ÁREA DE SUBMISSÃO: PRODUTOS NATURAIS E QUÍMICA MEDICINAL –
PNQM17

CARACTERIZAÇÃO DE EXTRATO E PRODUTOS SECOS POR ASPERSÃO DAS FOLHAS DE *Eugenia uniflora* Linn

R. T. M. RAMOS^{1,2}, I. C. F. BEZERRA^{1,2}, M. R. A. FERREIRA^{1,2} e L. A. L. SOARES^{1,2}

¹ Universidade Federal de Pernambuco, Laboratório de Farmacognosia, Departamento de Ciências Farmacêuticas,

² Universidade Federal de Pernambuco, Centro de Biociências, Programa de Pós-graduação em Inovação Terapêutica.

E-mail para contato: rhayanne.moraes11@gmail.com

RESUMO – *Eugenia uniflora*, espécie conhecida como pitanga ou pitangueira, destaca-se por apresentar amplo espectro de atividades biológicas. Devido sua importância na medicina popular, o Ministério da Saúde incluiu a espécie na Relação de Plantas de Interesse ao SUS – RENISUS. Dessa forma, a espécie tem se tornado alvo de estudos para o desenvolvimento de novo(s) medicamento(s) fitoterápico(s). O objetivo desse trabalho foi obter e caracterizar extratos secos por aspersão a partir das folhas de *E. uniflora*. Para avaliação da operação, foram considerados: rendimento do processo de secagem, umidade residual, teor de polifenóis por espectrofotometria UV-Vis e CLAE-DAD; além das propriedades tecnológicas dos produtos secos obtidos com ou sem adjuvante. Os resultados obtidos revelaram baixo rendimento ponderal e umidade residual superiores a 5%. O produto seco contendo Aerosil (PSA-A-7,5%) apresentou maior teor de flavonoides (4,19g% (2,72) expressos em rutina), enquanto que maior teor de taninos e de marcadores foram observados no extrato sem adjuvante. Para os parâmetros tecnológicos foi detectada a necessidade de estudos de pré-formulação, incluindo a avaliação de novas condições operacionais e/ou outros adjuvantes para incrementar as propriedades destes produtos vegetais.
Palavras chave: Pitangueira. Extrato seco. Spray dryer.

ABSTRACT – *Eugenia uniflora* is a species known as “pitanga” or “pitangueira” and stands out for presenting several biological activities. Due to its importance in popular medicine, the Health Authority included the species in the List of Plants of Interest to SUS - RENISUS. Thus, the species has been studied for the development of new herbal medicines. The objective of this work was to produce and characterize spray dried extracts from leaves of the *E. uniflora*. The process performance was evaluated by: yield, residual moisture, polyphenol content by UV/Vis spectrophotometry and HPLC / DAD; as well the physical properties of such dry extracts produced either with or without excipient. The results showed extract with low yield and residual moisture higher than 5%. The dry product containing Aerosil (PSA-A-7.5%) showed the highest content of flavonoids (4.19g% (2.72) expressed as rutin), while the higher contents of tannins and other markers were observed in the dried product without excipient. Regarding the

technological parameters, the data suggest that preformulation studies are necessary, including evaluation of new operational conditions and other excipients in order to improve the technological properties of such herbal products.

Keywords: Pitangueira. Dry extract. Spray dryer

1. INTRODUÇÃO

Eugenia uniflora Linn é uma espécie conhecida popularmente no Brasil como pitanga ou pitangueira e destaca-se por apresentar diversas atividades biológicas, tais como antimicrobiana e antioxidante (VICTORIA et al., 2012), hepatoprotetora (VICTORIA, 2013), antifúngica (COSTA, 2010) e antitumoral (OGUNWANDE, 2005). Devido à importância da espécie, o Ministério da Saúde incluiu *E. uniflora* na Relação de Plantas de Interesse ao SUS - RENISUS (BRASIL, 2009), cujo objetivo é gerar produtos de interesse ao SUS, o que serviu como impulso para pesquisa e desenvolvimento de produtos derivados e medicamentos fitoterápicos obtidos a partir da pitangueira. No Brasil, os medicamentos fitoterápicos encontram-se predominantemente registrados sob formas farmacêuticas sólidas (CARVALHO et al., 2008). A matéria prima para estes produtos é constituída majoritariamente por extratos secos, os quais atribuem estabilidade química, físico-química e microbiológica, mais fácil padronização, maior concentração de compostos ativos e capacidade de transformação em diferentes tipos de formas farmacêuticas sólidas (OLIVEIRA; PETROVICK, 2010). Entre os procedimentos de secagem para obtenção de extratos secos destaca-se a técnica por aspersão (*spray drying*) por apresentar diversas vantagens tais como rapidez, rendimento, baixa agressividade ao produto, controle da uniformidade e do tamanho das partículas (AULTON, 2002). Considerando a importância da espécie como alternativa terapêutica, e a necessidade de desenvolvimento de novos produtos derivados da espécie, o trabalho objetivou produzir e caracterizar extratos secos por aspersão das folhas de *E. uniflora*.

2. MATERIAIS E MÉTODOS

As folhas foram coletadas em Igarassu-PE e identificadas no Instituto Agrônomo de Pernambuco sob o número de registro 91670. O material foi estabilizado em estufa de circulação de ar (82/480, Lucadema[®]) durante 48 h à 40 °C. Em seguida, as folhas foram trituradas em moinho de facas (Tipo Willye TE-680, Tecnal[®]). Os extratos foram obtidos por turbólise (Liquidificador Industrial, Metvisa[®]), em 4 ciclos de 30 segundos, com intervalos de 5 minutos, na proporção droga: solvente 5% (p/v) (RAMOS et al., 2017). O líquido extrator empregado foi a mistura quaternária de água:metanol:etanol:acetona, na proporção 46:13:18:23 (v/v/v/v). Após o processo de turboextração, os extratos foram filtrados sob vácuo. Para secagem o adjuvante empregado foi dióxido de silício coloidal (Aerosil[®]) nas proporções de 5,0, 7,5 e 10,0% em relação ao resíduo sólido do extrato, cujo teor foi obtido previamente em balança de infravermelho (ID50, Marte[®]). Após pesagem, o adjuvante foi adicionado ao extrato e a mistura foi deixada sob agitação durante 30 min. A secagem do extrato foi realizada em *Spray dryer* (MSDi 1.0, Labmaq[®]), cujas condições operacionais foram: temperatura de entrada 140 °C e de saída aproximadamente 105 °C; vazão da alimentação de 0,6 L/min; fluxo de ar no aspensor a 40 L/min e velocidade de corrente de ar quente igual a 1,65 m³/min. Após secagem, os extratos foram caracterizados quanto aos parâmetros de rendimento, teor de umidade residual, teores de polifenóis (taninos e flavonoides) por espectrofotometria UV-Vis e cromatografia líquida de alta eficiência (CLAE) e propriedades tecnológicas: ângulo de repouso e densidades brutas e compactadas..

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Os resultados apontaram baixos rendimentos e a umidade residual para o extrato e produtos secos foi superior ao máximo permitido 5% (FERNANDES, 2013). O produto seco obtido com Aerosil a 5,0% (PSA-A-5%), em relação ao teor de sólidos na solução extrativa, obteve maior rendimento (48%), seguido do produto seco sem adjuvante (45%) (PSA-A-0%), Aerosil a 10,0% (44%) (PSA-A-10%) e Aerosil a 7,5% (m/v) (40%) (PSA-A-7,5%). Os resultados indicam que é necessário avaliar as condições operacionais para obter um produto com menor umidade residual, pois a umidade do produto final é determinada pela temperatura de saída, que por sua vez depende da temperatura de entrada (OLIVEIRA; PETROVICK, 2010). A presença de água propicia o desenvolvimento de micro-organismos e reações enzimáticas diminuindo a qualidade e estabilidade do produto seco e de seus derivados.

A quantificação de polifenóis foi realizada com a finalidade de verificar se o processamento tecnológico interferiu na composição quantitativa desses compostos. Com relação aos teores de taninos foi verificado que por espectrofotometria UV/Vis o PSA-A-0% apresentou teor de 22,02g% (0,54) expresso em ácido gálico. Ao analisar os produtos secos com adjuvante PSA-A-5%, PSA-A-7,5% e PSA-A-10%, foi verificado que os valores correspondem respectivamente a 21,03g% (2,16), 18,76g% (0,70) e 19,25g% (0,93). Estes achados podem indicar certa influência do adjuvante no marcador químico da espécie. Para flavonoides foi verificado que o PSA-A-7,5% foi o que apresentou maior teor 4,19g% (2,72) expressos em rutina. Por CLAE quatro marcadores foram analisados: ácido gálico, ácido elágico, miricitrina e um segundo flavonoide. Os teores de ácido gálico e miricitrina foram maiores no PSA-A-0%, respectivamente, 0,19% (0,06) e 1,15% (0,20). Para o ácido elágico o PSA-A-0% e PSA-A-10% indicaram os maiores teores 0,12g% (0,41) e 0,12% (0,26). Estudos realizados por Souza et. al. (2008) apontam que o teor de polifenóis após processo de secagem pode ser influenciado pelas condições do processo, pois pode haver a degradação de constituintes químicos devido à presença de calor. Para o flavonoide 2 o PSA-A-10% foi o que apresentou maior teor igual a 0,12% (1,65).

Com relação às propriedades tecnológicas (Tabela 1), os PSAs apresentaram ângulo de repouso $\alpha \leq 30$, classificado com bom escoamento, o que indica pouca coesão das partículas. A adição do adjuvante proporcionou o aumento na densidade dos pós, sendo um aspecto vantajoso, porém são necessários outros estudos para determinar as melhores condições. O de Índice de Carr foi superior a 32% para os PSAs, caracterizando fluxo muito pobre para os extratos analisados, apresentando redução dos valores de índice de compressibilidade com a adição de adjuvante, indicando que é necessário melhorar os estudos para obtenção de forma farmacêutica. Os resultados do Fator de Hausner apresentaram melhora com a adição do adjuvante, porém todos os valores foram $\geq 1,5$ (fluxo muito pobre).

Tabela 1 - Caracterização físico-química dos pós dos diferentes extratos secos obtidos por aspersão.

Produto	α	db (g/mL)	dc (g/mL)	IC%	FH
PSA-A-0%	25	0,081	0,1766	45,35	2,18
PSA-A-5%	30	0,107	0,2143	49,93	2,00
PSA-A-7,5%	29	0,140	0,2583	54,20	1,84
PSA-A-10%	27	0,123	0,2260	54,02	1,83

ESA: Extrato Seco por Aspersão; PSA-A-5%: Produto Seco por Aspersão com Aerosil® a 5%; PSA-A-7,5%: Produto Seco por Aspersão com Aerosil® a 7,5%; PSA-A-10%: Produto Seco por Aspersão com

Aerosil® a 10%; α : ângulo de repouso; db: densidade bruta; dc: densidade de compactação; IC: Índice de Carr; FH: Fator de Hausner.

4. CONCLUSÃO

O extrato e produtos secos obtidos por aspersão apresentaram percentual de umidade residual superior a 5%, sendo necessário melhorar as condições operacionais. Além disso, foi verificado que o teor de polifenóis foi maior no PSA-A-0%. Para os parâmetros tecnológicos foi evidenciada necessidade de estudos de pré-formulação, incluindo análise de outros adjuvantes para melhoramento das propriedades do extrato/produto seco, para aplicação no desenvolvimento de formas farmacêuticas da espécie.

5. REFERÊNCIAS

- AULTON, M. E. **Pharmaceutics: the Science of Dosage Form Design** 2. ed. Edinburg: Churchill Livingstone, 2002.
- BRASIL, MS - Ministério da Saúde. **Relação de Plantas Medicinais de Interesse ao SUS**. Brasília, 2009.
- COSTA, D. P. et al. Influence of Fruit Biotypes on the Chemical Composition and Antifungal Activity of the Essential Oils of *Eugenia uniflora* Leaves. **J. Braz. Chem Soc**, v. 21, p. 851-858, 2010.
- FERNANDES, Maurette dos Reis Vieira. Padronização e avaliação biológica dos extratos secos de *Psidium guajava* L, obtidos por *spray drying*. Ribeirão Preto: Universidade de São Paulo, 2013. 124 f.
- OGUNWANDE, I. A.; OLAWORE, N. O.; EKUNDAYO, O.; WALKER, T. M.; SCHMIDT, J. M.; SETZER, W. N.; Studies on the essential oils composition, antibacterial and cytotoxicity of *Eugenia uniflora* L. **Int. J. Aromather**, v. 15, p. 147-152, 2005.
- OLIVEIRA, O. W.; PETROVICK, P. R. Secagem por aspersão (spray drying) de extratos vegetais: bases e aplicações. **Rev. Bras. Farmacogn.**, v. 20, p. 641-650, 2010.
- RAMOS, R. T. M.; BEZERRA, I. C. F.; FERREIRA, M. R. A.; SOARES, L. A. L. Spectrophotometric Quantification of Flavonoids in Herbal Material, Crude Extract, and Fractions from Leaves of *Eugenia uniflora* Linn. **Phcog Res.**, v.9, n.3, p. 253-260, 2017.
- SOUZA, C. R. F.; SCHIAVETTO, I. A.; THOMAZINI, F. C. F.; DE OLIVEIRA, W. P. Processing of *Rosmarinus officinalis* Linné extract on spray and spouted bed dryers. **Braz J. Chem Eng.**, v. 25, n.1, p. 59-69, 2008.
- VICTORIA, F. N.; LENARDÃO, E. J.; SAVEGNAGO, L.; PERIN, G.; JACOB, R. G.; ALVES, D.; DA SILVA, W. P.; DA MOTTA, A. S.; NASCENTE, P. S. Essential oil of the leaves of *Eugenia uniflora* L.: Antioxidant and antimicrobial properties. **Food Chem. Toxicol**, v. 50, p. 2668-2674, 2012.
- VICTORIA, F. N.; ANVERSA, R. G.; SAVEGNAGO, L.; LENARDÃO, E. J. Essential oils of *E. uniflora* leaves protect liver injury induced by acetaminophen. **Food Biosci.**, v. 4, p. 50-57, 2013.

6. AGRADECIMENTOS

Agradecimentos a FACEPE (IBPG-0557-4.03/15;APQ-0493- 4.03/14) e (CNPq308386/2015-9).