



Universidade
ESTADUAL DA PARAÍBA

**UNIVERSIDADE ESTADUAL DA PARAÍBA
CAMPUS I
CENTRO DE CIÊNCIAS BIOLÓGICAS E DA SAÚDE -CCBS
DEPARTAMENTO DE FARMÁCIA**

CLEILDO PEREIRA DE SANTANA

Caracterização de extratos nebulizados de plantas medicinais por técnicas analíticas

**CAMPINA GRANDE - PB
2014**

CLEILDO PEREIRA DE SANTANA

Caracterização de extratos nebulizados de plantas medicinais por técnicas analíticas

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado ao Curso de Graduação em Farmácia da Universidade Estadual da Paraíba, em cumprimento à exigência para obtenção do grau de Bacharel em Farmácia.

Orientadora: Prof^a Dra. Ana Cláudia Dantas de Medeiros

**CAMPINA GRANDE - PB
2014**

FICHA CATALOGRÁFICA ELABORADA PELA BIBLIOTECA CENTRAL – UEPB

S232c Santana, Cleildo Pereira de.
Caracterização de extratos nebulizados de plantas
medicinais por técnicas analíticas [manuscrito] / Cleildo
Pereira de Santana. – 2013.
26 f. : il.

Digitado.
Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação em
Farmácia) – Universidade Estadual da Paraíba, Centro de
Ciências Biológicas e da Saúde, 2014.

“Orientação: Profa. Dra. Ana Cláudia Dantas de
Medeiros, Departamento de Farmácia.”

1. Fitoterapia. 2. Plantas medicinais. 3. Indústria
farmacêutica. I. Título.

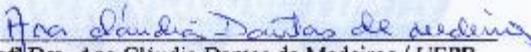
21. ed. CDD 615.321

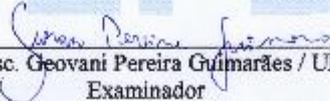
CLEILDO PEREIRA DE SANTANA

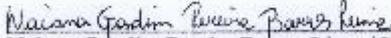
Caracterização de extratos nebulizados de plantas medicinais por técnicas analíticas

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado ao Curso de Graduação em Farmácia da Universidade Estadual da Paraíba, em cumprimento à exigência para obtenção do grau de Bacharel em Farmácia.

Aprovado em 10/02/2014


Prof.^a Dra. Ana Cláudia Dantas de Medeiros / UEPB
Orientadora


Prof. Msc. Geovani Pereira Guimarães / UEPB
Examinador


Msc. Naiana Gondim Pereira Barros Lima / UFRN
Examinadora

1 INTRODUÇÃO

O Brasil tem um grande potencial para a biodiversidade e riqueza de conhecimento tradicional, acumulado pelos habitantes locais, que tem acesso direto à natureza e à biodiversidade de produtos. Neste sentido, a Caatinga, principal bioma do semiárido, representa a quarta maior área coberta por uma única forma de vegetação no Brasil, sendo responsável por cerca de 60 % do território do Nordeste^{1,2}.

Ximenia americana L. (Olacaceae) é uma planta encontrada principalmente em partes da América do Sul. É amplamente utilizada na medicina popular destas regiões, como anti-séptico, antiviral, analgésico e antimicrobiano, no tratamento de dores de cabeça e ainda doenças mentais^{2,3,4}. A composição química da *X. americana* tem sido pouco investigada. O composto sambunigrina foi isolado na fração solúvel em acetato de etila do extrato alcoólico das folhas. Ácido gálico, galotaninos e flavonóides foram identificados pela primeira vez no gênero *Ximenia*⁵.

A *Schinopsis brasiliensis* Engl. (Anacardiaceae) é encontrada principalmente no semiárido. Alguns estudos têm demonstrado sua atividade antimicrobiana². Um novo alquilfenol, metil-6-eicosanil-2-hidroxi-4-metoxibenzoato e um esteróide incomum 5 α ,8 α -epidioxiergosta-6,22-dien-3- β -ol, foram encontrados através de estudos fitoquímicos⁶. Outro estudo mostrou que o extrato de *S. brasiliensis* contém elevados níveis de compostos fenólicos (825,65 \pm 40,99 mg g⁻¹), dos quais cerca de 455,81 \pm 50,41 mg g⁻¹ foram taninos e 11,29 \pm 0,94 mg g⁻¹ eram flavonóides⁷.

A maioria dos produtos à base de plantas utilizadas como ingredientes ativos farmacêuticos são extratos nebulizados obtidos por *spray drying*, devido à sua estabilidade física, química e microbiológica, melhor padronização, maior concentração de ingredientes ativos e compostos, além da conveniência na transformação de diferentes formas de dosagem⁸. O processo de tratamento da matéria-prima vegetal visa a obtenção de um produto que atenda as exigências do mercado, bem como forneça a eficácia, segurança e qualidade^{9,10}.

Na indústria farmacêutica, o uso de adjuvantes tecnológicos adequados, juntamente com a tecnologia de secagem por *spray drying*, representa um passo importante na garantia de estabilidade e qualidade adequadas de extratos vegetais¹¹. A incorporação de extratos secos em formulações é recomendada porque estes são facilmente obtidos, padronizados, e incorporáveis em formas de dosagem⁸.

Os métodos analíticos têm sido usados para caracterizar compostos presentes em plantas medicinais, de seus produtos e de extratos¹². A análise térmica, espectroscopia no infravermelho e difração de raios-X são exemplos de métodos utilizados para caracterizar drogas e medicamentos fitoterápicos. Vários autores têm mostrado aplicações de técnicas termoanalíticas em tecnologia farmacêutica e a padronização e caracterização de extratos secos de plantas medicinais^{11,12-15}.

O objetivo deste estudo foi caracterizar extratos nebulizados de plantas medicinais por DSC e técnicas analíticas.

2 REFERENCIAL TEÓRICO

2.1 *Ximenia americana* L.

X. americana L. é uma planta encontrada na América do Sul, América Central, África, Índia e Nova Zelândia, cujas propriedades medicinais são conhecidas e utilizadas há muito pela população local. É uma árvore de pequeno porte, cujo fruto é uma drupa amarelo-alaranjada, contendo uma polpa aromática parcialmente doce, que envolve uma semente amendoada de cor branca¹⁶.

Na região do semiárido brasileiro, a medicina tradicional indica esta planta principalmente sob a forma de chá (decoção da casca ou infusão das folhas), imersão ou cataplasma das folhas, como forma de tratamento para inflamações no geral, inflamações de órgãos internos, dores de dente, cólicas menstruais e como cicatrizante e antiséptico¹⁷.

Investigações fitoquímicas de extratos de *X. americana* apontaram a presença de saponinas, carboidratos, glicosídeos cianogênicos, flavonóis, taninos, alcalóides, antraquinonas e terpenos. No óleo essencial das folhas desta planta, foi determinado o teor de 69% de compostos aromáticos, 12,5% de compostos lipídicos e 13% de terpenóides, com 63,5% de benzoaldeído¹⁷. No óleo proveniente das sementes desta planta, foi apontada a presença de ácidos oleico, linoleico, linolênico, araquidônico, eicosatrienólico, erúxico e nervônico. Os principais constituintes do óleo volátil das folhas apontados são o benzoaldeído, hidroxibenzilcianeto e isoforona¹⁸. Estes compostos conferem a esta planta importantes atividades farmacológicas, que têm sido objeto de estudos nos últimos tempos.

A atividade antimicrobiana desta planta foi constatada frente a uma variedade de microrganismos. O Estudo de Costa et al. (2010)¹⁹ verificou a eficácia do extrato hidroalcoólico frente a *Enterococcus faecalis*, em concentrações de até 6,25%, atribuindo-se esta atividade principalmente ao seu conteúdo de taninos. Por sua vez, Silva (2012)² mostrou que a CIM (concentração inibitória mínima) do extrato para *E. faecalis* e *Streptococcus oralis* foi de 1 µL/µL, enquanto que para uma cepa ATCC (American Type Culture Collection) de *Staphylococcus aureus*, o valor da CIM variou entre 0,063 a 0,250 µL/µL. O estudo de Kluczynek et al. (2010)²⁰ mostrou que o extrato desta planta desempenhou importante atividade sobre todas as cepas de *Salmonella* testadas.

2.2 *Schinopsis brasiliensis* Engl.

A *S. brasiliensis* Engler pertence à família das Anacardiáceas, conhecida pelos nomes vulgares de braúna, baraúna, braúna-parda, braúna-sertão, e chamacoco. É de grande valor para a indústria madeireira, devido ao alto grau de resistência de sua madeira, sendo aproveitada para a construção civil, para a utilização como dormentes, entre outras²¹.

A *S. brasiliensis* é uma planta xerófita, heliófita, totalmente decídua durante o período seco, floresce em épocas variáveis do ano. É uma planta muito comum no Nordeste do Brasil, principalmente na região da Caatinga. Atinge a altura de 12 a 22 metros. Apresenta caule aéreo tipo tronco forte e lenhoso, possui ramos espinhosos, folhas aromáticas, com flores alvas e pequenas, e fruto alado²².

Esta planta é utilizada pela medicina tradicional do Nordeste para o tratamento de distúrbios como faringite, laringite, diarreia, gripe, tosse e como antisséptico e cicatrizante²³.

O estudo de Saraiva et al. (2011)⁷ aponta que o extrato metanólico das folhas de *S. brasiliensis* possui em sua composição compostos fenólicos (cerca de 82,5%), sendo cerca de 45,5% de taninos e 1,12% de flavonóides, compostos que podem ser responsáveis por sua atividade antioxidante.

O mesmo estudo mostra uma alta eficácia deste extrato sobre cepas multirresistentes de *S. aureus* (MRSA), e cepas de *Staphylococcus saprophyticus*, *Staphylococcus epidermitis*, *E. faecalis*, *Pseudomonas aeruginosa*, *Escherichia coli*, *Klebsiella pneumoniae*, *Salmonella tiphymurium*, *Candida albicans* e *Candida krusei*. Apesar das atividades farmacológicas interessantes, o extrato foi classificado como moderadamente tóxico, segundo o teste com larvas de *Artemia salina*.

O estudo de Oliveira (2011)²⁴ mostrou que esta planta, utilizada em doses de 250 e 500 mg/kg no teste antimalárico *in vivo*, foi capaz de reduzir a parasitemia em 86 e 95%, respectivamente. O tratamento com o extrato desta planta aumentou a sobrevivência do grupo em 32 a 34 dias, em relação ao grupo controle.

2.3 Técnicas analíticas aplicadas a extratos vegetais

Extratos vegetais são preparações largamente utilizadas pela medicina popular. Estas podem ser de duas a seis vezes mais potentes do que sua matéria-prima vegetal e possuem a vantagem de deter o fitocomplexo da planta em uma forma farmacêutica mais estável.

Desta forma, a indústria farmacêutica também utiliza extratos vegetais como matéria-prima, sendo precursores de tinturas, xaropes, ou sob a forma de extratos fluidos ou secos. Para tanto, os extratos devem ser padronizados, de acordo com parâmetros de segurança e eficácia, com a caracterização completa de seus princípios ativos²⁵.

As técnicas termoanalíticas podem ser utilizadas para este fim, por possibilitar a determinação dos teores de umidade e cinzas, o estudo da estabilidade e da cinética de degradação, entre outras características do ingrediente ativo farmacêutico.

CAMELO (2010)²⁶ utilizou a termogravimetria (TG) e a calorimetria exploratória diferencial (DSC) para caracterizar o extrato liofilizado de *Vismia guianensis*, mostrando que sua decomposição ocorre em cinco estágios, sendo os dois primeiros relativos à perda de água e compostos voláteis. A partir dos dados provenientes de TG e DSC, pôde-se detectar na amostra um teor de 12% de umidade. Foi detectado também que os componentes do extrato sofreram decomposição exotérmica à temperatura de 368 °C, resultando numa porcentagem de cerca de 1,64% de cinzas.

SILVA JÚNIOR et al. (2006)²⁷ utilizou técnicas termogravimétricas para a padronização de extratos nebulizados e liofilizados de *Symphytum officinale* L., secos com o adjuvante hidroxietilcelulose (HEC). Novamente, a TG obteve resultados semelhantes aos ensaios gravimétricos de perda por dessecação, mostrando sua acurácia. O estudo detectou que o extrato seco inicia sua decomposição à temperatura de 120 °C.

A mesma técnica foi utilizada por ARAGÃO et al. (2002)²⁸ no controle da qualidade de extratos de *Cissampelos sympodialis* Eichl. (milona). Os autores verificaram que o comportamento térmico dos extratos de raízes e folhas de milona assemelhou-se ao dos alcalóides warifteina e metilwarifteina. Desta forma, detectou-se que devido à alta estabilidade térmica dos componentes do extrato (que se decompõem em temperaturas superiores a 200 °C), é possível realizar sua secagem (para melhor aproveitamento industrial) através de métodos que utilizam altas temperaturas.

Diante do exposto, podemos afirmar que as análises térmicas são uma importante ferramenta, que podem otimizar o controle da qualidade de matérias-primas e produtos fitoterápicos na indústria farmacêutica, garantindo maior segurança e eficácia de seu uso.

A espectroscopia de infravermelho com transformada de Fourier (FT-IR), em geral realiza análises na região do infravermelho médio (400 a 4000 cm⁻¹), uma vez que todas as moléculas possuem frequências de absorbância características nesta faixa. Quando a radiação infravermelha passa por uma molécula, ondas de diferentes comprimentos são absorvidas,

causando vibrações em suas diferentes ligações químicas, como alongamento, contração e dobra. Os grupos funcionais absorvem a radiação infravermelha no mesmo comprimento de onda independentemente das outras estruturas da molécula²⁹.

A análise de extratos vegetais por esta técnica espectroscópica é de grande valor, uma vez que os espectros obtidos de forma rápida relacionam-se diretamente com a composição química deste. No estudo de Zhu et al. (2010)³⁰, esta técnica foi utilizada para caracterizar a composição de diferentes extratos de *Portulaca oleracea* L., de maneira que os espectros obtidos relacionaram-se diretamente aos perfis cromatográficos destes.

A difração de raios-X é uma técnica utilizada para a caracterização física de partículas, uma vez que o perfil de difração desta radiação por uma partícula fornece informações sobre seu arranjo molecular cristalino, amorfo, ou ambos, sendo possível determinar o tipo de cristal e a porcentagem de cristalinidade da amostra^{31,32,33}. Gallo et al. (2011)¹⁴ utilizaram esta técnica para a caracterização de extratos vegetais secos por *spray drying*, indicando a natureza amorfa destes.

O mesmo estudo mostrou o uso da microscopia eletrônica de varredura para a caracterização de extratos, relacionando o tamanho, forma e capacidade de aglomeração de suas partículas a características como propriedades de fluxo e higroscopicidade.

3 REFERENCIAL METODOLÓGICO

3.1 Material vegetal

As plantas medicinais foram coletadas na região do semiárido do Estado da Paraíba. As excisatas foram preparadas e identificadas no herbário Professor Jayme Coelho de Moraes (PRU), da Universidade Federal da Paraíba, e depositadas sob o número EAN-100493 para *X. americana* L. e EAN-14049 para *S. brasiliensis* Engl.

Os materiais vegetais foram secos a 40 °C. Os extratos hidroalcoólicos foram obtidos por maceração dos pós das cascas em uma solução água:etanol (30:70 v/v) como sistema solvente durante 72h, procedendo-se à secagem em *spray dryer* (LabPlant), com temperatura de entrada de 140 °C e temperatura de saída entre 90 e 95 °C, sob vazão de 3,0 mL min⁻¹.

3.2 Análise térmica

As curvas DSC (calorimetria exploratória diferencial) foram obtidas em um calorímetro modelo DSC Q20 (TA Instruments), utilizando-se cadinhos de alumínio, contendo amostras de 2±0,1 mg, em atmosfera de nitrogênio, sob um fluxo de 50 mL min⁻¹. Os experimentos foram conduzidos entre as temperaturas de 25 a 400 °C, a uma razão de aquecimento de 10 °C min⁻¹. Para a calibração do equipamento, foi utilizado um padrão de Índio (p.f. = 156,6 °C). Os dados foram analisados utilizando-se o software TA Instruments Universal Analysis 2000, 4.7A.

As curvas termograviméricas (TG) não-isotérmicas foram obtidas utilizando-se um analisador simultâneo TG/DTA/DSC, modelo SDT Q600 (TA Instruments), utilizando-se cadinhos de alumina. contendo amostras de 8±0,1 mg, em atmosfera de nitrogênio, sob um fluxo de 50 mL min⁻¹. Os experimentos foram conduzidos entre as temperaturas de 25 a 900 °C, a uma razão de aquecimento de 10 °C min⁻¹. Para a calibração do equipamento foi utilizado um padrão de oxalato de cálcio monohidratado.

3.3 Espectroscopia de Infravermelho com transformada de Fourier (FT-IR)

Os espectros FT-IR dos extratos nebulizados foram obtidos em um equipamento Perkin-Elmer, modelo 1600, utilizando-se pastilhas de KBr, na faixa de 4000 a 500 cm⁻¹.

3.4 Difração de raios-X (DRX)

As análises de XRPD foram realizadas utilizando-se um difratômetro modelo XRD 6000 (Shimadzu), na faixa de 10° a 70° (2° min⁻¹) na escala 2θ, com radiação de Cu (Kα1). O equipamento foi operado a 40,0 kV e 30,0 mA. Os dados foram analisados utilizando-se o software Origin[®] 8.1.

3.5 Microscopia eletrônica de varredura (MEV)

A caracterização morfológica dos extratos nebulizados foi realizada por microscopia eletrônica de varredura, em um microscópio TM 1000 (Hitachi). As amostras foram visualizadas nos aumentos de 100, 200, 500, 1000 e 2000x.

4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

As curvas de DSC para o extrato nebulizado de *X. americana* L. mostraram que os processos térmicos ocorreram entre 33,50 e 118,58 °C. A presença de um evento endotérmico a 83,16 °C ($\Delta H = 246,60 \text{ J g}^{-1}$) foi observada, e provavelmente está relacionada à perda de constituintes voláteis da amostra, como o etanol. A decomposição térmica dos compostos do extrato ocorre em duas etapas, entre as temperaturas de 150,71 e 232,01 °C ($\Delta H = 14,42 \text{ J g}^{-1}$) e entre 232,01 e 305,74 °C ($\Delta H = 7,76 \text{ J g}^{-1}$). As curvas TG mostraram três processos de decomposição, com um resíduo mineral de 39,17% (Figura 01).

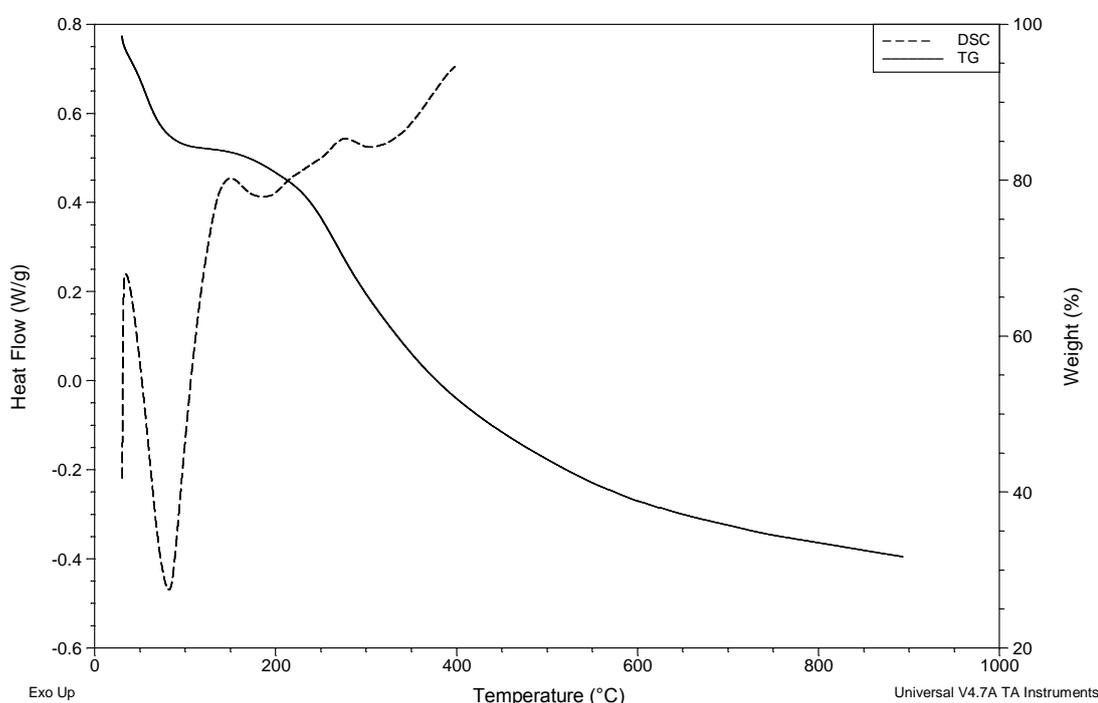


Figura 01: Curvas DSC e TG referentes ao extrato nebulizado de *X. americana* L.

As curvas de DSC para o extrato nebulizado de *S. brasiliensis* Engl. mostraram que os processos térmicos ocorreram entre 39,17 e 126,14 °C. Foi observado um evento endotérmico a 80,99 °C ($\Delta H = 143,40 \text{ J g}^{-1}$), também provavelmente relacionado à perda de constituintes voláteis da amostra, como o etanol. A decomposição térmica ocorreu com a formação de vários picos endotérmicos e exotérmicos, entre as temperaturas de 126,14 e 171,51 °C ($\Delta H = 15,69 \text{ J g}^{-1}$), entre 171,51 e 246,19 °C ($\Delta H = 60,00 \text{ J g}^{-1}$) e entre 246,19 e 325,50 °C ($\Delta H = 4,93 \text{ J g}^{-1}$). Esta decomposição pode estar associada a uma grande variedade de metabólitos secundários, principalmente fenólicos, presentes no extrato nebulizado. As curvas TG mostram três processos de decomposição térmica com um resíduo mineral de 37,58% (Figura 02).

O evento de degradação que ocorre sob a forma de ruído, entre 171,51 e 246,19 °C, foi confirmado pela repetição da curva em outras três análises, obtendo-se o mesmo ruído na mesma faixa de temperatura.

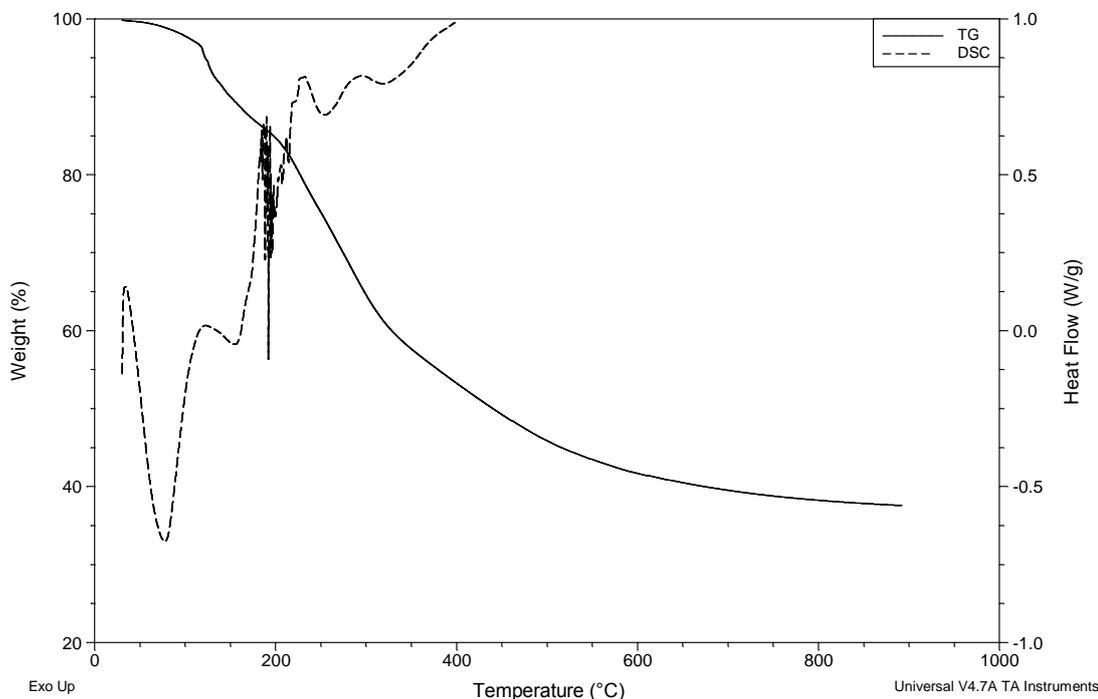


Figura 02: Curvas DSC e TG referentes ao extrato nebulizado de *S. brasiliensis* Engl.

Uma das dificuldades encontradas na obtenção de picos reproduzíveis de extratos de plantas por DSC é de que esses extratos são uma mistura complexa de substâncias que interagem entre si, na matriz vegetal. Por isso, muitas vezes os produtos de degradação são formados em diferentes concentrações devido a vários fatores, como a forma e imperfeições das partículas, evaporação de produtos gasosos, empacotamento e taxa de aquecimento da amostra. A impureza presente em extratos de plantas tem um efeito direto sobre a entalpia obtida para o processo e a largura do pico¹³.

A espectroscopia FT-IR foi utilizada para investigar os possíveis compostos químicos da amostra. Esta é a técnica mais adequada dos métodos espectroscópicos não destrutivos, e tem se mostrado um método atraente para a análise de produtos farmacêuticos sólidos, uma vez que os materiais não estão sujeitos a energia térmica ou mecânica durante a preparação da amostra, portanto, impedindo transformações de estado sólido³⁴. As principais diferenças resultantes da comparação entre os espectros são apresentados nas figuras 03 e 04.

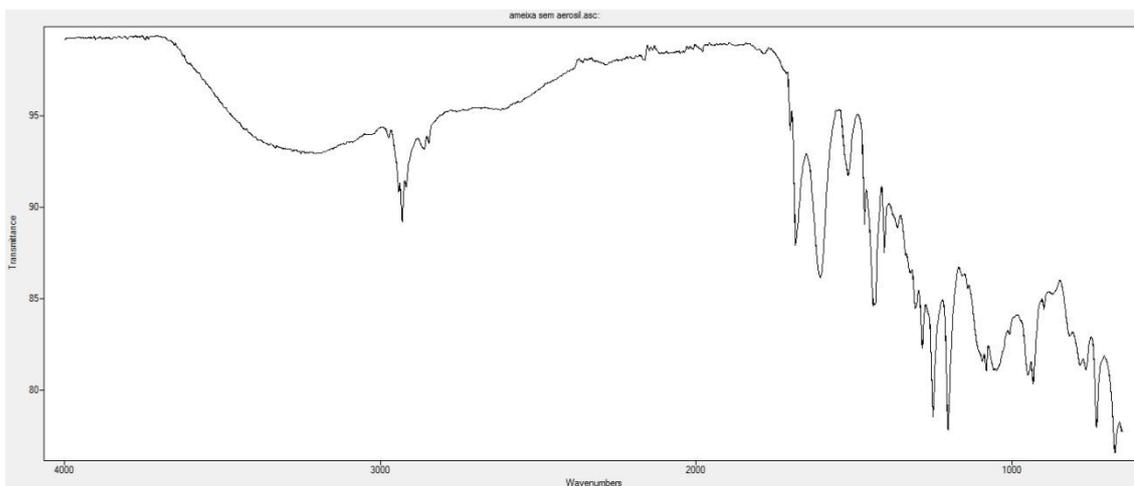


Figura 03: Perfil de FT-IR referente ao extrato nebulizado de *X. americana* L.

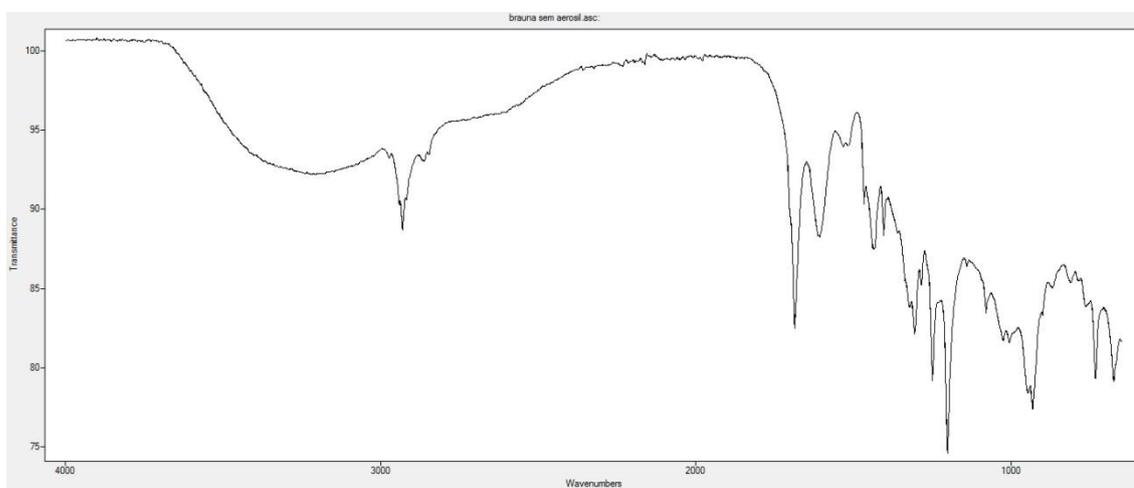


Figura 04: Perfil de FT-IR referente ao extrato nebulizado de *S. brasiliensis* Engl.

Os espectros relativos às amostras apresentaram similaridade em suas bandas de absorção. Em ambas as curvas são apresentados picos no intervalo de 2.974 a 2.847 cm^{-1} , característicos de ligações carbono-hidrogênio, atribuídos à natureza orgânica dos compostos no extrato. Os picos agudos na região entre 1.307 a 1.025 cm^{-1} , relativos a ligações carbono-oxigênio (CO) em éteres, ésteres e ácidos carboxílicos, são indicativos de uma ampla variedade de metabólitos, como taninos, flavonóides e antraquinonas, entre outros¹². Esta gama de compostos é também indicada pelos picos nas regiões 1.702 a 1.685 cm^{-1} (carbonila), 1.607 a 1.516 cm^{-1} (ligações C=C em anéis aromáticos), e 788 a 674 cm^{-1} (ligações CH aromáticas em anéis substituídos)³⁵.

As figuras 05 e 06 mostraram os difratogramas das amostras, que apresentaram elevado grau de amorfização, particularmente em ângulos entre 10° e 30°. O extrato de *X. americana* apresentou picos de cristalinidade nos ângulos de 37,8, 44,0 e 64,4°, que podem

ser atribuídos à presença de açúcares que poderiam ter se cristalizado durante o processo de secagem.

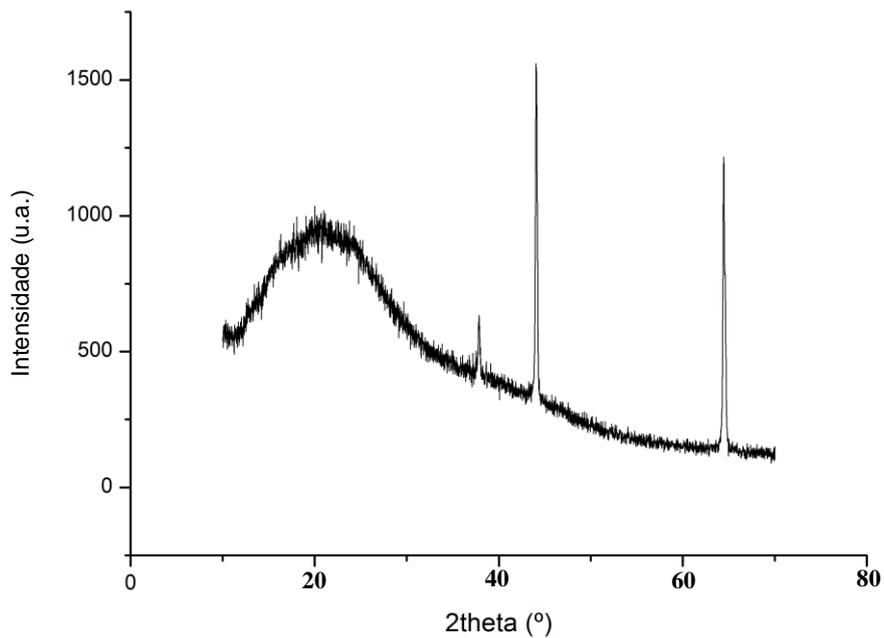


Figura 05: Difratograma referente ao extrato de *X. americana* L.

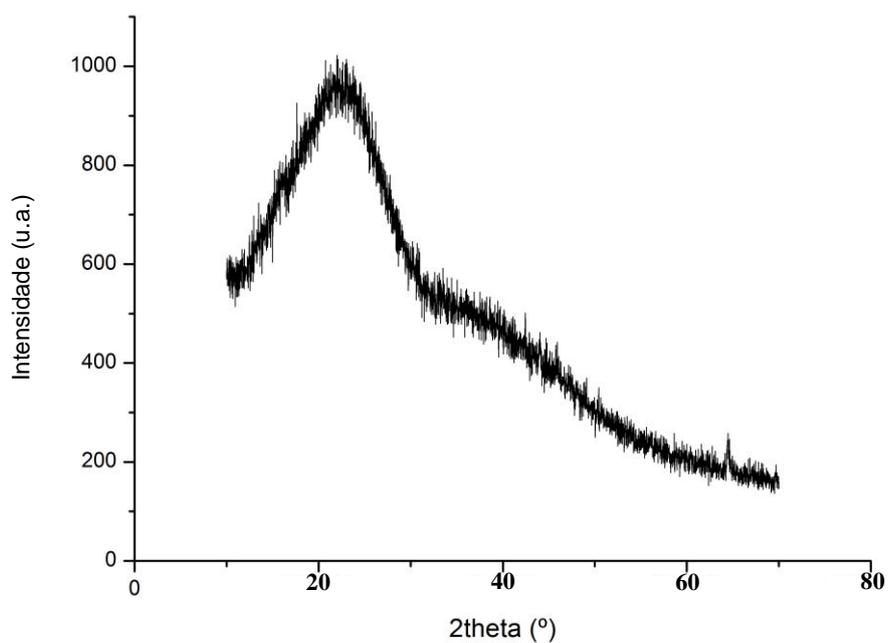


Figura 06: Difratograma referente ao extrato de *S. brasiliensis* Engl.

A presença de um grande número de ruído de diferentes intensidades pode estar relacionada a substâncias complexas não identificadas nos extratos. Este efeito também foi observado no estudo do extrato nebulizado de *Rhaumnis purshiana*¹⁴. O extrato nebulizado de *X. americana* L. apresentou picos de alta intensidade de difração, mas com menor grau, comparado ao extrato de *S. brasiliensis* Engl. Este também mostrou um ligeiro aumento dos picos em 70°.

A figura 07 mostra as imagens MEV das partículas das amostras em diferentes ampliações. As partículas mostraram superfícies e formas irregulares, como são esperadas as partículas de extratos vegetais. O extrato nebulizado de *X. americana* L. mostrou diferentes comportamentos, com aglomerados de partículas de diferentes tamanhos e morfologia. O extrato nebulizado de *S. brasiliensis* Engl. mostrou melhor uniformidade de partículas, uma vez que estas mostraram-se relativamente grandes, esféricas e com superfícies lisas. Isto promove um bom fluxo do produto e uma boa densidade, características clássicas de extratos nebulizados³⁶.

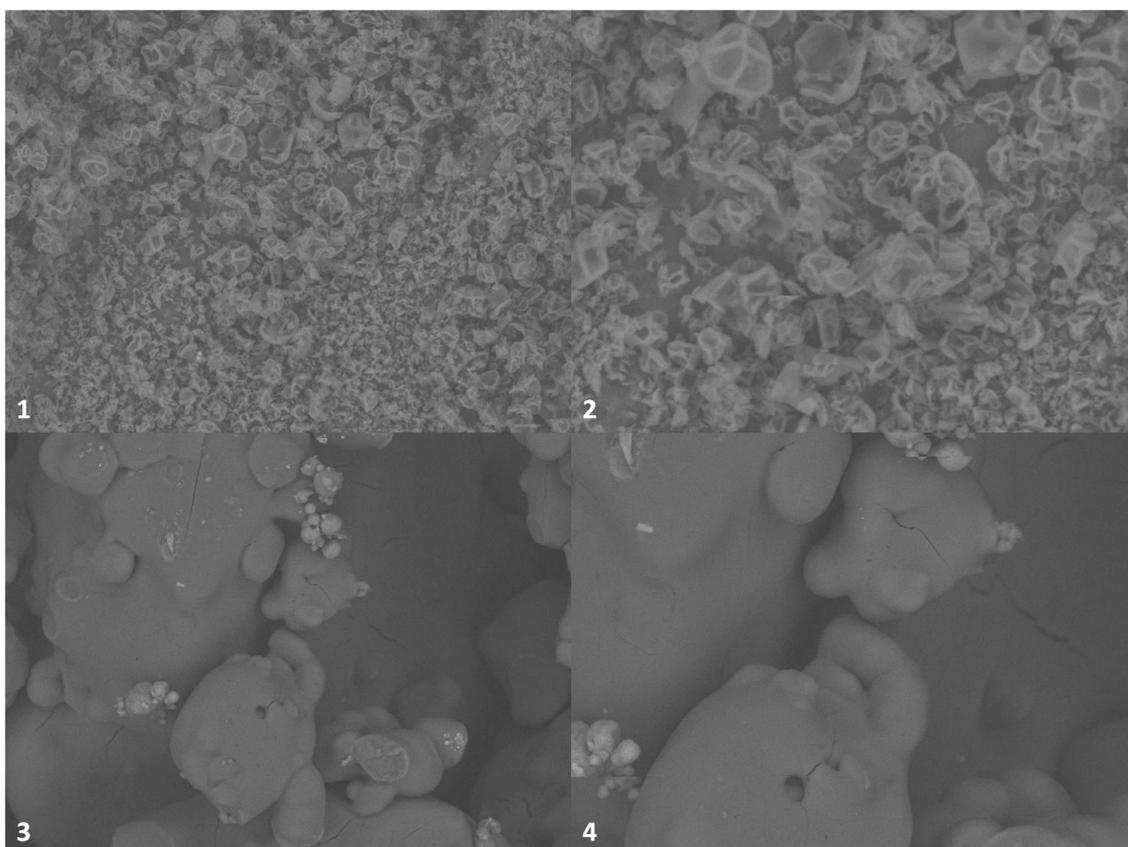


Figura 07: Imagens de MEV referentes ao extrato de *X. americana* L. (1 – aumento de 1.000x; 2 – aumento de 2.000x) e ao extrato de *S. brasiliensis* Engl. (3 - aumento de 1.000x; 4 – aumento de 2.000x)

5 CONCLUSÃO

A indústria farmacêutica dispõe de ferramentas valiosas para o controle da qualidade de produtos e matérias-primas. Essas ferramentas podem ser utilizadas para produtos de origem vegetal, que também exigem uma caracterização atenciosa.

Este trabalho mostrou a aplicação da análise térmica, espectroscopia na região do infravermelho com transformada de Fourier, microscopia eletrônica de varredura e difração de raios-X em matérias-primas de origem vegetal, obtendo-se resultados que fornecem informações importantes sobre a sua estabilidade, padronização, composição, conformação cristalina, entre outros. Esta informação pode ser utilizada para estabelecer parâmetros sobre o desenvolvimento de produtos fitoterápicos, ajudando a assegurar a sua qualidade e, por conseguinte, a sua segurança e eficácia.

AGRADECIMENTOS

A todos que compõem o LABDEM / UEPB, pela oportunidade ímpar de trabalho, e pelos anos de aprendizado e amizade;

À FAPESQ/PB e ao PROPESQ/UEPB pelo suporte financeiro a esta pesquisa;

Ao CERTBIO / UEPB, pela realização das análises térmicas, de espectroscopia, de difração de raios-x e microscopia eletrônica.

ABSTRACT

The increased search for herbal products has generated an increasing interest in improving the quality control of dried extracts by pharmaceutical industry since these are raw materials of great importance by their quality and versatility. This work aimed at the application of various analytical techniques (thermal analysis, X-ray diffraction, scanning electron microscopy, and infrared Fourier transform spectroscopy) in the characterization of dried extracts of two plants from the Brazilian semiarid region with medicinal properties. The DSC curves for the dried extracts of *Ximenia americana* L. and *Schinopsis brasiliensis* Engl. showed that thermal processes occur between 33.50 and 118.58 °C and between 39.17 and 126.14 °C. The X-ray powder diffraction revealed high degree of amorphization, but the dried extract of *X. americana* L. showed some diffraction peaks of high intensity. The IR spectra showed high variety of metabolites in the extracts dried. Through this study it was possible to verify the feasibility of applying these techniques in the characterization of raw materials from medicinal plants for use in the herbal medicines production.

KEYWORDS: Dried extract. Herbal medicine. Thermal analysis. Analytical techniques.

REFERÊNCIAS

- 1 MORE, Garland; TSHIKALANGE, T. E.; LALL, N.; BOTHA, F.; MEYER, J. J. M. Antimicrobial activity of medicinal plants against oral microorganisms. **Journal of Ethnopharmacology**, v. 119, n. 3, p. 473-477, 2008.
- 2 SILVA, Maria Suênia P.; BRANDÃO, Deysiane O.; CHAVES, Thiago P.; FILHO, Amaro L. N. Formiga; COSTA, Edja Maria M. de B.; SANTOS, Vanda L.; MEDEIROS, Ana Cláudia D. Study bioprospecting of medicinal plant extracts of the semiarid northeast: contribution to the control of oral microorganisms. **Evidence-Based Complementary and Alternative Medicine**, v. 2012, 2012.
- 3 MEVY, Jean-Philippe; BESSIERE, Jean-Marie; GREFF, Stéphane; ZOMBRE, Gérard; VIANO, Josette. Composition of the volatile oil from the leaves of *Ximenia americana* L. **Biochemical systematics and ecology**, v. 34, n. 7, p. 549-553, 2006.
- 4 OMER, M. E. F. A.; ELNIMA, E. I. Antimicrobial activity of *Ximenia americana*. **Fitoterapia**, v. 74, n. 1, p. 122-126, 2003.
- 5 LE, Nhat Hao Tran; MALTERUD, Karl Egil; DIALLO, Drissa; PAULSEN, Berit Smestad; NERGARD, Cecilie Sogn; WANGENSTEEN, Helle. Bioactive polyphenols in *Ximenia americana* and the traditional use among Malian healers. **Journal of Ethnopharmacology**, v. 139, n. 3, p. 858-862, 2012.
- 6 CARDOSO, Manuela P.; DAVID, Jorge M.; DAVID, Juceni P. A new alkyl phenol from *Schinopsis brasiliensis*. **Natural Product Research**, v. 19, n. 5, p. 431-433, 2005.
- 7 SARAIVA, Antonio M. et al. In vitro evaluation of antioxidant, antimicrobial and toxicity properties of extracts of *Schinopsis brasiliensis* Engl.(Anacardiaceae). **African Journal of Pharmacy and Pharmacology**, v. 5, n. 14, p. 1724-1731, 2011.
- 8 OLIVEIRA, Olivia Werner; PETROVICK, Pedro Ros. Secagem por aspersão (*spray drying*) de extratos vegetais: bases e aplicações. **Revista Brasileira de Farmacognosia**, v. 20, p. 641-650, 2010.
- 9 GUPTA, M. M.; SAINI, T. R. Preformulation parameters characterization to design, development and formulation of vancomycin hydrochloride tablets for pseudomembranous colitis. **International Journal of Pharmaceutical Research and Development**, v. 1, 2009.
- 10 ROCHA, Leandro; LUCIO, Elisabeth M. A.; FRANÇA, Hildegardo S.; SHARAPIN, Nikolai. *Mikania glomerata* Spreng: Desenvolvimento de um produto fitoterápico. **Revista Brasileira de Farmacognosia**, v. 18, n. sSupl, 2008.
- 11 MEDEIROS, Ana C. D.; MEDEIROS, Isac A.; MACÊDO, Rui O. Thermal studies of *Albizia inopinata* crude extract in the presence of cyclodextrin and Aerosil[®] by TG and DSC coupled to the photovisual system. **Thermochemica Acta**, v. 392, p. 93-98, 2002.
- 12 CORREIA, Lidiane Pinto; PROCÓPIO, José Valdilânio Virgulino; SANTANA, Cleildo Pereira de; SANTOS, Ana Flávia Oliveira; CAVALCANTE, Horacina Maria de Medeiros; MACÊDO, Rui Oliveira. Characterization of herbal medicine with different particle sizes

using pyrolysis, GC/MS, SEM, and thermal techniques. **Journal of Thermal Analysis and Calorimetry**, v. 111, n. 3, p. 1691-1698, 2013.

13 COSTA, Russany Silva; NEGRÃO, Charles Alberto Brito; CAMELO, Sarah Regina Pereira; RIBEIRO-COSTA, Roseane Maria; BARBOSA, Wagner Luiz Ramos; COSTA, Carlos Emmerson Ferreira da; JÚNIOR, José Otávio Carréra Silva. Investigation of thermal behavior of *Heliotropium indicum* L. lyophilized extract by TG and DSC. **Journal of Thermal Analysis and Calorimetry**, p. 1-6, 2013.

14 GALLO, Loreana; LLABOT, Juan M.; ALLEMANDI, Daniel; BUCALÁ, Verônica; PIÑA, Juliana. Influence of spray-drying operating conditions on *Rhamnus purshiana* (Cáscara sagrada) extract powder physical properties. **Powder Technology**, v. 208, n. 1, p. 205-214, 2011.

15 SANSONE, Francesca et al. Maltodextrin/pectin microparticles by spray drying as carrier for nutraceutical extracts. **Journal of Food Engineering**, v. 105, n. 3, p. 468-476, 2011.

16 SOUSA, Érica Braga; WANDERLEY, Paulo Alves; WANDERLEY, Roberta de Oliveira Silva; ANDRADE, José Allan Medeiros de; SILVA, Élide Ramalho da; OLIVEIRA, Maria Érica da Silva. Caracterização físico-química do fruto de ameixa selvagem (*Ximenia americana* L.). In: **VII CONNEPI-Congresso Norte Nordeste de Pesquisa e Inovação**. 2012.

17 CARTAXO, Sarahbelle Leitte; SOUZA, Marta Maria de Almeida; ALBUQUERQUE, Ulysses Paulino. Medicinal plants with bioprospecting potential used in semi-arid northeastern Brazil. **Journal of Ethnopharmacology**, v. 131, n. 2, p. 326-342, 2010.

18 SAEED, A. E. M.; BASHIER, R. S. M. Physico-chemical analysis of *Ximenia americana* L. seed oil and structure elucidation of some chemical constituents of its seed oil and fruit pulp. **Journal of Pharmacognosy and Phytotherapy**, v. 2, n. 4, p. 49-55, 2010.

19 COSTA, Edja Maria Melo de Brito; BARBOSA, Ariel Siqueira; ARRUDA, Thúlio Antunes de; OLIVEIRA, Patrícia Teixeira de; DAMETTO, Fábio Roberto; CARVALHO, Rejane Andrade de; MELO, Maria das Dores. Estudo in vitro da ação antimicrobiana de extratos de plantas contra *Enterococcus faecalis*. **Jornal Brasileiro de Patologia e Medicina Laboratorial**, v. 46, n. 3, p. 175-180, 2010.

20 KLUCZYNIK, Caroline Evelin Nascimento; SOUZA, Joelly Holanda de; PALMEIRA, Josman Dantas; FERREIRA, Sávio Benvindo; ANTUNES, Rossana Miranda Pessoa; ARRUDA, Thúlio Antunes de; MORAIS, Maricelma Ribeiro; CATÃO, Raïssa Mayer Ramalho. Perfil de sensibilidade de *Salmonella* sp. de ambiente aquático a antimicrobianos comerciais ea extratos hidroalcoólicos de plantas medicinais. **Revista Brasileira de Análises Clínicas**, v. 42, n. 2, p. 141-144, 2010.

21 BRAGA, R. **Plantas do Nordeste especialmente do Ceará**. 3 ed. Fortaleza: Mossoroense, 1978.

22 LORENZI, H.; MATOS, F. J. A. **Plantas medicinais no Brasil: nativas e exóticas cultivadas**. São Paulo: Instituto Plantarum. Ltda, p. 191, 2002.

- 23 DANTAS, I.C. **O raizeiro**. Campina Grande – Paraíba: Editora EDUEP, 2007.
- 24 OLIVEIRA, Aline Mylena Guedes da Costa. **Avaliação da atividade antimalárica e citotóxica de plantas medicinais dos Biomas Caatinga e Amazônico**. 115p. Dissertação (Mestrado em Biodiversidade) Centro de Biociências/Universidade Federal do Rio Grande do Norte. Natal, 2011.
- 25 BOTT, Rubiana Pereira. **Influência do processo de obtenção, das condições de armazenamento e das propriedades físico-químicas sobre a estabilidade de extratos secos padronizados de plantas medicinais**. 181p. Tese (Doutorado em Medicamentos e Cosméticos) Faculdade de Ciências Farmacêuticas de Ribeirão Preto/Universidade de São Paulo. Ribeirão Preto, 2008.
- 26 CAMELO, Sarah Regina Pereira. **Estudos de pré-formulação e formulação de *Vismia guianensis* (Aubl.) Choisy**. 163p. Dissertação (Mestrado em Ciências Farmacêuticas) Instituto de Ciências da Saúde/Universidade Federal do Pará. Belém, 2009.
- 27 SILVA JÚNIOR, José Otávio Carréra; VIEIRA, José Luiz Fernandes; BARBOSA, Wagner Luiz Ramos; PEREIRA, Newton Lindolfo. Caracterização físico-química do extrato fluido e seco por nebulização de *Symphytum officinale* L. **Revista Brasileira de Farmacognosia**, v. 16 (Suplemento), p. 671-677, Dez. 2006.
- 28 ARAGÃO, C. F. S. Aplicação da termogravimetria (TG) no controle de qualidade da milona (*Cissampelos sympodialis* Eichl.) Menispermaceae. **Revista Brasileira de Farmacognosia**, v. 12 (Suplemento), p. 60-61, 2002.
- 29 DAVIS, R.; MAUER, L. J. Fourier transform infrared (FT-IR) spectroscopy: a rapid tool for detection and analysis of foodborne pathogenic bacteria. Current research, technology and education topics in applied microbiology and microbial biotechnology. **Formatex Research Center, Spain**, p. 1582-1594, 2010.
- 30 ZHU, Hongbin; WANG, Yuzhi; LIANG, Hao; CHEN, Qingmei; ZHAO, Peng; TAO, Jia. Identification of *Portulaca oleracea* L. from different sources using GC-MS and FT-IR spectroscopy. **Talanta**, v. 81, n. 1, p. 129-135, 2010.
- 31 SINGH, A.; JAIN, D.; UPADHYAY, M. K.; KHANDELWAL, N.; VERMA, H. N. Green synthesis of silver nanoparticles using *Argemone mexicana* leaf extract and evaluation of their antimicrobial activities. **Digest Journal of Nanomaterials and Biostructures**, v. 5, p. 483-489, 2010.
- 32 KRISHNARAJ, C.; JAGAN, E. G.; RAJASEKAR, S.; SELVAKUMAR, P.; KALAICHELVAN, P. T.; MOHAN, N. Synthesis of silver nanoparticles using *Acalypha indica* leaf extracts and its antibacterial activity against water borne pathogens. **Colloids and Surfaces B: Biointerfaces**, v. 76, n. 1, p. 50-56, 2010.
- 33 MA, Yufei; GAO, Yonghua; FENG, Qingling. Characterization of organic matrix extracted from fresh water pearls. **Materials Science and Engineering: C**, v. 31, n. 7, p. 1338-1342, 2011.

34 TIȚA, Bogdan; FULIAS, Adriana; BANDUR, Geza; MARIAN, Eleonora; TIȚA, Dumitru. Compatibility study between ketoprofen and pharmaceutical excipients used in solid dosage forms. **Journal of Pharmaceutical and Biomedical Analysis**, v. 56, n. 2, p. 221-227, 2011.

35 SILVERSTEIN, R. M.; WEBSTER, F. X.; KIEMLE, D. J. **Identificação Espectrométrica de Compostos Orgânicos**. 6. Ed. Livros Técnicos e Científicos, 2006.

36 CHAVES, Juliana Siqueira; DA COSTA, Fernando Batista; FREITAS, Luís Alexandre Pedro de. Development of enteric coated tablets from spray dried extract of feverfew (*Tanacetum parthenium* L.). **Brazilian Journal of Pharmaceutical Sciences**, v. 45, n. 3, p. 573-584, 2009.