

UNIVERSIDADE FEDERAL DO AMAZONAS
PRÓ-REITORIA DE PESQUISA E PÓS-GRADUAÇÃO
DEPARTAMENTO DE APOIO À PESQUISA
PROGRAMA INSTITUCIONAL DE BOLSAS DE INICIAÇÃO CIENTÍFICA

OBTENÇÃO DE EXTRATO SECO PADRONIZADO DE *Endopleura uchi*
(UXI- AMARELO) ATRAVÉS DE DIFERENTES TÉCNICAS DE
SECAGEM

Bolsista: Deizi dos Santos Ferreira, CNPq

MANAUS

2015

UNIVERSIDADE FEDERAL DO AMAZONAS
PRÓ-REITORIA DE PESQUISA E PÓS-GRADUAÇÃO
DEPARTAMENTO DE APOIO À PESQUISA
PROGRAMA INSTITUCIONAL DE BOLSAS DE INICIAÇÃO CIENTÍFICA

RELATÓRIO FINAL

PIB-S/0090/2014

OBTENÇÃO DE EXTRATO SECO PADRONIZADO DE *Endopleura uchi*
(UXI- AMARELO) ATRAVÉS DE DIFERENTES TÉCNICAS DE
SECAGEM

Bolsista: Deizi dos Santos Ferreira, CNPq

Orientadora: Prof^ª Dra Tatiane Pereira de Souza

MANAUS

2015

RESUMO

A vida vegetal tem despertado atenção da comunidade científica e das indústrias, devido à potência farmacológica presente nos seus metabólitos secundários. A prospecção fitoquímica permite descobrir substâncias, as quais podem ser isoladas e avaliadas quanto sua atividade biológica. A espécie *Endopleura uchi*, popularmente conhecida como uxi-amarelo, é muito usada na medicina tradicional pela população da região Amazônica na forma de chá para tratamento de afecções do trato genito-urinário, mioma, hemorragia e inflamações em geral. Estudos científicos sugerem que grande parte de sua atividade biológica esteja relacionada com a bergenina, princípio ativo encontrado nos seus frutos e cascas. Extratos secos são considerados um produto intermediário, oriundos de um processamento de drogas vegetais, de muito interesse para as indústrias químicas e farmacêuticas por possuírem maior estabilidade que os extratos líquidos e moles. O material vegetal *Endopleura uchi* foi adquirido no comércio de Manaus-AM na forma de casca rasurada, o qual após processamento apresentou as seguintes características: perda por dessecação de 13,31 g%, teor de extrativo de 2,31g%, teor de cinzas de 3,8g% e maior faixa granulométrica entre 355 µm e 250 µm. A solução extrativa foi obtida pela maceração de 18 horas utilizando etanol a 70% (v/v) como solvente de extração e relação droga:solvente de 16,5% (m/v), após ser submetida a evaporação sob pressão reduzida para concentração apresentou teor de sólidos totais de 3,23 g%. Neste trabalho foram avaliadas as técnicas de secagem por aspersão (*Spray-Drying*) e liofilização (*Freeze-Drying*) a fim de verificar a viabilidade de obtenção de um extrato seco padronizado a partir das cascas de *E. uchi*. Neste estudo, de acordo com as condições operacionais e equipamentos disponíveis na Universidade Federal do Amazonas, apenas a técnica de secagem por aspersão se mostrou viável, do ponto de vista tecnológico, para obtenção de um extrato seco. O pó obtido apresentou teor de umidade residual acima do preconizado pela Farmacopeia Brasileira 5ED (2010), demonstrou fluxo ruim e instabilidade de empacotamento, sugerindo que maiores estudos devem ser realizados a fim de estabelecer um protocolo favorável a obtenção de um extrato seco de *E. uchi* com adequadas características químicas e tecnológicas.

Palavras-chave: Extrato seco, bergenina, *Endopleura uchi*.

Sumário

RESUMO.....	2
1. Introdução	4
2. Objetivos.....	5
2.1. Objetivo geral:	5
2.2. Objetivos específicos:	5
3. Revisão bibliográfica.....	6
3.1. Cascas de <i>Endopleura uchi</i>	6
3.2. Operações de secagem de extrato vegetal.....	7
4. Metodologia	10
4.1. Obtenção do material vegetal	10
4.2. Tratamento do material vegetal e obtenção da matéria-prima vegetal	10
4.3. Caracterização da matéria-prima vegetal.....	10
4.3.1. Perda por dessecação (Farmacopeia Brasileira, 2010).....	10
4.3.2. Análise granulométrica por tamisação (Farmacopeia Brasileira, 2010).....	10
4.3.3. Teor de extrativos.....	10
5. Resultados e discussões.....	14
7. Referências bibliográficas	19
8. Cronograma	23

1. Introdução

As plantas medicinais vêm despertando grande interesse na indústria, devido suas propriedades farmacológicas, as quais através de tecnologias apropriadas podem servir de material para o desenvolvimento de novas substâncias e produtos industrializados com fins medicinais e ou cosméticos. O estudo da planta permite a identificação e isolamento de componentes presentes na mesma e esses testes de prospecção direcionam como avaliar e selecionar melhor processo de fabricação, na escolha de forma farmacêutica, ter rendimento favorável no produto final e uma padronização adequada.

A matéria vegetal passa por etapas de seleção e avaliação que se inicia desde a coleta até o produto final. As indústrias têm grande interesse pelos fitoterápicos, onde os metabólitos secundários das plantas estão presentes nas folhas, caule, frutos, sementes e cascas. Os extratos podem apresentar-se em estado líquido, pastoso ou seco, mas o extrato seco é mais vantajoso por permitir maior estabilidade dos componentes ativos, podendo ser utilizado em diversas formas farmacêuticas (PAGLIARUSSI *et al.*, 2006). A forma seca permite ter mais potência o metabólito e melhor rendimento tecnológico sem perda de composição química.

A técnica pode ser aplicada em diversas áreas como, química, alimentícia, tecnologia farmacêutica, produtos naturais. Todas buscando o produto final de boa qualidade, com menor custo e diminuição na contaminação dos mesmos (TACON, 2012).

A *Endopleura uchi* (Uxi-amarelo) é usado pelas mulheres na região da Amazônia para tratar infecções uterinas. Através de estudos fitoquímicos em frutos e cascas foram detectadas componentes ativos, principalmente, a bergenina (POLITI, 2009). As indústrias utilizam técnicas de secagem para obter o extrato seco, como a nebulização em *spray-drying* e a liofilização. Sendo assim, o presente trabalho tem como objetivo avaliar o extrato seco padronizado através de parâmetros, como, teor de umidade residual, a composição química, tamanho da partícula e o rendimento de secagem através de duas diferentes técnicas sem presença de adjuvantes.

2. Objetivos

2.1. Objetivo geral:

Obter um extrato seco padronizado de *Endopleura uchi* (Uxi-amarelo) com adequadas características químicas e tecnológicas.

2.2. Objetivos específicos:

Obter e caracterizar a matéria- prima vegetal de *Endopleura uchi* (Uxi-amarelo);

Obter e caracterizar o extrato líquido de *Endopleura uchi* (Uxi-amarelo);

Avaliar a aplicabilidade da liofilização (*freeze drying*) e da secagem por aspersão (*spray drying*) como técnicas de secagem para obtenção de extrato seco de *Endopleura uchi* (Uxi-amarelo);

Caracterizar os extratos secos obtidos pelas diferentes técnicas de secagem;

Estabelecer a técnica de secagem mais apropriada para obtenção de um extrato seco de *Endopleura uchi* (Uxi-amarelo).

3. Revisão bibliográfica

A espécie *Endopleura uchi* pertencente da família da Humiriaceae, é encontrada na Amazônia Brasileira. Vulgarmente conhecida como uxi-amarelo, pucu, uxi-verdadeiro, uxi-liso, axuá, cumatê, pururu (BORGES, 2010). Árvore de grande porte, com frutos e cascas acizentadas (figura 1). Os metabólitos dessa espécie estão presentes em frutos e cascas com potencial farmacológico, sendo que a população utiliza o chá para tratamento de algumas doenças, entre elas, mioma uterino e afecções do trato genito urinário feminino.

Alguns autores descrevem as principais ações farmacológicas: no controle do colesterol, anti-inflamatório, antifúngica e também rica em vitaminas C e E, fibras, ácidos graxos e entre outras. Através de técnicas foram encontradas substâncias como, o princípio ativo presente tanto em frutos como nas cascas, a bergenina (C-glicosídeo do 4-O-metil ácido gálico), eugenol, carotenos, ácidos graxos, ácido oléico, esteroides, 3,3-dimetil-2-butanol. Foram encontrados em torno de 42 componentes em frutos (TACON, 2012).



Figura 1: Árvore de *Endopleura uchi* Fonte: www.ibama.gov.br

3.1. Cascas de *Endopleura uchi*

As cascas são facilmente encontradas em feiras, farmácias magistrais, mercados e são utilizadas, tradicionalmente, na forma de chás pelo seu poder farmacológico, sendo constituídas de metabólitos secundários como, cumarinas, taninos e saponinas. Também foram encontradas isocumarinas bergenina e 8,10 dimetoxibergenina, triterpenóides pentacíclicos, ácido masílinico e o seu éster masilinato de metila (SÁ, 2014).

A bergenina é a principal substância encontrada em toda a planta, tem potencial de inibir a ciclooxigenase 1 e 2, fosfolipase A₂ e de inibição de crescimento microbiano. Em estudos cromatográficos resultaram-se no isolamento de uma mistura de esteróides constituída por β -sitosterol e estigmasterol, do triterpeno pentacíclico friedelina (3-oxo-friedelina) e do triterpeno pentacíclico pseudotaraxasterol.

Estruturalmente, a bergenina, é formada por três anéis de seis membros, sendo um anel aromático, um anel δ -lactona, um anel glicopiranosose e cinco hidroxilas. Contudo o seu poder farmacológico pode está relacionado com o teor de bergenina presente na planta, sendo influenciada pelos fatores climáticos, sazonal e adulteração da matéria vegetal com outros tipos de plantas (MUNIZ, 2013).

3.2. Operações de secagem de extrato vegetal

A utilização de plantas medicinais vem aumentando anualmente, dessa forma, as indústrias buscam melhorias ou novas técnicas para obtenção de matéria-prima vegetal em produtos industrializados de qualidade, maior estabilidade, fácil armazenamento e transporte. A produção de novos medicamentos e intermediários necessitam de técnicas confiáveis, que reduzam a quantidade de água para evitar o crescimento de microrganismos, sem alterar o potencial farmacológico e garantia de homogeneidade de preparações farmacêuticas.

Uma das técnicas mais aplicada é a secagem de extrato líquido, onde se obter produto em forma de pó. Segundo a Farmacopéia Brasileira V (2010), o extrato seco são preparações sólidas obtidas na forma de pó ou granulado após a eliminação total do solvente de extração, o qual pode ser obtido na presença ou não de adjuvantes farmacêuticos.

Entre as técnicas de secagem empregadas com sucesso na preparação de extratos secos encontra-se a nebulização ou spray-dryer e a freeze drying ou liofilização.

3.2.1. Liofilização (*Freeze Drying*)

A liofilização, o termo líófilo significa amigo do solvente, o que define com fidelidade as características dos produtos liofilizados: altamente higroscópicos e de fácil dissolução na água. É um processo de estabilização, no qual a substância é previamente congelada e a quantidade de solvente (geralmente água) é reduzida, primeiramente por sublimação e depois por dessorção, sendo método eficiente quando comparada a outra técnica em relação a contração do produto, perda de voláteis, decomposição térmica, ações enzimáticas e desnaturação de proteínas (PRISTA *et al.*, 1995).

A técnica ocorre abaixo do ponto do congelamento da água, evita a degradação de componentes químicos e a perda do solvente ocorre por sublimação em alto vácuo. Processo prolongado e de alto custo financeiro, mas de grande importância para produtos como aminoácidos, proteínas e enzimas. O emprego na produção de produtos alimentícios é bastante vantajoso, pois, em baixas temperaturas não ocorre a perda de composto responsável pelo aroma. Contudo, o desempenho da liofilização depende significativamente do processo de congelamento. Nesta fase, o produto a ser processado é congelado por exposição a temperaturas inferiores ao seu ponto de congelamento.

As etapas da freeze drying são:

- ✓ Congelamento da amostra no próprio recinto do liofilizador, onde ocorre transformação as soluções aquosas em uma mistura de duas fases sendo uma constituída por cristais de gelo e a outra pela solução concentrada dos solutos. Entretanto, a água transforma-se em gelo num grau variado, porém de alta pureza. Como resultado do congelamento, pode ocorrer a formação de misturas eutéticas (temperatura de fusão dos componentes da mistura se torna a mesma e não ocorre modificações na composição) ou precipitados amorfos, ainda pode acontecer a desidratação do material insolúvel, assim como a coalescência de gotas de líquidos imiscíveis.
- ✓ Logo a secagem por liofilização distinguem-se duas etapas: desidratação primária, onde ocorre a maior retirada do conteúdo de água e secundária, que visa retirar certa quantidade da água ligada.

Os equipamentos utilizados constituem-se em: câmara de vácuo (onde a amostra fica contida) com finalidade na diminuição da pressão, para que não ocorra fusão do gelo, esta pode ser de forma retangular, que permite o aproveitamento do espaço inteiro mais facilmente, ou pode ser cilíndrica, que apresenta uma maior resistência à pressão. Já a fonte de calor tem a finalidade de suprir calor latente de sublimação e o condensador é formado por serpentinas de refrigeração que transformam os vapores diretamente em gelo (executando a chamada sublimação inversa) e por último a bomba de vácuo com finalidade de remover os vapores não condensáveis (TERRONI, 2015).

3.2.2. Secagem por Aspersão (*Spray-drying*)

A secagem por spray drying é uma das técnicas mais utilizadas na indústria de fitoterápicos por sua estabilidade e possibilidade do controle das características do produto final (VOIGT, 2000). É um processo que permite utilizar quantidades variadas do produto, sendo uma técnica rápida que se obtém o produto seco em uma única operação, evitando

dessa maneira a degradação de substâncias (WENDEL, CELIK, 1998). Contudo, a secagem por nebulização ocorre em três etapas, o líquido ou pasta são atomizadas em um sistema, sendo dispersas em gotículas e ao entrar em contato com uma corrente de ar quente permite a transferência de calor. Em seguida, ocorre a evaporação do solvente e formação da partícula sólida (OLIVEIRA *et al.*, 2010).

A atomização cria uma grande área de superfície molhada na forma de milhões de pequenas gotas expostas ao ar quente, o que resulta em altas taxas de transferência de calor e massa, sendo que os tempos de secagem tornam-se menores, evitando a degradação térmica do produto. A segunda etapa é a dispersão das gotículas no ar para criar a melhor condição de contato entre o produto atomizado e o ar quente que entra na câmara de secagem, logo, a combinação dos primeiros dois estágios cria as condições necessárias para a secagem da gota e a formação da partícula (PRISTA *et al.*, 1995).

As partículas solidificadas, geralmente, apresentam o mesmo tamanho e forma da gotícula que as originou, com isso as partículas formadas são esféricas e seu tamanho pode ser descrito por seu diâmetro geométrico. Finalmente o produto de secagem é transportado por uma corrente de ar sendo posteriormente coletado.



Figura 2: Partícula em aspersão pelo método de Spray dryer.

Fonte: Revista Brasileira de farmacognosia

Os parâmetros escolhidos no processo de secagem do produto tem influência na qualidade do mesmo, como a temperatura, velocidade de fluxo de alimentação, concentração e tipo de adjuvantes tecnológicos.

4. Metodologia

4.1. Obtenção do material vegetal

A droga vegetal, cascas de *Endopleura uchi*, foi obtida comercialmente em Manaus-Amazonas sob a forma rasurada e seca.

4.2. Tratamento da droga vegetal e obtenção da matéria-prima vegetal

A droga vegetal foi submetida à secagem em estufa de ar circulante por um período de sete dias, à temperatura de $40^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$, a fim de estabilizar a umidade residual da droga vegetal. Após a secagem, o material foi submetido à moagem em moinhos de facas com abertura de malha de 1 mm, constituindo assim a matéria-prima vegetal (MPV).

4.3. Caracterização da matéria-prima vegetal

A matéria-prima vegetal foi caracterizada através da determinação dos ensaios descritos abaixo, sendo todos realizados em triplicata.

4.3.1. Perda por dessecação (Farmacopeia Brasileira, 2010)

Método gravimétrico em estufa de secagem a 105°C . Foi, exatamente pesado, cerca de 0,5g da matéria-prima vegetal em pesa-filtro previamente tarado. Após isso, o pesa-filtro foi colocado em estufa por duas horas e, ao término desse tempo, resfriado em dessecador por 20 minutos, sendo em seguida pesado em balança analítica. Este procedimento de secagem em estufa, resfriamento em dessecador e pesagem foi repetido até o peso constante.

4.3.2. Análise granulométrica por tamisação (Farmacopeia Brasileira, 2010)

Foram exatamente pesados, cerca de, 50g da matéria-prima vegetal para serem submetidos à passagem através de tamises com abertura de malha de 1000; 850; 710; 600; 500; 425; 355 e 250 μm . A tamisação foi realizada a 60 vibrações por segundo durante 15 minutos. As frações retidas nos tamises e coletor foram pesadas e os dados analisados através da construção dos gráficos de histograma de distribuição e curvas de retenção e passagem.

4.3.3. Teor de extrativos

Ensaio realizado através de método gravimétrico. Primeiramente, foram exatamente pesados cerca de 1,5 g da matéria-prima vegetal e colocada em erlemayer previamente pesado. Depois foi adicionado 150 mL de água destilada e pesado novamente o conjunto (erlemayer, água e MPV). Em seguida, o conjunto foi aquecido em manta aquecedora até a

ebulição por um tempo de 10 minutos, após início da fervura. Em seguida, o conjunto foi resfriado e pesado novamente. A massa inicial do conjunto (antes do aquecimento) foi reconstituída com água destilada. A seguir, o conteúdo de erlenmeyer foi submetido à filtração com algodão, desprezando os primeiros 20 mL. Cerca de 20 g do filtrado foram exatamente pesados em pesa-filtro, previamente tarado, o qual foi colocado em banho-maria até secar. O pesa-filtro contendo o resíduo seco a temperatura de 105 °C até peso constante. O teor extrativo foi calculado de acordo com a equação abaixo:

$$TE = \frac{g \times C}{(m - pd)} \times 100$$

Onde: TE= teor extrativo (g%), g = massa do resíduo (g), C = constante (5), m = massa da MPV (g)

4.3.4. Teor de cinzas totais (Farmacopeia Brasileira, 2010)

Inicialmente, os cadinhos vazios foram previamente calcinados a 500 °C por 30 minutos em mufla. Depois de resfriados, em dessecador por 30 minutos, os mesmos foram pesados. Posteriormente, foi pesado, exatamente, cerca de 3g da matéria-prima vegetal em cada cadinho, os quais foram submetidos à incineração a 500 °C, primeiramente, por 2 horas. Após incineração, os cadinhos contendo a MPV foram resfriados em dessecador por 30 minutos e, novamente pesados. Em seguida, foram novamente colocados em mufla por mais 1 hora na mesma temperatura e resfriados em dessecador por 30 minutos. O processo foi repetido até o peso constante.

4.4. Obtenção e caracterização do extrato líquido

O extrato líquido foi obtido através da maceração, com agitação manual e ocasional, por 18 horas com uma relação droga:solvente de 16,5 % (m/V), onde foi utilizado etanol a 70% (v/v) como solvente de extração.

4.4.1. Determinação do pH

O pH foi determinado utilizando-se cerca de 10,0 mL da solução extrativa, em peagâmetro previamente calibrado. O resultado foi expresso pela média de três determinações (FARMACOPEIA, 2010).

4.4.2. Determinação do resíduo seco (Farmacopeia Brasileira, 2010)

Foi pesado, exatamente, 20 g do extrato líquido diretamente em pesa-filtro, previamente tarado, e evaporada até secura em banho-maria. Após evaporação do solvente de extração, o pesa-filtro contendo o resíduo foi levado à estufa $105^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ até peso constante.

4.4.3. Determinação da densidade relativa (Farmacopeia Brasileira, 2010)

Foi realizada em picnômetro de 25 mL, previamente calibrado através da aferição do mesmo vazio e contendo água. A água destilada foi usada como padrão de referência da densidade relativa de líquidos, e, em seguida calculada através de uma equação, na qual foi obtida pela razão entre a massa do extrato líquido e a massa da água destilada.

4.5. Obtenção e caracterização dos extratos secos

Primeiramente, o extrato líquido foi submetido à concentração em rotaevaporador a uma temperatura de 60°C , até eliminação de todo etanol presente no extrato líquido.

No extrato concentrado resultante foi determinado o teor de sólidos totais, através de técnica gravimétrica exatamente como descrito no item 4.4.2.

O extrato concentrado foi submetido a duas diferentes técnicas de secagem conforme descrito abaixo:

Liofilização ou *Freeze Drying*

O extrato concentrado foi congelado em refrigerador comum e, após congelamento, armazenado em freezer -20°C para depois ser submetido a secagem equipamento em Liofilizador (modelo LS 3000) com temperatura inicial de -49°C .

Secagem por Aspersão ou *Spray Drying*

O extrato concentrado foi submetido a secagem em Mini Spray Drying (Modelo MSD 1,0, Labmaq).

Os parâmetros de secagem utilizados foram:

Temperatura de entrada de 120°C

Temperatura de saída de 90°C

Vazão de ar comprimido (L/min) 30

Vazão de alimentação do extrato 0,64

4.5.1. Teor de Umidade residual

A umidade residual foi determinada por método gravimétrico, utilizando-se estufa a 105°C, segundo Farmacopeia Brasileira V (2010).

4.5.2. Determinação do rendimento da operação de secagem:

O rendimento do extrato seco foi determinado pela razão entre a quantidade de micropartículas obtidas e o teor de sólidos presentes no extrato líquido concentrado.

4.5.3. Determinação da densidade bruta (db)

Em uma proveta de 10 mL foi adicionado 1g do extrato seco (Ma), depois verificou-se o volume ocupado (Vb) por esta massa e assim através da razão entre a massa e o volume, determinou-se a densidade aparente do pó.

$$db = \frac{Ma}{Vb}$$

4.5.4. Determinação da densidade de compactação (dc)

A mesma proveta acima citada foi submetida a 500 batidas manuais. Após as batidas, verificou-se o volume ocupado pelo pó (Vc), obtendo-se a densidade de compactada.

$$dc = \frac{Ma}{Vc}$$

4.5.5. Determinação do Fator de Hausner (FH) e Índice de Carr (IC)

O FH foi calculado em relação da razão entre a densidade de compactação (dc) e a densidade bruta (db).

$$FH = \frac{dc}{db}$$

O índice de Carr foi determinado pela seguinte equação:

$$IC = \left(\frac{dc - db}{dc} \right) \times 100$$

4.6. Análise estatística

Os resultados foram expressos através de média aritmética e desvio padrão.

5. Resultados e Discussões

5.1. Matéria-prima vegetal

A matéria-prima vegetal foi analisada através dos parâmetros descritos abaixo:

A perda por dessecação (tabela 1) da *Endopleura uchi* apresentou o teor de umidade de 13,31 g%, através deste ensaio pode-se avaliar a presença de umidade na matéria-prima vegetal. O excesso pode contribuir tanto para contaminação e crescimento microbiano, deterioração e alteração dos constituintes químicos, bem como deve ser levado em consideração para processamento.

O teor de extrativo foi 2,31 g% demonstrando que as condições, líquido extrator água e temperatura de extração ebulição, não são boas uma vez que o teor de sólidos solúveis resultantes foi muito baixo. O teor de cinzas encontrado foi de 3,80 g%.

Tabela 1: Resultado da perda por dessecação, teor de extrativo e o teor de cinzas da matéria-prima vegetal.

Ensaio	Resultado $X \pm s$
Perda por dessecação (%)	13,31 \pm 0,19
Teor de extrativo (%)	2,31 \pm 0,47
Teor de cinzas (%)	3,80 \pm 0,03

A análise granulométrica por tamisação avalia e identifica a distribuição granulométrica de sólidos. O histograma de distribuição da MPV (Figura 3) demonstra que o pó resultante da moagem do material vegetal apresenta maior parte de suas partículas com diâmetro inferior a 500 μm , fato este que pode ser confirmado através das curvas de retenção e passagem (Figura 4) da MPV através das quais foi possível determinar o diâmetro médio de partículas do pó que foi em torno de 426 μm .

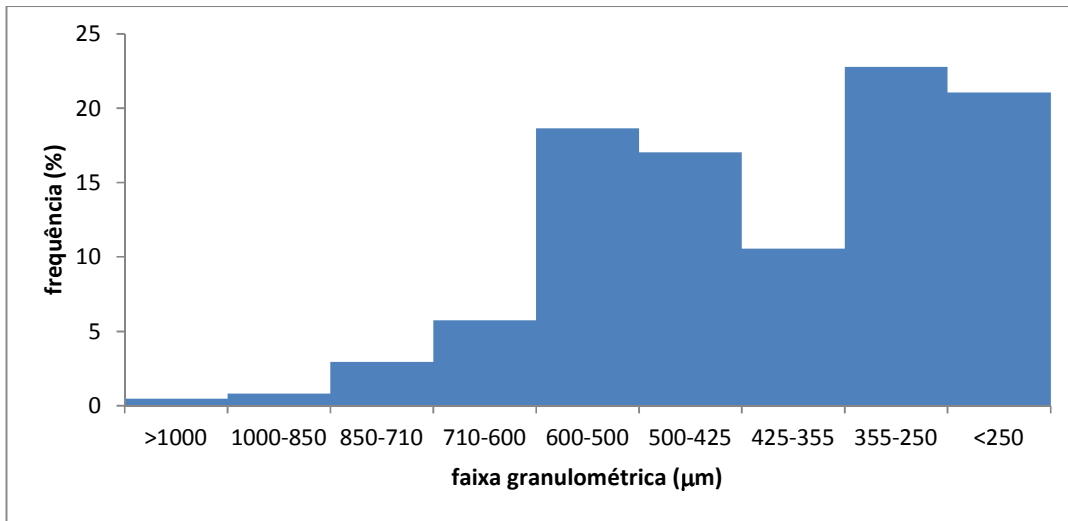


Figura 3: histograma de distribuição das partículas da MPV de *E. uchi*

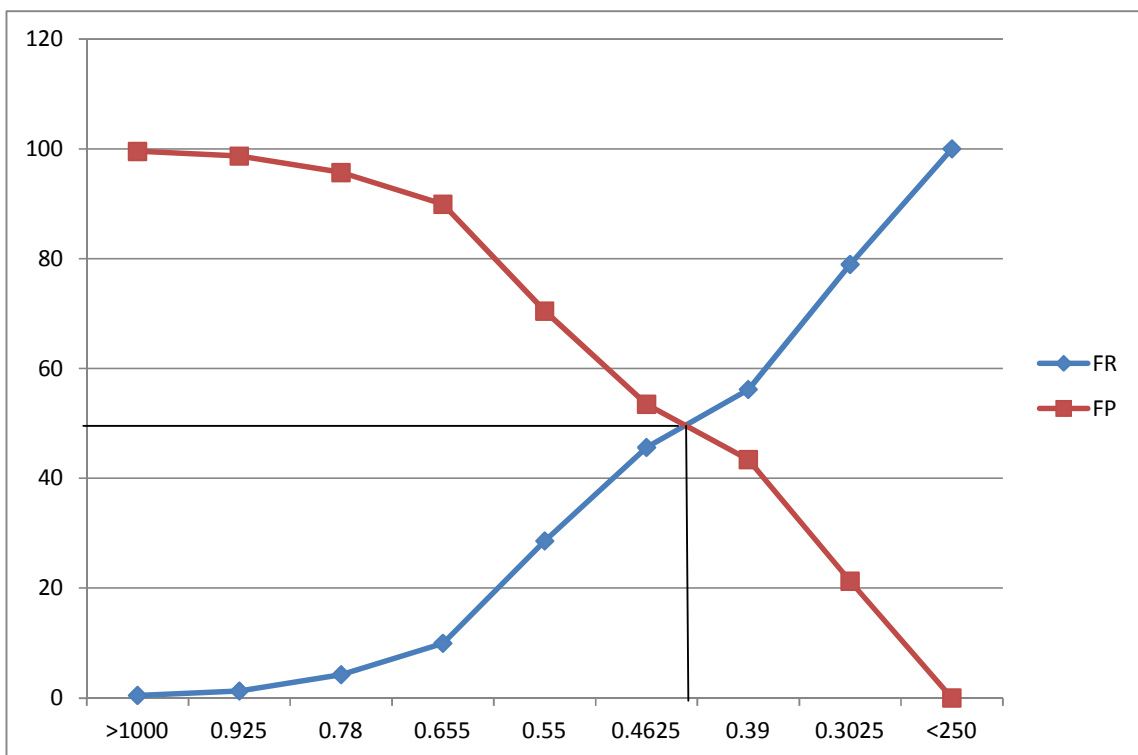


Figura 4: Curvas de retenção (FR) e de passagem (FP) da MPV de *Endopleura uchi*.

5.2. Extrato líquido e concentrado de *E. uchi*

De acordo com o baixo valor de teor extrativo presente na matéria-prima vegetal estudada, a água e o calor não se mostraram bons parâmetros de extração. Dessa forma, seguindo a literatura optou-se para utilizar a metodologia descrita por TACÓN (2012) com algumas adaptações.

Na tabela 2 está descrita as características do extrato líquido obtido. De acordo com os resultados pode ser verificado que o extrato líquido das cascas de *E. uchi* obtido utilizando etanol 70% (v/v) através de maceração apresentou caráter ácido e baixo valor de densidade relativa. O baixo valor de resíduo seco obtido também chama atenção, uma vez que o extrato líquido elaborado por TACÓN (2012), em condições extrativas semelhantes, apresentou um valor de resíduo seco de 3,14g%, tal fato pode ser explicado pela origem do material vegetal, questões de sazonalidade, e também pelos parâmetros extratidos utilizados pela autora, ou seja, agitação magnética e controle da temperatura de extração durante todo o tempo de maceração, o que infelizmente não foi possível controlar no presente trabalho.

Tabela 2: Características do extrato líquido de *E. uchi*

Ensaio	Resultado
Resíduo seco (g%)	0,70 ± 0,05
Densidade Relativa	0,88
pH	4,64

A eliminação do etanol por meio da rotaevaporação além de concentrar o teor de sólidos presentes no extrato líquido viabiliza a operação de secagem, uma vez que o alto teor de etanol impede o congelamento do produto, inviabilizando assim a secagem por liofilização e, também, pode interferir negativamente na secagem por aspersão. Além disso, considerando que o extrato líquido apresentou um baixo teor de sólidos solúveis (0,70g%), o procedimento de concentração antes da secagem, em geral, tende a favorecer o rendimento operacional do extrato seco obtido. Dessa forma, após a rotoevaporção o extrato concentrado apresentou um teor de sólidos de 3,23 g% ± 0,22g%.

5.3. Técnicas de secagem

O extrato líquido concentrado foi submetido à operação de secagem, sendo avaliadas as técnicas de liofilização e de secagem por aspersão sem a presença de adjuvantes de secagem.

Liofilização

Infelizmente, o equipamento liofilização disponível na FCF/UFAM está com problemas técnicos, os quais não foram solucionados até a finalização deste projeto. Dessa forma, foi utilizado o Liofilizador do Laboratório de Bioquímica do ICB/UFAM, gentilmente, cedido pela Profa. Dra. Silvana Cristina Pando. No entanto, devido a grande demanda pelo equipamento, não foi possível estudar as condições de liofilização, sendo o extrato concentrado submetido à secagem junto com outras amostras de características diferentes das do extrato concentrado de *E. uchi*.

A temperatura inicial do processo de liofilização foi de $-49\text{ }^{\circ}\text{C}$, o que se mostrou ineficiente para a secagem do extrato concentrado de *E. uchi* (previamente congelado em freezer de geladeira comum e em seguida em freezer -20°C e -80°C), visto que nessa temperatura ocorreu o rápido descongelamento do extrato deixando a amostra liquefeita. Talvez, o processo de liofilização tenha sido prejudicado pelas condições operacionais disponíveis no equipamento. Dessa forma, para realização desse procedimento seria necessário dispor de um ambiente bem estruturado e refrigerado, as quais favorecem a secagem por sublimação, ou seja, a operação de liofilização.

Secagem por Aspersão

A secagem por aspersão do extrato concentrado de *E. uchi* em equipamento de *Spray dryer*, ocorreu de forma adequada com rápido tempo de secagem. As características do extrato seco obtido através dessa operação de secagem estão descritas a seguir.

O aspecto físico do extrato seco é de um pó fino de coloração marrom claro com tendência a aglomeração, provavelmente, por ser higroscópico (figura 5). As características tecnológicas do extrato obtido estão descritas na tabela 3.



Figura 5: Extrato seco de *Endopleura uchi* obtida pela bebulização.

Tabela 3: Caracterização do extrato seco de *E. uchi*. Teor de umidade (TU), densidade bruta (db), densidade de compactação (dc), Fator de Hausner (FH) e Índice de Carr (IC).

Rendimento(%)	TU (g%)	db (g/ml)	Dc (g/ml)	FH	IC
43,64	6,77	0,16	0,23	1,43	30,43

O rendimento operacional foi de 43,64 %, mostrando uma operação de secagem não satisfatória, sendo que houve perdas nas paredes do equipamento, indicando que maiores estudos devem ser realizados em relação à operação de secagem por aspersão a fim de aumentar o rendimento operacional do processo. Em comparação ao extrato de seco de outro estudo, os mesmos obtiveram rendimento em torno de 50% a 70%, no entanto esse rendimento elevado deve-se a atuação de adjuvantes de secagem (TACON, 2012).

O pó apresentou o teor de umidade elevado, uma vez que a Farmacopeia Brasileira estabelece um máximo até 4 g% de umidade em extratos secos vegetais, o que pode ter sido influenciado pelas condições operacionais inicialmente testadas no equipamento e da região amazônica, ou seja, alta umidade relativa do ar.

O extrato seco apresentou densidade bruta de 0,16 g/ml e a densidade de compactação de 0,23 g/ml, valores dentro os estabelecidos por outros estudos da *Endopleura uchi*, que foram respectivamente, 0,16 a 0,32 g/ml e 0,22 a 0,46 g/mL. Também os pós apresentaram FC de 1,4 e IC de 30,43, mostrando um fluxo ruim e instabilidade de empacotamento (TACON, 2012).

Os pós de boa fluidez devem apresentar $FH \leq 1,20$ e $IC < 20$, mas de acordo com a Farmacopeia Americana (2007), o fluxo tolerável de FH e IC encontram-se, respectivamente, 1,26 a 1,34 e 21 a 25. Dessa forma, o extrato seco obtido pelo processo de *spray drying* pode ser melhorado com adição de adjuvantes de secagem, o que pode favorecer aumentando o rendimento operacional, melhorando a fluidez do pó e estabilidade de empacotamento.

6. Conclusão

A caracterização da matéria-prima vegetal estabeleceu os parâmetros relacionados a planta, permitindo avaliar o teor de umidade, teor extrativo, diâmetro médio das partículas e teor de cinzas. O extrato líquido apresentou baixo valor de resíduo seco, mas com a concentração da mesma em rotaevaporador, possibilitou o aumento do rendimento no processo de secagem, embora este ainda tenha sido baixo do ponto de vista tecnológico, abaixo de 50 %.

O estudo demonstrou que a secagem mais viável para obtenção de extrato seco foi a técnica de por aspersão (*Spray drying*). O produto final apresentou teor de umidade elevado, rendimento de secagem insatisfatório e fluxo de pó ruim. Contudo, o extrato seco obtido pode ser melhorado com adição de adjuvantes de secagem. Indicando que maiores estudos devem ser realizados no sentido de aprimorar o extrato seco obtido.

7. Referências bibliográficas

BORGES, J. C. M. Acetilbergenina: obtenção e avaliação das atividades antinociceptiva e anti-inflamatória. Dissertação (mestrado). Universidade Federal do Pará, Belém, 2010.

FARMACOPEIA BRASILEIRA. 5ª ed., Brasília: ANVISA, 2010.

Muniz, Magno Perêa. Estudo fitoquímico e da atividade biológica de *Endopleura uchi* Huber Cuatrecasas. Dissertação (Mestrado em Química) — Universidade Federal do Amazonas, Manaus, 2013.

NOVELLO, Alexandre Azevedo. Extração de antocianinas dos frutos do açaí da Mata Atlântica (*Euterpe edulis Martius*) e sua atuação na atividade antioxidante e antiaterogênica em camundongos Apoe. Dissertação (mestrado). Universidade Federal de Viçosa, 2011.

OLIVEIRA, Olivia Werner and PETROVICK, Pedro Ros. Secagem por aspersão (*spray drying*) de extratos vegetais: bases e aplicações. *Rev. bras. farmacogn.* 2010, vol.20, n.4, pp. 641-650. ISSN 0102-695X.

PAGLIARUSSI, R.S.; BASTOS, J.K.; FREITAS, L.A.P. Fluid bed drying of guarana (*Paullinia cupana* HBK) extract: effect of process factor on caffeine content. *AAPS. Pharm. SciTech*, v 7, n.2 p.e1-e7. 2006.

POLITI, F. A. S. Estudos farmacognósticos e avaliação de atividades biológicas de extratos obtidos das cascas pulverizadas de *Endopleura uchi* Cuatrec. Humiriaceae. 2009. 143p. Dissertação (mestrado). Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho”, Araraquara.

PRISTA, L.N.; ALVES, A.C.; MORGADO, R. Tecnologia farmacêutica. 5.ed. Lisboa: Fundação Calouste Gulbenkian, 1995. v.1, -p.597-662.

SÁ, B. M. Estudo da toxicidade não clínica do extrato hidroetanólico das cascas do caule de *endopleura uchi* (huber) cuatrec. Humiriaceae. Dissertação (Mestrado). Universidade Federal do Amapá, Macapá, 2014.

TACON, L.A. Estudo da extração e secagem por spray dryer das cascas de *Endopleura uchi* (Huber) Cuatrec. Humiriaceae. Dissertação de Mestrado junto ao PPG/FCFRP/USP, Ribeirão Preto, 104 p.; 2012.

TERRONI. Disponível em: <<http://www.terroni.com.br>>. Acesso em: 25 jul. 2015.

USPXXX. American Pharmacopeia – United States Pharmacopeial Convention. Rockville, USA: 2007.

WENDEL, S.; CELIK, M. Uma visão geral sobre o uso da tecnologia de spraydrying. *Pharm. Technol*, Ames, v.2, n.2, p.129-134, 1998.

8. Cronograma

Nº	Descrição	Ago 2014	Se t	Out	Nov	Dez	Jan 201 5	Fe v	Mar	Abr	Mai	Jun	Jul
01	Revisão da literatura	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x
02	Obtenção e tratamento do Material vegetal	x	x	x			x	x	x				
03	Caracterização da Matéria-Prima Vegetal				x	x				x	x		
04	Preparação do relatório parcial						x						
05	Obtenção e caracterização do extrato líquido						x	x					
06	Obtenção dos extratos secos							x	x	x			
07	Caracterização dos extratos secos								x	x			
09	- Elaboração do Resumo e Relatório Final										x	x	
10	Preparação da Apresentação Final para o Congresso												