-MS analysis of *Cyperus rotundus* L. rhizomes chloroform fraction. **Am J Ethnomed**, v. 2, n. 1, p. 14-20, 2015.

ALJAAFARI, M. N. et al. Contribution of aldehydes and their derivatives to antimicrobial and immunomodulatory activities. **Molecules**, v. 27, n. 11, p. 3589, 2022.

AL-MASSARANI, S. et al. Composition & biological activity of *Cyperus rotundus* L. tuber volatiles from Saudi Arabia. **Natural Volatiles and Essential Oils**, v. 3, n. 2, p. 26-34, 2016.

ANGGRAENI, Y. et al. Karakteristik fisik dan aktivitas antibakteri sabun cair minyak nilam (*Pogostemon cablin* Benth.) yang berbasis surfaktan sodium lauril eter sulfat. **Jurnal Kefarmasian Indonesia**, p. 1-10, 2020.

ASLAM, B. et al. Antibiotic resistance: a rundown of a global crisis. **Infection and drug resistance**, p. 1645-1658, 2018.

BEZERRA, J. J. L.; PINHEIRO, A. A. V. Traditional uses, phytochemistry, and anticancer potential of *Cyperus rotundus* L. (Cyperaceae): A systematic review. *South African Journal of Botany*, v. 144, p. 175-186, 2022.

BHATTARAI, N. K. Folk herbal remedies for diarrhoea and dysentery in central Nepal. 1993.

BUNBAMRUNG, N. et al. Antimicrobial activity of illudalane and alliacane sesquiterpenes from the mushroom *Gloeostereum incarnatum* BCC41461. **Phytochemistry Letters**, v. 20, p. 274-281, 2017.

CHUESIANG, P. et al. Antimicrobial activity and chemical stability of cinnamon oil in oil-in-water nanoemulsions fabricated using the phase inversion temperature method. **Lwt**, v. 110, p. 190-196, 2019.

CHUNG, H. Y. et al. Molecular interaction between methicillin-resistant *Staphylococcus aureus* (MRSA) and chicken breast reveals enhancement of pathogenesis and toxicity for food-borne outbreak. **Food Microbiology**, v. 93, p. 103602, 2021.

CLSI. Methods for Dilution Antimicrobial Susceptibility Tests for Bacteria That Grow Aerobically; Approved Standard—Ninth Edition. CLSI document M07-A9. Wayne, PA: Clinical and Laboratory Standards Institute; 2012.

CLSI. Método de Referência para Testes de Diluição em Caldo para Determinação da Sensibilidade de Leveduras à Terapia Antifúngica – 2ª. edição. Documento CLSI M27-A2, Vol. 22 no. 15; 2002.

COWLES, P. B. Alkyl sulfates: their selective bacteriostatic action. **The Yale journal of biology and medicine**, v. 11, n. 1, p. 33, 1938.

COX, S. D. et al. The mode of antimicrobial action of the essential oil of *Melaleuca alternifolia* (tea tree oil). **Journal of applied microbiology**, v. 88, n. 1, p. 170-175, 2000.

CURRAN, J. et al. Estimating daily antibiotic harms: an umbrella review with individual study meta-analysis. **Clinical Microbiology and Infection**, v. 28, n. 4, p. 479-490, 2022.

DANG, G. K. et al. Antiinflammatory activity of *Phyllanthus emblica*, *Plumbago zeylanica* and *Cyperus rotundus* in acute models of inflammation. **Phytotherapy Research**, v. 25, n. 6, p. 904-908, 2011.

DE LAS MERCEDES OLIVA, M. et al. Natural products as alternative treatments for *Candida* species resistant to conventional chemotherapeutics. In: Fighting Multidrug Resistance with Herbal Extracts, Essential Oils and Their **Components**. **Academic Press**, 2013. p. 31-43.

DHAR, P. et al. Medicinal chemistry and biological potential of *Cyperus rotundus* Linn.: An overview to discover elite chemotype (s) for industrial use. **Industrial Crops and Products**, v. 108, p. 232-247, 2017.

DUARTE, M. C. T. et al. Anti-*Candida* activity of Brazilian medicinal plants. **Journal of ethnopharmacology**, v. 97, n. 2, p. 305-311, 2005.

ELTAYEIB, A. A.; ISMAEEL, H. U. Extraction of *Cyperus rotundus* rhizomes oil, identification of chemical constituents and evaluation of antimicrobial activity of the oil in North Kordofan State. **Int J Adv Res Chem Sci**, v. 1, n. 9, p. 18-29, 2014.

ESSAIDI, I. et al. Chemical composition of *Cyperus rotundus* L. tubers essential oil from the south of Tunisia, antioxidant potentiality and antibacterial activity against foodborne pathogens. **Journal of Essential Oil Bearing Plants**, v. 17, n. 3, p. 522-532, 2014.

FENNER, R. et al. Plantas utilizadas na medicina popular brasileira com potencial atividade antifúngica. **Revista Brasileira de Ciências Farmacêuticas**, v. 42, p. 369-394, 2006.

FIRMINO, D. F. et al. Antibacterial and antibiofilm activities of *Cinnamomum sp.* essential oil and cinnamaldehyde: antimicrobial activities. **The Scientific World Journal**, v. 2018, n. 1, p. 7405736, 2018.

GUO, QL. et al. Comparative study on the effects of two antifungal drugs against *Candida albicans* by microcalorimetry and transmission electron microscopy. **Thermochimica acta**, v. 543, p. 82-87, 2012.

HU, QP. et al. Chemical composition, antioxidant, DNA damage protective, cytotoxic and antibacterial activities of *Cyperus rotundus* rhizomes essential oil against foodborne pathogens. **Scientific reports**, v. 7, n. 1, p. 1-9, 2017.

HUSSEIN, H. K. et al. Study of Drugs: Antibiotic and Study Mechanism and Adverse Effects. **Al-Nahrain Journal of Science**, v. 26, n. 1, p. 15-20, 2023.

JANAKI, S. et al. Chemical composition and insecticidal efficacy of *Cyperus rotundus* essential oil against three stored product pests. **International Biodeterioration & Biodegradation**, v. 133, p. 93-98, 2018.

JARDAK, M. et al. Chemical composition, antibiofilm activities of Tunisian spices essential oils and combinatorial effect against *Staphylococcus epidermidis* biofilm. **Lwt**, v. 140, p. 110691, 2021.

KABBASHI, A. S. et al. Antimicrobial activity and cytotoxicity of ethanolic extract of *Cyperus rotundus* L. **American Journal of Pharmacy and Pharmaceutical Sciences**, v. 2, n. 1, p. 1-13, 2015.

KANDIKATTU, H. K. et al. A review on *Cyperus rotundus*: ancient weed to modern elixir of life phytochemistry and therapeutic uses of *Cyperus rotundus* (Mustaka). **Pharmaceutical and Biomedical Research**, 2021.

KARZAN, K.; SHNAWA, B.; GORONY, S. Antimicrobial activity of *Cyperus rotundus* Linn. extracts and phytochemical screening. **Eurasian Journal of Science and Engineering**, v. 312, p. 82, 2017.

KEREBBA, N. et al. Chemical variation and implications on repellency activity of *Tephrosia vogelii* (Hook f.) essential oils against *Sitophilus zeamais* motschulsky. **Agriculture**, v. 10, n. 5, p. 164, 2020.

KILANI, S. et al. Chemical composition, antibacterial and antimutagenic activities of essential oil from (Tunisian) *Cyperus rotundus*. **Journal of Essential Oil Research**, v. 17, n. 6, p. 695-700, 2005.

KUMAR, S. B. et al. Screening of natural compounds from *Cyperus rotundus* Linn against SARS-CoV-2 main protease (Mpro): An integrated computational approach. **Computers in biology and medicine**, p. 104524, 2021.

LIN, CH. et al. The ethanol crude extraction of *Cyperus rotundus* regulates apoptosis-associated gene expression in HeLa human cervical carcinoma cells in vitro. **Anticancer research**, v. 39, n. 7, p. 3697-3709, 2019.

LIU, X. C. et al. Chemical composition and insecticidal activity of the essential oil of *Cyperus rotundus* Rhizomes against *Liposcelis bostrychophila* (*Psocoptera: Liposcelididae*). **Journal of Essential Oil Bearing Plants**, v. 19, n. 3, p. 640-647, 2016.

LOYAWATTANANAN, S.; RACHTANAPUN, C. Antibacterial activity and foaming ability of selected surfactants. In: **58. Kasetsart University Annual Conference, Bangkok (Thailand), 5-7 Feb 2020**. 2020.

MARTINS, F. T. et al. Variação química do óleo essencial de *Hyptis suaveolens* (L.) Poit., sob condições de cultivo. **Química Nova**, v. 29, p. 1203-1209, 2006.

MAHIZAN, N. A. et al. Terpene derivatives as a potential agent against antimicrobial resistance (AMR) pathogens. **Molecules**, v. 24, n. 14, p. 2631, 2019.

MORAD, H. OJ. et al. Pre-clinical imaging of invasive candidiasis using immunoPET/MR. **Frontiers in microbiology**, v. 9, p. 1996, 2018.

NETOPILOVA, M. et al. In vitro antimicrobial combinatory effect of Cinnamomum cassia essential oil with 8-hydroxyquinoline against Staphylococcus aureus in liquid and vapour phase. **Journal of Applied Microbiology**, v. 129, n. 4, p. 906-915, 2020.

NAGULENDRAN, K. R. et al. In vitro antioxidant activity and total polyphenolic content of *Cyperus rotundus* rhizomes. **E-journal of Chemistry**, v. 4, n. 3, p. 440-449, 2007.

NG'UNI, T. L. et al. Evaluation of synergistic anticandidal activity of Galenia africana extract and fluconazole against *Candida albicans* and *Candida glabrata*. **Journal of Herbal Medicine**, p. 100503, 2022.

NIDUGALA, H. et al. In vitro cytotoxic activity of rhizome extracts of *Cyperus rotundus* (L.) against colon carcinoma and Ehrlich ascites carcinoma. **Journal of Applied Pharmaceutical Science**, v. 6, n. 11, p. 172-175, 2016.

OGUNDAJO, A. L. et al. Antimicrobial activities of sesquiterpene-rich essential oils of two medicinal plants, *Lannea egregia* and *Emilia sonchifolia*, from Nigeria. **Plants**, v. 10, n. 3, p. 488, 2021.

PARVEZ, M. K. et al. The in vitro and in vivo anti-hepatotoxic, anti-hepatitis B virus and hepatic CYP450 modulating potential of *Cyperus rotundus*. **Saudi Pharmaceutical Journal**, v. 27, n. 4, p. 558-564, 2019.

PEERZADA, A. M. et al. *Cyperus rotundus* L.: Traditional uses, phytochemistry, and pharmacological activities. **Journal of ethnopharmacology**, v. 174, p. 540-560, 2015.

PEREIRA, R. et al. Biofilm of *Candida albicans*: formation, regulation and resistance. **Journal of Applied Microbiology**, v. 131, n. 1, p. 11-22, 2021.

QIN, R. et al. Antibacterial activity and mechanism of the sesquiterpene  $\delta$ -cadinene against *Listeria monocytogenes*. **LWT**, v. 203, p. 116388, 2024.

RAUT, N. A.; GAIKWAD, N. J. Antidiabetic activity of hydro-ethanolic extract of *Cyperus rotundus* in alloxan induced diabetes in rats. **Fitoterapia**, v. 77, n. 7-8, p. 585-588, 2006.

ROCHA, F. G. et al. Preclinical study of the topical anti-inflammatory activity of *Cyperus rotundus* L. extract (Cyperaceae) in models of skin inflammation. **Journal of ethnopharmacology**, v. 254, p. 112709, 2020.

RYU, B. et al. Sesquiterpenes from rhizomes of *Cyperus rotundus* with cytotoxic activities on human cancer cells in vitro. **Helvetica Chimica Acta**, v. 98, n. 10, p. 1372-1380, 2015.

SASIDHARAN, S.; POTTAIL, L. Antimicrobial activity of metal and non-metallic nanoparticles from *Cyperus rotundus* root extract on infectious disease causing pathogens. **Journal of Plant Biochemistry and Biotechnology**, v. 29, p. 134-143, 2020.

SAVOIA D. C., et al. Antimicrobial Activity of Euplotin C, the Sesquiterpene Taxonomic Marker from the Marine Ciliate *Euplotes crassus*. **Antimicrob Agents Chemother**, v.48, n. 10, 2004.

SELLEM, I. et al. Harvesting season dependent variation in chemical composition and biological activities of the essential oil obtained from *Inula graveolens* (L.) grown in Chebba (Tunisia) salt marsh. **Arabian Journal of Chemistry**, v. 13, n. 3, p. 4835-4845, 2020.

SCHILCHER, K.; HORSWILL, A. R. Staphylococcal biofilm development: structure, regulation, and treatment strategies. **Microbiology and Molecular Biology Reviews**, v. 84, n. 3, p. 10.1128/mmr. 00026-19, 2020.

SCHMIDT, E. et al. Antimicrobial activities of single aroma compounds. **Natural product communications**, v. 5, n. 9, p. 1934578X1000500906, 2010.

SHIVAKUMAR, S. I. et al. Anticonvulsant effect of *Cyperus rotundus* Linn rhizomes in rats. 2009.

SILVA, C. B. et al. Antifungal activity of the lemongrass oil and citral against *Candida spp.* **Brazilian Journal of Infectious Diseases**, v. 12, n. 1, p. 63-66, 2008.

SNEADER, W. (2005). Drug discovery: a history. John Wiley & Sons.

SOARES, E. R. et al. Chemical composition and antimicrobial evaluation of the essential oils of *Bocageopsis pleiosperma* Maas. **Natural product research**, v. 29, n. 13, p. 1285-1288, 2015.

SONWA, M. M.; KÖNIG, W. A. Chemical study of the essential oil of *Cyperus rotundus*. **Phytochemistry**, v. 58, n. 5, p. 799-810, 2001.

TALAPKO, Jasminka et al. *Candida albicans*—the virulence factors and clinical manifestations of infection. **Journal of Fungi**, v. 7, n. 2, p. 79, 2021.

TIAN, S. et al. Green synthesis of silver nanoparticles using sodium alginate and tannic acid: Characterization and anti-*S. aureus* activity. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 195, p. 515-522, 2022.

TRAN, H. H. T. et al. Inhibitors of  $\alpha$ -glucosidase and  $\alpha$ -amylase from *Cyperus rotundus*. **Pharmaceutical biology**, v. 52, n. 1, p. 74-77, 2014.

TSOYI, K. et al. (+)-Nootkatone and (+)-valencene from rhizomes of *Cyperus rotundus* increase survival rates in septic mice due to heme oxygenase-1 induction. **Journal of ethnopharmacology**, v. 137, n. 3, p. 1311-1317, 2011.

ULLAH, M. A. et al. Medical treatment of various diseases through Nagarmotha (*Cyperus rotundus*) plant. **European Journal of Biology and Medical Science Research**, v. 10, n. 1, p. 26-43, 2022.

WAGNER, H. Synergy research: approaching a new generation of phytopharmaceuticals. **Fitoterapia**, v. 82, n. 1, p. 34-37, 2011.

WAGNER, H.; ULRICH-MERZENICH, G. Synergy research: approaching a new generation of phytopharmaceuticals. **Phytomedicine**, v. 16, n. 2-3, p. 97-110, 2009.

WHALEY, S. G. et al. Resistência a antifúngicos azólicos em *Candida albicans* e espécies emergentes de *Candida* não-*albicans*. **Fronteiras em microbiologia**, v. 7, p. 2173, 2017.

WIJNANTS, S.; VREYS, J.; VAN DIJCK, P. Interesting antifungal drug targets in the central metabolism of *Candida albicans*. **Trends in Pharmacological Sciences**, v. 43, n. 1, p. 69-79, 2021.

WU, Jashin J. et al. Therapy of systemic fungal infections. **Dermatologic therapy**, v. 17, n. 6, p. 532-538, 2004.

ZAN, B. et al. Volatile components in Yinchenzhufu decoction and their pharmacokinetics after oral administration in rats. **RSC advances**, v. 12, n. 6, p. 3287-3299, 2022.

ZHANG, LL. et al. Chemical composition, antibacterial activity of *Cyperus rotundus* rhizomes essential oil against *Staphylococcus aureus* via membrane disruption and apoptosis pathway. **Food Control**, v. 80, p. 290-296, 2017.

ZHAO, L. et al. Combating fluconazole-resistant fungi with novel  $\beta$ -azole-phenylacetone derivatives. **European journal of medicinal chemistry**, v. 183, p. 111689, 2019.

ZHOU, Z.; YIN, W. Two novel phenolic compounds from the rhizomes of *Cyperus rotundus* L. **Molecules**, v. 17, n. 11, p. 12636-12641, 2012.

ZUMPANO, R. et al. Sodium lauryl ether sulfates, pivotal surfactants for formulations: Rationalization of their assembly properties. **Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects**, v. 686, p. 133375, 2024.

## ANEXO

**Figura A1-** Cromatograma CG-MS do óleo essencial extraído de tubérculos de *Cyperus rotundus* cultivado.

