



UNIVERSIDADE ESTADUAL DA PARAÍBA
CAMPUS I – CAMPINA GRANDE
CENTRO DE CIÊNCIAS BIOLÓGICAS E DA SAÚDE
CURSO DE GRADUAÇÃO EM FARMÁCIA

MARCELO ABDON DE HOLANDA NETO

Aplicação da Terogravimetria e Análise Térmica Diferencial de uma droga vegetal

CAMPINA GRANDE – PB
2013

Marcelo Abdon de Holanda Neto
marceloholanda.cz@gmail.com

Aplicação da Terogravimetria e Análise Térmica Diferencial de uma droga vegetal

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.

Orientador (a): Prof^ª. Dra. Mônica Oliveira da Silva Simões

Campina Grande, setembro de 2013.

FICHA CATALOGRÁFICA ELABORADA PELA BIBLIOTECA CENTRAL – UEPB

H722a Holanda Neto, Marcelo Abdon de.
Aplicação da termogravimetria e análise térmica diferencial de uma droga vegetal [manuscrito] / Marcelo Abdon de Holanda Neto. – 2013.
27 f. : il. color.

Digitado.
Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação em Farmácia Generalista) – Universidade Estadual da Paraíba, Centro de Ciências Biológicas e da Saúde, 2013.

“Orientação: Profa. Dra. Mônica Oliveira da Silva Simões, Departamento de Farmácia.”

1. Termogravimetria. 2. Fitoterapia. 3. *Sideroxylon obtusifolium*. I. Título.

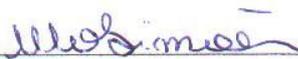
21. ed. CDD 615.321

MARCELO ABDON DE HOLANDA NETO

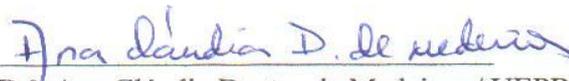
Aplicação da Terogravimetria e Análise Térmica Diferencial de uma droga vegetal

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.

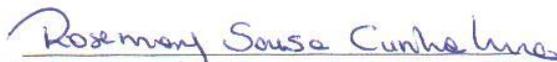
Aprovado em 09 / 09 / 2013.



Prof^ª Dr^ª Mônica Oliveira da Silva Simões/UEPB
Orientadora



Prof^ª. Dr^ª. Ana Cláudia Dantas de Medeiros / UEPB
Examinadora



Prof^ª. Dr^ª. Rosemary Sousa Cunha Lima / UEPB
Examinadora

AGRADECIMENTOS

Primeiramente agradeço a Deus, o centro e o fundamento de tudo em minha vida, por renovar a cada momento a minha força e disposição e pelo discernimento concedido ao longo dessa jornada.

A minha mãe, Patrícia Holanda, por toda a parceria com que me acompanhou em toda essa jornada. Obrigado mainha pelos sacrifícios que você fez em razão da minha educação, sabemos que não foram poucos. Desculpe pelas tristezas que te fiz passar com notas baixas no colégio, mas que pude reverter com seu auxílio e hoje tenho convicção que te dou uma das maiores alegrias de sua vida. Te amo e obrigado por tudo! Dedico também essa conquista ao meu querido Pai, Sávio Gomes. Obrigado Painho, por todo incentivo que me concebeu. Te amo muito meu velho!

A meus avós, Marcelo Holanda e Fátima Vale, por terem me proporcionado toda a base para os meus estudos e por serem até hoje os maiores exemplos para a minha vida.

A minha namorada, Kamilla Rodrigues, que de forma especial e carinhosa me deu força e coragem, me apoiando nos momentos de dificuldades, preocupando-se até com os problemas pessoais pelos quais passei durante esse período de TCC. Obrigado por contribuir com tantos ensinamentos, tanto conhecimento, tantas palavras de força e ajuda. Espero um dia chegar ao seu nível! Te amo, hoje e sempre!

A minha orientadora, Prof^a Dr^a Mônica Simões, pela abertura de portas que me propôs, por acreditar em mim e pelo compartilhamento de suas ideias, conhecimento e experiências. A minha co-orientadora, Msc. Lidiane Correia, que foi uma grande parceira nessa jornada. Quero expressar o meu reconhecimento e admiração pela sua competência profissional e minha gratidão pela sua amizade, por ser uma profissional extremamente qualificada e pela forma categórica com que conduziu minha orientação.

Aos queridos tios, Marcelo Júnior e Luciana Holanda, pela proteção, incentivo e companheirismo que sempre tiveram comigo.

Aos meus padrinhos, Ricardo Correia Lima e Gláucia Holanda, por me adotarem, pela hospitalidade e por todo amor que me concederam. Aos primos, Zico, Aninha, Juju, Duda, Nanda, Tato e Bel eternos parceiros! A José Carlos (Zeca) e Maria Cristina (Tina), que passavam dias e noites me fazendo companhia enquanto eu estudava, ficavam me observando quando eu, aborrecido, esbravejava de dúvidas nos cálculos estequiométricos, reações químicas e metabólicas, cálculos reológicos, etc, etc, etc. E eu podia sentir que nos olhos deles emanavam muitas energias positivas para aqueles momentos.

Aos grandes, André, Moab, Nelson, Guilherme e Caio, fiéis companheiros, amigos fraternos, irmãos de fé. Carregarei pra sempre vossas amizades.

A Dr^a Tânia Calumbi, pela grande oportunidade e confiança que me foram creditadas.

Por fim, agradeço a um dos principais responsáveis por este momento, o grande mestre Pr^o. Carlos Vieira, um verdadeiro amigo que esteve presente nas minhas maiores transições. Obrigado mestre, serei eternamente grato por todo conhecimento que me passastes.

Resumo

O uso de plantas medicinais voltado para o tratamento e cura de enfermidades é tão antigo quanto a espécie humana, simbolizando muitas vezes até hoje o único recurso terapêutico de várias comunidades e grupos étnicos. O planejamento do estudo farmacológico com plantas tidas como medicinais na forma de chás e extratos exige investigações minuciosas, em face de inúmeros fatores que comumente dificultam a comprovação em modelos animais e humanos, já que são misturas complexas e indefinidas de princípios ativos e outros secundários que, além de variarem constantemente sua composição, podem se potenciar ou se antagonizarem mutuamente. O objetivo deste estudo consistiu em demonstrar a caracterização preliminar de uma droga vegetal, utilizando como matéria-prima base a *Sideroxylon obtusifolium*, através de tecnologias termoanalíticas, visando o aprimoramento do conhecimento das técnicas de: Análise Térmica Diferencial (DTA) e Termogravimetria (TG). Observando-se o perfil térmico diferencial da droga vegetal *S. obtusifolium* (QUI01) avaliada na granulometria de 297µm, visualizou-se a presença de 2 eventos exotérmicos evidentes. Avaliando-se o perfil termogravimétrico da amostra da droga vegetal *S. obtusifolium* (QUI01), na razão de 10°C/min em atmosfera de nitrogênio, verificou-se a presença de cinco etapas de decomposição para amostra QUI01. Técnicas termoanalíticas como DTA e TG mostram-se como ferramentas úteis para auxiliarem na caracterização de drogas vegetais e correlatos, estas técnicas em conjunto constituem uma forma vantajosa na identificação das regiões da "impressão digital" da amostra em estudo e com auxílio de técnicas complementares assegura as características de qualidade das mesmas.

Palavras-chave: Análise Térmica Diferencial, Termogravimetria, droga vegetal, *Sideroxylon obtusifolium*.

Lista de Figuras

Figura 1: Fluxograma de preparação do pó -----	20
Figura 2: Curva DTA do pó da droga vegetal <i>Sideroxylon obtusifolium</i> -----	22
Figura 3: Curva termogravimétrica de QUI01 na razão de aquecimento de 10°C min ⁻¹ , em atmosfera de nitrogênio -----	23

Lista de Tabelas

Tabela 1: Parâmetros determinados por análise térmica diferencial para <i>Sideroxylon obtusifolium</i> -----	23
Tabela 2: Resultado da curva termogravimétrica do pó de <i>S.</i> <i>obtusifolium</i> na granulometria de 48mesh e razão de aquecimento de 10°C/min, atmosfera de nitrogênio, método da derivada -----	24

SUMÁRIO

1. Introdução -----	09
2. Objetivos -----	11
2.1. Objetivo Geral -----	11
2.2. Objetivos Específicos -----	11

REVISÃO DA LITERATURA

3. Revisão da Literatura -----	11
3.1. Análise Térmica -----	12
3.1.1 Análise Termogravimétrica -----	12
3.1.2 Análise Térmica Diferencial -----	13
3.2 Uso Popular de Plantas Medicinais -----	13
3.3 Regulamentação -----	14
3.4 Plantas do Semiárido -----	16
3.4.1 <i>Sideroxylon obtusifolium</i> -----	16
3.5. Análise Térmica Aplicada a Drogas Vegetais -----	17

MATERIAL E MÉTODOS

4. Material e Métodos -----	19
4.1. Material Botânico -----	19
4.2. Preparação dos Pós -----	19
4.4. Estudos de Análise Térmica -----	20
4.4.1. Análise Térmica Diferencial (DTA) -----	20
4.4.2. Termogravimetria (TG) -----	21

RESULTADOS E DISCUSSÃO

5. Resultados e discussão -----	22
5.1. Estudos de Análise Térmica -----	22
5.1.1. Análise Térmica Diferencial (DTA) -----	22
5.1.2. Termogravimetria (TG) -----	23
6. Conclusão -----	25
7. Referências -----	26

1. INTRODUÇÃO

O conhecimento histórico do uso de plantas medicinais nos mostra ao longo da História da Humanidade que, pela própria necessidade humana, as plantas foram um dos primeiros recursos terapêuticos utilizados para aumentar a chance de sobrevivência. O uso da medicina tradicional e das plantas medicinais, nos países em desenvolvimento, tem sido amplamente observado como base normativa para a manutenção da saúde (WHO, 1996).

A partir de 1978, a Organização Mundial de Saúde (OMS) reconheceu oficialmente o uso de fitoterápico com finalidade profilática, curativa, paliativa ou para fins de diagnóstico e reconheceu a difusão mundial dos conhecimentos necessários para seu uso. Ressalta-se que 67% das espécies vegetais medicinais do mundo são originárias dos países em desenvolvimento (ALONSO, 1998)

O Brasil é o país com a maior diversidade do mundo, contando com um número estimado de mais de 20% do número total de espécies do planeta. O país possui a mais diversa flora, número superior a 55 mil espécies descritas, o que corresponde a 22% do total mundial (BRASIL, 2006).

No contexto da Política Nacional de Práticas Integrativas e Complementares ao SUS, está a proposta de Plantas Medicinais e Fitoterapia no SUS, a qual têm como objetivo ampliar as opções terapêuticas aos usuários do sistema, com garantia de acesso a plantas medicinais, fitoterápicos e serviços relacionados à Fitoterapia, com segurança, eficácia e qualidade na perspectiva da integralidade da atenção a Saúde (BRASIL, 2006). O consumo de medicamentos caseiros à base de plantas é uma realidade assimilada não só pela indústria farmacêutica, como também pelo poder público. Tanto assim, que prefeituras de várias capitais, além de inúmeras cidades do interior já distribuem gratuitamente estes medicamentos à população nos postos de saúde. O Ministério da Saúde que sempre mostrou bastante cautela em relação a esta prática, se curvou as ervas medicinais e delegou à Central de Medicamentos (CEME) a tarefa de patrocinar, junto a diversas universidades brasileiras, estudos sobre as reais propriedades e eventuais efeitos tóxicos. (LÓPEZ, S006).

A tendência observada na fitoterapia é que esta, assim como no passado, desempenhará um papel cada vez mais importante na assistência à saúde da população. Desta forma, não se pode negar realmente a importância da avaliação dos efeitos terapêuticos de cada um destes fitoterápicos, além do estabelecimento da atividade por

meio de testes clínicos, outro aspecto relevante é a padronização desta atividade, de modo a assegurar uma quantidade uniforme desta em cada dose (CALIXTO, 2000).

Os conhecimentos científicos e tecnológicos sobre a intervenção de produtos com atividade terapêutica mostram que matérias-primas e medicamentos devem ser produzidos de forma a garantir a qualidade, segurança e eficácia terapêutica do usuário.

Em março de 2010, a Agência Nacional de Vigilância Sanitária (ANVISA) regulamentou, o uso de drogas vegetais, através da Resolução RDC 10 (BRASIL, 2010). Neste mesmo ano, a ANVISA também publicou a Resolução 14, que dispõe sobre o registro de medicamentos fitoterápicos, substituindo a RDC 48, publicada em 16 de março de 2004. Estas resoluções tiveram como objetivo causar impacto positivo no mercado de plantas medicinais e fitoterápicos, bem como promover a utilização de drogas vegetais e derivados de forma segura, eficaz e de qualidade (CARVALHO; SILVEIRA, 2010).

Segundo a RDC N°14, de 31 de março de 2010 da Agência Nacional de Vigilância Sanitária, são considerados medicamentos fitoterápicos os obtidos com emprego exclusivo de matérias-primas ativas vegetais, cuja eficácia e segurança são validadas por meio de levantamentos etnofarmacológicos, de utilização, documentações tecnocientíficas ou evidências clínicas. Não se considera medicamento fitoterápico aquele que inclui na sua composição substâncias ativas isoladas, sintéticas ou naturais, nem as associações dessas com extratos vegetais.

A caatinga tem sido descrita na literatura como pobre e de pouca importância biológica. Porém levantamentos recentes mostram que este ecossistema possui um considerável número de espécies endêmicas, ou seja, que ocorrem somente nessa região, e que devem ser consideradas como um patrimônio biológico de valor incalculável (AMABIZ, MARTHO, 1996).

Neste sentido, este trabalho objetivou-se em demonstrar a caracterização térmica de uma droga vegetal, utilizando como matéria-prima base uma planta típica do semi-árido paraibano a *Sideroxylon obtusifolium*, observando os parâmetros físico-químicos do pó em granulometria de 297 μ m (48mesh).

2. OBJETIVOS

2.1 Objetivo Geral

Demonstrar caracterização de uma droga vegetal por Termogravimetria (TG) e Análise Térmica Diferencial (DTA).

2.2 Objetivos Específicos

- ✓ Aprimorar o conhecimento no uso das técnicas termogravimétricas;
- ✓ Utilizar droga vegetal *Sideroxylon obtusifolium* como matéria-prima base para desenvolvimento do conhecimento;
- ✓ Caracterizar por Termogravimetria (TG);
- ✓ Caracterizar por Análise Térmica Diferencial (DTA).

3. REVISÃO DE LITERATURA

3. 1 Análise Térmica

Análise térmica é o termo utilizado para definir um “grupo de técnicas por meio das quais uma propriedade física de uma substância e/ou de seus produtos de reação é medida em função da temperatura, enquanto essa substância é submetida a um programa controlado de temperatura (IONASHIRO, GIOLITO, 1980; WENDLANDT, 1986) sob uma atmosfera específica (HAINES, 1995; MATOS, MERCURI E ARAUJO, 2009). A definição correta segundo a *International Confederation of Thermal Analysis and Calorimetry* (ICTAC) é “estudo da relação entre uma propriedade da amostra e da sua temperatura quando a amostra é aquecida ou arrefecida de uma maneira controlada” (PROVENSI, 2007).

A implementação da análise térmica na indústria farmacêutica mostra-se como um método analítico, quantitativo e comparativo, capaz de produzir resultados rápidos e reprodutíveis, podendo ser utilizada no controle de qualidade (BRASIL, 2010).

Na Farmacopéia Brasileira 5ª edição (2010) a análise térmica foi incluída como técnica analítica que pode ser utilizada para avaliação do comportamento térmico, determinação do teor de umidade e/ou solventes, determinação da temperatura de ebulição e sublimação, determinação da temperatura de decomposição térmica e determinação do teor de cinzas através da análise termogravimétrica.

Dentre as técnicas termoanalíticas difundidas e utilizadas na área farmacêutica estão: Termogravimetria (TG), Análise Térmica Diferencial (DTA) e a Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC).

3. 1. 1 Análise Termogravimétrica

É uma técnica termoanalítica na qual se analisa continuamente a massa da amostra, em uma atmosfera controlada, em função da temperatura ou do tempo (PROVENSI, 2007). O método termogravimétrico fornece informações sobre reações de decomposição e oxidação, e de processos físicos como vaporização, sublimação e desorção. O estudo de decomposição térmica de sólidos compreende três etapas principais: isolamento e identificação dos intermediários e produtos finais da reação; determinação das constantes de velocidade; determinação dos parâmetros cinéticos, que caracterizam as reações de decomposição térmica (SANTOS et al., 2007; RIBEIRO et al., 2006).

A interpretação das observações obtidas com TG geralmente requerem apoio de métodos complementares. Métodos importantes para confirmar a identidade dos processos investigados por TG frequentemente útil incluem medições de entalpia (DSC e DTA), análise de gás desprendido (EGD), as determinações estruturais (difração de raios-X), microscopia (mudanças texturais dos sólidos), cromatografia gasosa, etc (SANTOS et al., 2007).

3. 1. 2 Análise Térmica Diferencial

A análise térmica diferencial (DTA) mede a diferença de temperatura entre a substância e o material de referência (termicamente estável) em função da temperatura ou do tempo, enquanto ambos são submetidos a uma programação controlada de temperatura. A temperatura é medida por termopares conectados aos suportes metálicos dos compartimentos onde são acondicionados a amostra e o material de referência, ambos contidos no mesmo forno. As variações de temperatura na amostra são devidas às transições entálpicas, reações endotérmicas e/ou exotérmicas (SKOOG, HOLLER e NIEMAN, 1998).

As curvas DTA representam os registros de ΔT em função da temperatura (T) ou do tempo (t), de modo que os eventos são apresentados na forma de picos. Normalmente, convencionou-se que os picos ascendentes caracterizem os eventos exotérmicos e os descendentes os endotérmicos.

3. 2 Uso Popular de Plantas Medicinais

Segundo a Organização Mundial de Saúde (OMS), a medicina popular ou tradicional refere-se às práticas de saúde, conceitos, crenças e conhecimentos que incorporam medicamentos à base de plantas, animais ou minerais, terapias espirituais, técnicas manuais e exercícios aplicados singularmente ou em combinação, com o fim de tratar, diagnosticar e prevenir doenças ou manter o bem-estar (WHO, 2007)

As plantas medicinais sempre foram utilizadas, sendo no passado o principal meio terapêutico conhecido para tratamento da população. A partir do conhecimento e uso popular, foram descobertos alguns medicamentos utilizados na medicina tradicional. Nos dias atuais, a busca pela fitoterapia resulta da procura por tratamentos que associem eficácia e baixa incidência de efeitos colaterais, o que mobiliza iniciativas públicas e privadas (SOUSA et al., 2008)

Pode-se dizer que, a utilização de plantas na medicina oficial se dá predominantemente de duas maneiras: através da homeopatia (tratamento de doenças através do uso de medicamentos capazes de produzir efeitos semelhantes aos da doença em questão, com o mínimo de efeitos colaterais possíveis) ou a alopatia (sistema de combate de doenças por meios contrários aos seus sintomas e causas) (CARVALHO, 2010). As principais características desejáveis das plantas medicinais são: eficácia, baixo risco de uso, assim como reprodutibilidade e constância de sua qualidade (NAKAZAWA, 1999). Porém muitas informações técnicas da maioria das plantas medicinais ainda são insuficientes ou desconhecidas acerca das características acima citadas.

Em países como o Brasil, diversos fatores levam à busca pela fitoterapia: as dificuldades de uso do Sistema Único de Saúde (SUS) e a deficiência deste em prover o acesso a medicamentos tradicionais; a própria falta de acesso a estes devido a fatores econômicos ou simplesmente a indisponibilidade destes serviços em diversas regiões do país. A partir do momento em que se demonstra por parte da população um grande interesse por terapias à base de plantas medicinais, e conhecendo-se a colossal diversidade de flora existente no Brasil, é evidente a necessidade de se incorporar a prática da fitoterapia ao sistema de saúde (STASI, 2007).

O valor comercial desse mercado está cada vez maior, fazendo a segurança, eficácia e qualidade dos produtos se tornarem preocupações constantes das autoridades reguladoras (CARVALHO; SANTOS; SILVEIRA, 2008). Em 2010, a Agência Nacional de Vigilância Sanitária (ANVISA) regulamentou o uso de drogas vegetais, através da Resolução RDC 10 e o registro de medicamentos fitoterápicos, através da RDC 14, publicadas no Diário Oficial da União (BRASIL, 2010).

3.3 Regulamentação

As drogas vegetais não podem ser confundidas com os medicamentos fitoterápicos. Ambos são obtidos de plantas medicinais, porém elaborados de forma diferenciada. Enquanto as drogas vegetais são constituídas da planta seca, inteira ou rasurada (partida em pedaços menores) utilizadas na preparação dos populares “chás”, os medicamentos fitoterápicos são produtos tecnicamente elaborados, apresentados na forma final de uso (comprimidos, cápsulas e xaropes) (BRASIL, 2010).

Diante do aumento crescente do uso de drogas vegetais e a inexistência de requerimentos legais os quais abrangessem os requisitos de qualidade, segurança e eficácia, a ANVISA publicou uma norma para a notificação de drogas vegetais, a RDC 10/10 (BRASIL, 2010).

Esta resolução veio regulamentar a produção de drogas vegetais no Brasil, estando voltada para à indústria farmacêutica, e para os produtores e distribuidores de drogas vegetais, bem como a população em geral. Com esta RDC, as empresas vão precisar notificar à ANVISA sobre a fabricação, importação e comercialização dessas drogas vegetais no mínimo de cinco em cinco anos (CARVALHO; SILVEIRA, 2010). A RDC 10/10 foi elaborada de acordo com a normativa alemã para os “Chás Medicinais”, e engloba 66 drogas vegetais. Nesta forma estas drogas estão padronizadas quanto à forma de uso, posologia, alegações terapêuticas embasadas no uso tradicional, possíveis reações adversas e contra-indicações.

A publicação da RDC nº 10/10 teve como objetivo causar impacto positivo no mercado de plantas medicinais e fitoterápicos, tornando-se uma alternativa terapêutica mais barata e segura à população, em como promovendo a utilização de drogas vegetais de forma segura, eficaz e de qualidade.

Como forma de aperfeiçoar o marco regulatório, inserido no contexto da cadeia produtiva de plantas medicinais e de fitoterápicos, a legislação sanitária brasileira que dispõe sobre o registro de medicamentos fitoterápicos foi recentemente atualizada, sendo publicada na forma de Resolução RDC nº 14/2010, permitindo o acompanhamento do desenvolvimento científico e tecnológico, e possibilitando a ampliação do acesso da população aos medicamentos.

Segundo a RDC nº 14/10, fitoterápico é o medicamento obtido com emprego exclusivo de matérias-primas ativas vegetais, cuja eficácia e segurança são validadas pro meio de levantamentos etnofarmacológicos, de utilização, documentações tecnocientíficas ou evidências clínicas. É caracterizado pelo conhecimento da eficácia e dos riscos de seu uso, assim como pela reprodutibilidade e constância de sua qualidade. Não podem ser incluídos no medicamento fitoterápico, substâncias ativas isoladas, de qualquer origem, nem associações destas com extratos vegetais.

Atualmente, os fitoterápicos equiparam-se aos medicamentos sintéticos nos requisitos para o registro, sendo exigidas avaliações desde a matéria-prima vegetal, passando pelos derivados, até o produto final, o medicamento (BRASIL, 2010).

3. 4 Plantas do Semiárido

Os biomas brasileiros compreendem uma porção importante de toda a biodiversidade mundial. Além deste potencial em biodiversidade, o Brasil possui um grande patrimônio no que diz respeito à sabedoria popular acerca deste ecossistema. O conhecimento da medicina popular brasileira surgiu devido à união dos saberes da cultura indígena com as influências dos povos da Europa e África (CARTAXO, SOUZA; ALBUQUERQUE, 2010).

A Caatinga é um bioma que compreende grande parte das regiões semi-áridas brasileiras, e apresenta uma vegetação do tipo arbustiva e arbustivo-arbórea, adaptada a certos índices de aridez, uma baixa quantidade anual de chuvas e temperaturas elevadas durante a maior parte do ano (LEITE et al., 2012).

Este bioma, que ocupa uma vasta área do Nordeste do Brasil, é rico em diversidade de espécies vegetais que são, entretanto, pouco estudadas. Algumas plantas com propriedades medicinais são utilizadas tradicionalmente pela população, ou utilizadas na produção de produtos fitoterápicos, como *Amburana cearensis*, *Erythrina velutina* e *Sideroxylon obtusifolium* (ALBUQUERQUE et al., 2007).

3. 4. 1 *Sideroxylon obtusifolium*

Sideroxylon obtusifolium é uma planta nativa da Caatinga, de notável valor nutricional – seu fruto contém beta-caroteno, entre outros compostos de interesse, e um alto valor calórico (NASCIMENTO et al., 2011). Estudos com plantas do gênero *Sideroxylon* mostraram que estas são uma fonte rica de flavonóides e saponinas triterpenóide (EROSA-REJÓN, PENÃ-RODRIGUES E STERNER, 2010).

A casca desta planta é utilizada pela população para o tratamento de inflamações e diabetes (AGRA, FRANÇA; BARBOSA-FILHO, 2007), além de gripe, infecções em geral e para a cicatrização de ferimentos, como um adstringente natural (PAULINO et al., 2012).

Esta planta foi testada quanto a sua atividade antiinflamatória e antinociceptiva em estudo, onde concluiu-se que o extrato desta planta foi capaz de produzir ação antinociceptiva local, frente a produção de contrações abdominais induzidas por ácido acético, porém sem demonstrar o mesmo efeito no teste da placa quente (ARAUJO-NETO et al., 2010).

O mesmo estudo mostrou que o extrato desta planta possui capacidade antiinflamatória, reduzindo o edema induzido no teste com cobaias, além de reduzir a migração de neutrófilos para a região edemaciada. A presença de flavonóides no extrato é indicada como responsável por esta atividade, juntamente com os taninos presentes, devido a sua capacidade de inibir mediadores como as espécies reativas de oxigênio.

3.5 Análise Térmica Aplicada a Drogas Vegetais

Diversos estudos utilizando técnicas térmicas para caracterização de matérias-primas vegetais são relatados na literatura. Alguns exemplos são descritos a seguir.

Benício; Neto e Sousa (2010), empregaram estas técnicas para avaliar o comportamento térmico do óleo extraído de sementes de Nim Indoano (*Azadirachta indica*). O estudo possibilitou a verificação da decomposição do óleo, que ocorre em três etapas. A primeira inicia a 197,18°C e representa perda de 69,16% de massa (relativa à decomposição de ácidos graxos poliinsaturados), a segunda tem início a 388,39°C, com perda de 14,90% da massa inicial (relativo aos ácidos graxos monoinsaturados) e a terceira etapa, que ocorre a partir de 440,36°C, representa perda de 14,15% da massa inicial, e é atribuída à decomposição dos ácidos graxos saturados.

No estudo realizado por Noriega et al. (2010), os métodos de termogravimetria (TG), termogravimetria derivada (DTG) e a calorimetria exploratória diferencial (DSC) foram utilizados para avaliar o comportamento térmico de *Passiflora edulis* Sims., em comparação com sua provável substância marcadora, a rutina. As análises termogravimétricas indicaram que a decomposição térmica das amostras de folhas, galhos, bem como da rutina ocorrem em três etapas. Por outro lado, a curva DSC da amostra de rutina mostrou acentuada diferença entálpica da decomposição desta em relação às amostras de casca e folhas da planta.

Araújo et al. (2006), determinaram o teor de umidade e cinzas em várias amostras de guaraná (*Paullinia cupana* Kunth), obtidas comercialmente, através de TG/DTG e DSC, comparando com as metodologias oficiais para estas determinações, previstas na Farmacopéia Brasileira (1988). O estudo obteve resultados satisfatórios, uma vez que ambas as metodologias levaram a resultados semelhantes de umidade e cinzas totais. Das amostras estudadas, todas estavam dentro do limite aceitável de umidade (abaixo de 14%) e oito delas estavam acima do limite aceitável do teor de

cinzas totais (acima de 2%) o que foi considerado como um provável indicador de adulteração.

Correia et al. (2011) estudou a interferência do tamanho de partículas da droga vegetal mulungu, em termos qualitativos e quantitativos, utilizando técnicas de análise térmica e outras técnicas complementares.

Diante dos resultados expostos, podemos afirmar que a análise térmica é uma importante ferramenta, que quando adequadamente utilizada, pode ser utilizada no controle da qualidade de matérias-primas vegetais e produtos fitoterápicos na indústria farmacêutica, garantindo maior segurança e eficácia de seu uso. Percebe-se, portanto, que o estudo através de técnicas termoanalíticas apresentam vantagens, uma vez que requer menos gasto de tempo e de materiais, permite a verificação simultânea do teor de umidade e cinzas, acesso a todo o perfil termoanalítico da amostra, além de apresentar menor margem de erro.

4. MATERIAL E MÉTODOS

4.1 Material Botânico

O matéria botânico (folhas) da *Sideroxylon obtusifolium* (Quixaba), utilizado neste estudo foi coletado na região do “cariri paraibano”, no Município de Caraúbas, limite com Conchichola, durante os meses de junho e julho de 2012. A coleta foi realizada a partir de plantas adultas selecionadas, acompanhadas de pessoal técnico qualificado.

As coletas foram realizadas em diferentes localidades, com o intuito de não comprometer o quantitativo do material vegetal disponível, preservando as condições ambientais naturais da fauna e flora.

A espécie coletada foi identificada por comparação com exsicatas já depositada no Herbário Prof. Jayme Coelho de Moraes (EAN) localizado no município de Areia – PB, Brasil, pertencente a Universidade Federal da Paraíba (UFPB), pelo botânico Prof. Dr. Leonardo Félix, conforme registro:

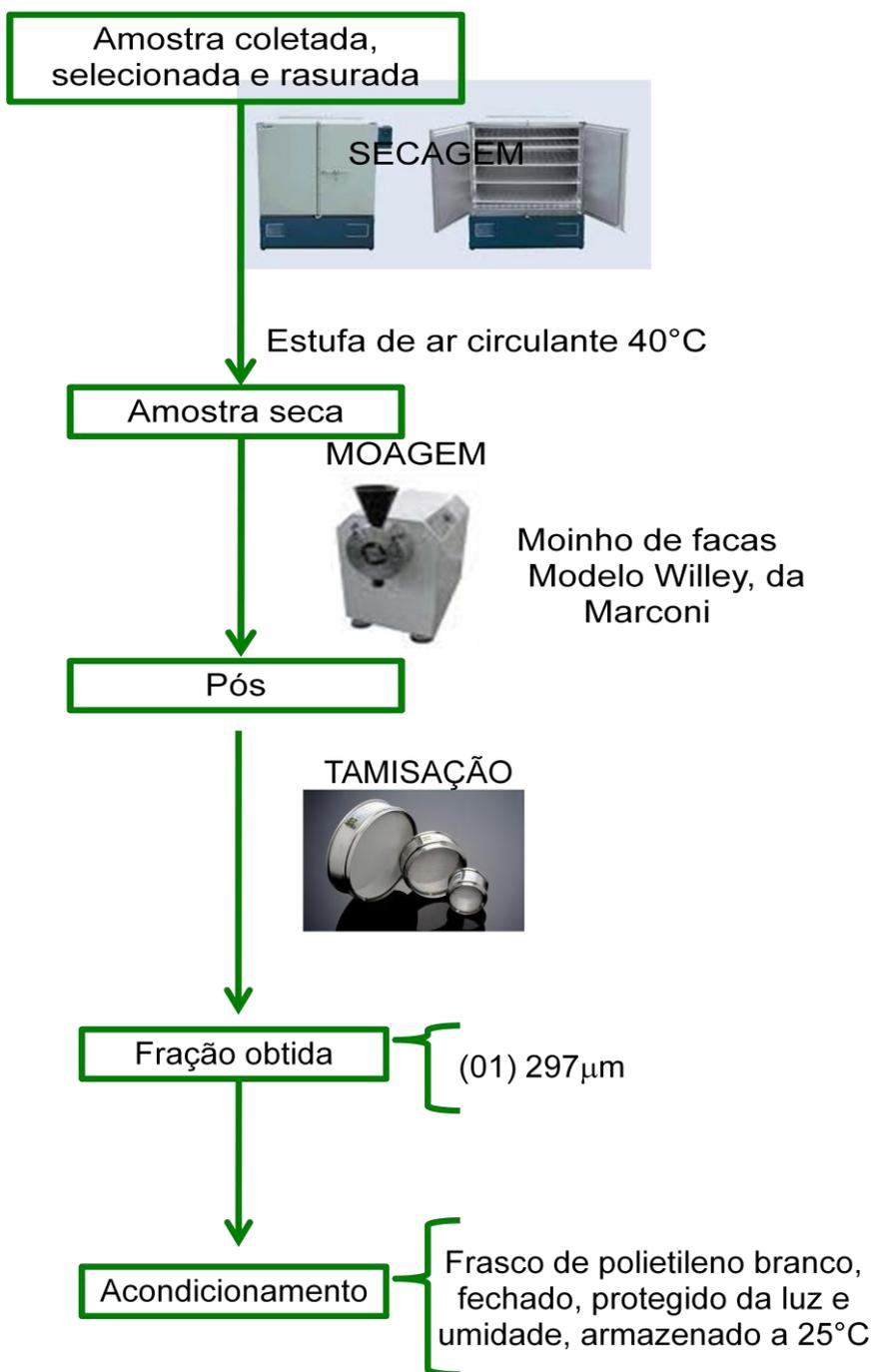
- *Sideroxylon obtusifolium* (Roem. & Schult) T. D. Penn. (EAN 7638, 15195, 16908, 17013, 17258).

4.2 Preparação do Pó

As folhas das plantas foram desidratadas em estufa com circulação de ar com temperatura controlada de 40°C. O material seco foi moído usando um moinho de quatro facas móveis e quatro fixas, modelo de Willey, da marca Marconi, acoplado a um tamis de 10 mesh.

A droga vegetal pulverizada foi submetida a um sistema de peneiras, onde foi aproveitado o pó obtido da peneira de 48 mesh ou 297µm. O pó adquirido foi acondicionado em frasco de vidro, âmbar e devidamente fechado, para proteção da luz e umidade, sendo armazenado em temperatura ambiente.

A amostra foi nomeada de “QUI” de acordo com sua nomenclatura popular: Quixaba. Acrescida da numeração 01.

Figura 1: Fluxograma da preparação do pó

4. 3. Estudos de Análise Térmica

4. 3. 1 Análise Térmica Diferencial (DTA)

A curva térmica diferencial do pó de *S. obtusifolium* foi obtida em um analisador térmico diferencial, modelo DTA-50 da Shimadzu, na razão de aquecimento $10^{\circ}\text{C min}^{-1}$, na faixa de temperatura de 25°C até 900°C , em atmosfera de nitrogênio, com fluxo de 50mL min^{-1} . A amostra (QUI01) foi acondicionada em cadinho de alumina utilizando

massa de 5,00mg ($\pm 0,5$). A calibração do equipamento foi realizada através do ponto de fusão e entalpia dos padrões de índio e zinco. As curvas térmicas diferenciais foram analisadas usando o programa TasyS 60 da Shimadzu.

4. 3. 2 Termogravimetria (TG)

A curva termogravimétrica dinâmica do pó de *S. obtusifolium* foi obtida em uma termobalança modelo TGA-50H da Shimadzu, na razão de aquecimento de $10^{\circ}\text{C min}^{-1}$, na faixa de temperatura de 25°C até 900°C . Utilizou-se atmosfera de nitrogênio, com fluxo de 50mL min^{-1} . Foi utilizada a massa de 5,00mg ($\pm 0,05$) acondicionada em cadinho de alumina para a amostra (QUI01). A calibração da termobalança foi feita utilizando oxalato de cálcio monohidratado. A curva foi analisada através do software TasyS 60 da Shimadzu, para caracterizar as etapas de perda de massa.

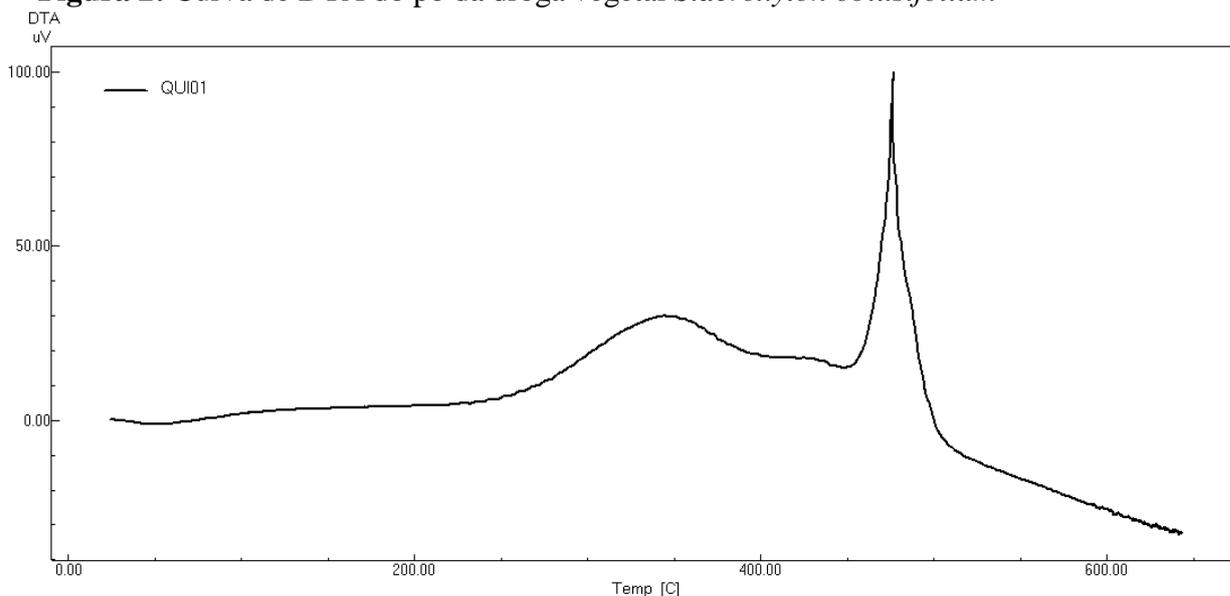
5. RESULTADO E DISCUSSÃO

5. 1 Estudos de Análise Térmica

5. 1. 1 Análise Térmica Diferencial (DTA)

A curva térmica diferencial do pó da droga vegetal *S. obtusifolium* está representada na Figura 1.

Figura 2: Curva de DTA do pó da droga vegetal *Sideroxylon obtusifolium*



Observando-se o perfil térmico diferencial da droga vegetal *S. obtusifolium* (QUI01) avaliada na granulometria de 297 μ m, visualizou-se a presença de 2 eventos exotérmicos evidentes.

O primeiro evento exotérmico ocorreu na temperatura de 344,78°C com energia de 1,41KJ/g. O segundo evento ocorreu na temperatura de 476,94°C correspondendo a 1,67KJ/g de energia.

A partir de 570 até 900 °C, observou-se uma queda gradativa da linha de base, correspondente a quinta etapa de decomposição até a formação do resíduo não degradável, visualizada pelas curvas termogravimétricas em atmosfera de nitrogênio.

A Tabela 1 apresenta os parâmetros determinados por análise térmica diferencial para *Sideroxylon obtusifolium*.

Tabela 1: Parâmetros determinados por análise térmica diferencial para *Sideroxylon obtusifolium*

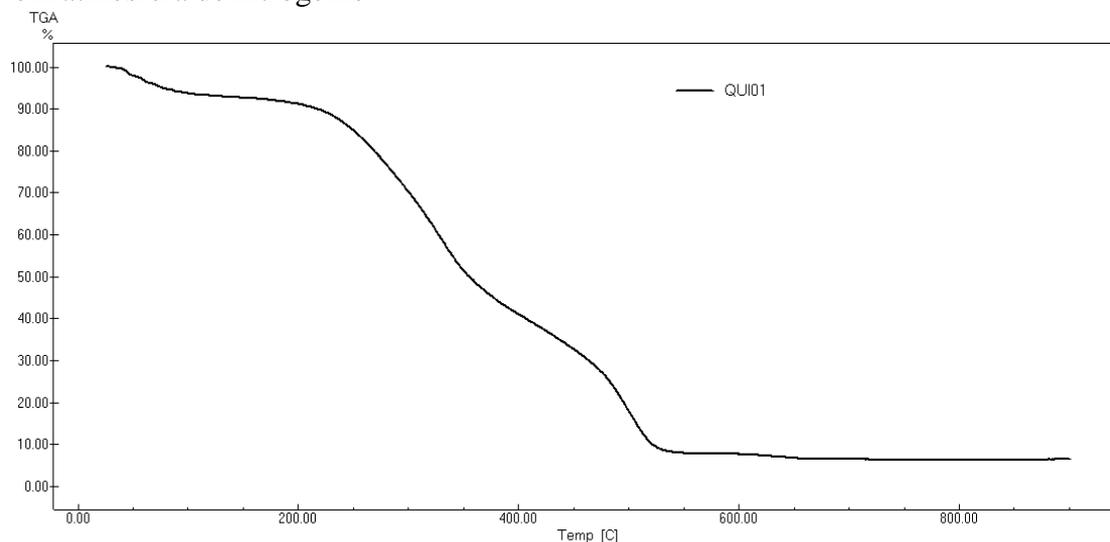
Amostras		Temperatura (°C)	Entalpia (KJ/g)
1° Evento			
QUI	QU01	344,78	1,41
2° Evento			
QUI	QU01	476,94	1,67

5. 2. 2 Termogravimetria (TG)

A termogravimetria é uma técnica de elevada sensibilidade, reprodutibilidade e resposta rápida às variações de massa, obtendo-se resultados relativos à composição e estabilidade térmica da amostra, importantes para a caracterização de matérias-primas vegetais (SILVA, PAOLA E MATOS, 2007).

A Figura 2 ilustra a curva termogravimétrica obtida na razão de aquecimento de $10^{\circ}\text{C min}^{-1}$ na atmosfera de nitrogênio para a amostra de *S. obtusifolium* (QUI01) na granulometria de 48mesh ($297\mu\text{m}$).

Figura 3: Curva termogravimétrica de QUI01 na razão de aquecimento de $10^{\circ}\text{C min}^{-1}$, em atmosfera de nitrogênio



Avaliando-se o perfil termogravimétrico da amostra da droga vegetal *S. obtusifolium* (QUI01), na razão de 10°C/min em atmosfera de nitrogênio, verificou-se a presença de cinco etapas de decomposição para amostra QUI01.

A primeira etapa ocorreu na faixa de temperatura de 26,2 a 92,3°C pode ser atribuída à perda de voláteis, majoritariamente água, representando 6% da massa total, para ambas as amostras.

A segunda, terceira e quarta etapas de decomposição representam a degradação do conjunto dos macros e micros constituintes da amostra, ocorrendo nas faixas de temperatura de 200,0 – 353,4; 353,4 – 468,4; 468,4 – 536,6°C, correspondendo a perdas de massa de 40,5; 21,4; 20,7%, para as respectivas etapas da amostra em estudo QUI01.

A quinta etapa de decomposição, corresponde à última etapa cuja perda caracteriza-se por ser lenta e gradativa, apresentando ao final (900°C) um resíduo de cinzas de aproximadamente 9% da massa inicial.

Amostras de drogas vegetais são misturas multicomponentes de compostos orgânicos e inorgânicos, e suas curvas de decomposição térmica são parcelas de fenômenos físico-químicos que ocorrem quando a mesma é aquecida. Assim, não é possível associar o efeito térmico e a perda de massa à identificação da decomposição de um determinado componente da amostra (WESOŁOWSKI, KONIECZYNSKI, 2003).

A Tabela 2 mostra os valores das etapas de decomposição, com suas respectivas perdas de massa da amostra de *S. obtusifolium* na granulometria de 297µm (QU01).

Tabela 2: Resultados da curva termogravimétrica do pó de *S. obtusifolium* na granulometria de 48mesh e razão de aquecimento de 10°C/min, atmosfera de nitrogênio, método da derivada

Etapas de decomposição	Ti (°C)	Tf (°C)	Δm (%)
Primeira	26,2	92,3	6,0
Segunda	200,0	353,4	40,5
Terceira	353,4	468,4	21,4
Quarta	468,4	536,6	20,7
Quinta	536,6	896,1	1,9

Ti = Temperatura inicial; Tf = Temperatura final; Δm = Variação de massa

6. CONCLUSÃO

Técnicas termoanalíticas como DTA e TG mostram-se como ferramentas úteis para auxiliarem na caracterização de drogas vegetais e correlatos, avaliando parâmetros térmicos e produzindo informações importantes acerca do controle de qualidade de substâncias e matérias-primas. Tendo em vista que, estas técnicas em conjunto constituem uma forma vantajosa na identificação das regiões da "impressão digital" da amostra em estudo e com auxílio de técnicas complementares assegura as características de qualidade das mesmas.

7. REFERÊNCIAS

AGRA, MF.; FREITAS, P. F.; BARBOSA-FILHO, J. M. Synopsis of the plants known as medicinal and poisonous in Northeast of Brazil. *Brazilian Journal of Pharmacognosy*, n. 17, v. 1, p. 140-144, 2007.

ALBUQUERQUE, U. P.; MEDEIROS, P. M.; ALMEIDA, A. L. S.; MONTEIRO, J. M.; NETO, E. M. F. L.; MELO, J. G.; SANTOS, J. P. Medicinal plants of the caatinga (semi-arid) vegetation of NE Brazil: A quantitative approach. *Journal of Ethnopharmacology*, n. 144, p. 325-354, 2007.

ALONSO, R. J. Tratado de fitomedicina: bases clínicas y farmacológicas. Buenos Aires: ISIS, 1998. 1039p.

AMABIZ, J. M.; MARTHO, G. R. Biologia das populações, Genética, Ecologia, Evolução. São Paulo: Editora Moderna Ltda, 1996.

ARAÚJO, A. A. de S.; MERCURI, L. P.; SEIXAS, S. R. S.; STORPIRTIS S., MATOS, J. de R.. Determinação dos teores de umidade e cinzas de amostras comerciais de guaraná utilizando métodos convencionais e análise térmica. *Revista Brasileira de Ciências Farmacêuticas*. 42(2):269-77, 2006.

ARAUJO-NETO, V.; BOMFIM, R. R.; OLIVEIRA, V. O. B.; PASSOS, A. M. P. R.; OLIVEIRA, J. P. R.; LIMA, C. A.; MENDES, S. S.; ESTEVAM, C. S.; THOMAZZI, S. M. Therapeutic benefits of *Sideroxylon obtusifolium* (Humb. Ex Roem. & Schult.) T. D. Penn., Sapotaceae, in experimental models of pain and inflammation. *Brazilian Journal of Pharmacognosy*, n. 20, v. 6, p. 933-938, 2010.

BENÍCIO, D. A.; NETO, V. Q.; SOUSA, J. G. de. Avaliação das propriedades físico-químicas e da composição química parcial do óleo de sementes de Nim Indiano (*Azadirachta indica* A. Juss.), cultivado no município de Patos – Paraíba. *Biofar*. 4(2):22-33, 2010.

BRASIL. Ministério da Saúde. Agência Nacional de Vigilância Sanitária. Resolução da Diretoria Colegiada – RDC nº10, de 9 de março de 2010. Dispõe sobre a notificação de drogas vegetais junto à Agência Nacional de Vigilância Sanitária (ANVISA) e dá outras providências. *Diário Oficial da União*. 46(1), 2010. 8 p.

BRASIL. Ministério do Meio Ambiente. Riqueza de espécies. 2006. Disponível em: <<http://www.mma.gov.br/port/sbf/chm/biodiv/brasil.html>>. Acesso em: 20 out. 2012.

CALIXTO, J.B. Efficacy, safety, quality control, marketing and regulatory guidelines for herbal medicines (phytotherapeutic agents). *Braz. J. Med. Biol. Res.* v.33, p.179-189, 2000.

CARTAXO, S. L.; SOUZA, MM. A.; ALBUQUERQUE, U. P. Medicinal plants with bioprospecting potencial used in semi-arid northeastern Brazil. *Journal of Ethnopharmacology*, n. 131, p. 326-342, 2010.

CARVALHO, J. C. T.. *Fitoterápicos anti-inflamatórios: aspectos químicos, farmacológicos e aplicações terapêuticas*. Ribeirão Preto-SP: Tecmedd, 2004. 480 p.

CARVALHO, A. C. B.; SANTOS, L. A.; SILVEIRA, D. La regulación de los medicamentos herbáricos em Brasil. *Boletín Latinoamericano y del Caribe de Plantas Medicinales y Aromáticas*. 8:7-11, 2008.

CARVALHO, A. C. B.; SILVEIRA, D. Drogas vegetais: uma antiga nova forma de utilização de plantas medicinais. *Brasília Médica*. 48(2):219-37, 2010.

CORREIA, L. P.; PROCOPIO, J. V. V.; SANTANA, C. P.; SANTOS, A. F. O.; CAVALCANTE, H. M. M.; MACEDO, R. O. Characterization of herbal medicine with different particle sizes using Pyrolysis GC/MS, SEM and thermal techniques. *J Therm Anal Calorim*. 2011.

EROSA-REJÓN, G.; PEÑA-RODRIGUES, L. M.; STERNER, O. Isolation of Kaempferol-3-Rutinoside from the leaf extract of *Sideroxylon foetidissimum* Subsp. *GAUMERI*. *Rev. Latinoamer. Quím.*, n. 38, v. 1, p. 7-11, 2010.

FARMACOPÉIA BRASILEIRA, v. 1, 5ª ed. Brasília, 2010.

HAINES, P. J. *Thermal methods of analysis: principles, application and problems*. London: Champmam & Hall, 1995. 286p.

IONASHIRO, M. A.; GIOLITO, I. Nomenclatura, padrões e apresentação dos resultados em análise térmica. *Cerâmica*, v.26, n.121, p.17-24, 1980.

LEITE, A. P.; PEDROSA, K. M.; LUCENA, C. M.; CARVALHO, T. K.; FÉLIX, L. P.; LUCENA, R. F. P. Uso e conhecimento de espécies vegetais úteis em uma comunidade rural no vale do Piancó (Paraíba, Nordeste, Brasil). *Biofar*, volume especial, p. 133-157, 2012.

LÓPEZ, C. A. A. Universidade Estadual de Roraima: Considerações gerais sobre plantas medicinais. *Gestão e Desenvolvimento*, 1(1): 19-27. 2006.

MATOS, J. R.; MERCURI, L. P.; ARAUJO, G. L. B. Aspectos gerais relativos ao desenvolvimento farmacotécnico de medicamento: análise térmica aplicada a fármacos e medicamentos. In: STORPIRTIS, S.; GONÇALVES, J. E.; CHIANN, C.; GAI, M. N. *Biofarmacotécnica*. Rio de Janeiro: Guanabara Koogan, 2009. p. 32-65.

NAKAZAWA, T. A. Particularidades de formulações para fitoterápicos. *Rev Racine* 1999; 9(53), p. 38-41.

NASCIMENTO, V. T.; MOURA, N. P.; VASCONCELOS, MA. S.; MACIEL, MI. S.; ALBUQUERQUE, U. P. Chemical characterization of native wild plants of dry seasonal Forest of the semi-arid region of northeastern Brazil. *Food Research International*, n. 44, p. 2112-2119, 2011.

NORIEGA, P.; MATOS, J. R.; MERCURI, L.; SCOTT, M.; BACCHI, M. E.. Thermal Characterization of *Passiflora edulis* Sims. (Maracujá) by TG/DTG and DSC. In: *VII Congresso Brasileiro De Análise Térmica e Calorimetria (VII CBRATEC)*, 2010.

PAULINO, R. C.; HENRIQUES, G. P. S. A.; MOURA, O. N. S.; COELHO, MF. B.; AZEVEDO, R. A. B. Medicinal plants at the sítio do Gois, Apodi, Rio Grande do Norte State, Brazil. *Brasilian Journal of Pharmacognosy*, n. 22, v. 1, p. 29-39, 2012.

PROVENSI, G.. *Dissertação de Mestrado apresentada a Faculdade de Farmácia/Universidade Federal do Rio Grande do Sul*. Porto Alegre, 2007, p. 135.

RIBEIRO, M. D.; ONUSIC, G. M.; POLTRONIERI, S. C.; VIANA, M. B. Effect of *Erythrina velutina* and *Erythrina mulungu* in rats submitted to animal models of anxiety and depression. *Brazilian Journal of Medical and Biological Research*. 39(2):263-70, 2006.

SANTOS, M. R. V.; ALVES, P. B.; ANTONIOLLI, A. R.; MARCHIORO, M. Relaxant effect of the aqueous extract of *Erythrina vellutina* leaves on rat vas deferens. *Revista Brasileira de Farmacognosia*. 17(3):343-78, 2007.

SILVA, E. C.; PAOLA, M. V. R. V.; MATOS, J. R. Análise térmica aplicada à cosmetologia. *Revista Brasileira de Ciências Farmacêuticas*. vol. 43, n. 3, 2007.

SKOOG, D. A.; HOLLER, F. J.; NIEMAN, T. A. *Princípios de Análise Instrumental*, 5ª Ed., Bookman, 2009.

SKOOG, D. A.; HOLLER, F. J.; NIEMAN, T. A. *Principles of Instrumental Analysis*. 5st., Philadelphia: Harcourt Brace & Company, 1998, p. 798-809.

SOUSA, F. C. F.; MELO, C. T. V.; CITÓ, M. C. O.; FÉLIX, F. H. C.; VASCONCELOS, S. M. M.; FONTELES, M. M. F.; BARBOSA-FILHO, J. M.; VIANA, G. S. B. Plantas medicinais e seus constituintes bioativos: Uma revisão da bioatividade e potenciais benefícios nos distúrbios da ansiedade em modelos animais. *Revista Brasileira de Farmacognosia*. 18(4):642-54, 2008.

STASI, L. C. D. *Plantas medicinais: verdades e mentiras*. São Paulo – SP: UNESP, 2007, p. 136.

WENDLANDT, W. W. *Thermal analysis*. 3.ed. New York: Willey, 1986. 814p.

WESOŁOWSKI, M.; KONIECZYNSKI, P. *Thermoanalytical, chemical and principal component analysis of plant drugs*. *Int. J. of Pharm.* 262, 2003, p. 29-37.

WORLD HEALTH ORGANIZATION. *WHO. Culture and Health: Orientation Texts: World Decade for Cultural Development 1988-1997*, Document CLT/DEC/PRO. Paris, 1996, p. 129.

WORLD HEALTH ORGANIZATION. *WHO. Guidelines for assessing quality of herbal medicines with reference to contaminants and residues*. Genebra: World Health Organization, 2007, p. 118.