

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

OBTENÇÃO DO EXTRATO SECO E ESTABELECIMENTO DE
PARÂMETROS PARA O CONTROLE DE QUALIDADE DA ESPÉCIE
VEGETAL *MYRCIARIA DUBIA*.

Bolsista: Janayna Freitas de Araújo Libório, FAPEAM

MANAUS

2012

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

RELATÓRIO FINAL

PIB-S 0060/2011

OBTENÇÃO DO EXTRATO SECO E ESTABELECIMENTO DE
PARÂMETROS PARA O CONTROLE DE QUALIDADE DA ESPÉCIE
VEGETAL *MYRCIARIA DUBIA*.

Bolsista: Janayna Freitas de Araújo Libório, FAPEAM

Orientador: Prof. Dr. Ádley Antonini Neves de Lima

MANAUS

2012

RESUMO

A espécie vegetal *Myrciaria dubia*, popularmente conhecida como camu-camu tem sido estudada por suas propriedades antioxidantes. Ela apresenta um elevado teor de vitamina C, chegando a superar a acerola, o limão e a laranja (ALVES, 2002). Esse fruto riquíssimo tem sido alvo de muitos estudos, mas vale ressaltar que estes ainda são incipientes. A indústria alimentícia já tem usado a polpa de camu-camu como matéria-prima para fabricação de sorvetes, sucos e geleias. Já a indústria cosmética tem utilizado para a obtenção de produtos de beleza, como: xampus, condicionadores e hidratantes; enquanto que a indústria farmacêutica tem se dedicado à fabricação de fitoterápicos. Observa-se que até o momento, a parte mais aproveitada do fruto tem sido a polpa, sendo a casca e a semente dos frutos, descartadas. Estudos têm demonstrado que estas partes vegetais também apresentam propriedades antioxidantes decorrentes não apenas da vitamina C, mais também de compostos fenólicos (flavonas, flavonóides, ácido elágico); sendo estes encontrados em uma concentração elevada no extrato líquido obtido a partir da semente do fruto (CHIRINOS *et al.*, 2010). Na casca nota-se a presença de antocianinas que produzem pigmentos de coloração avermelhada. Desta forma, por não existirem muitos estudos relacionados à casca e a semente da *Myrciaria dubia*, a indústria as têm descartado. Sendo assim, o objetivo desse trabalho foi de avaliar os parâmetros físico-químicos destas partes vegetais, bem como obter o extrato seco das mesmas a fim de que possam ser incorporados a produtos farmacêuticos e cosméticos. Os parâmetros físico-químicos avaliados foram: pH, densidade, teor extrativo, cinzas sulfatadas, perda por dessecação (F. BRAS. IV, 1988), resíduo seco (BUNDSVAREINIGUNG, 1986), análise

granulométrica (VOIGT, 2003), bem como a obtenção do extrato seco por aspersão (equipamento *spray dryer*) a partir do extrato hidroalcoólico a 20% deixando-se em contato por maceração por 24h a temperatura de 37°C, sob agitação, em banho-maria. Do extrato seco avaliou-se o ponto de fusão e a umidade residual (F.BRAS. V, 2010). Com os resultados obtidos a partir dessa pesquisa, observou-se que a casca e as sementes, e não apenas a polpa, de *Myrciaria dúbia* apresentam o potencial pra ter suas propriedades físico-químicas aproveitadas pela indústria farmacêutica e cosmética para obtenção de novos produtos; caso se verifique que o rendimento versus custo-benefício seja viável. No entanto, o método extrativo utilizado nessa pesquisa, isto é, extrato obtido por maceração da solução hidroalcoólica a 20% sob agitação a 37 °C, por 24h para obtenção do extrato seco não seria o de melhor escolha, visto que o rendimento é muito baixo. Sendo assim, se faz necessário a otimização da metodologia extrativa.

Palavras-chaves: *Myrciaria dubia*, camu-camu, extrato seco, antioxidante, compostos fenólicos, vitamina C.

ABSTRACT

The plant species *Myrciaria dubia*, popularly known as camu-camu has been studied for its antioxidant properties. She has a high content of vitamin C, surpassing the cherry, lemon and orange (ALVES, 2002). This rich fruit has been the subject of many studies, but it is noteworthy that these are still incipient. The food industry already has used the camu-camu pulp as raw

material for the manufacture of ice cream, juices and jellies. Since the cosmetic industry is used to obtain beauty products, such as shampoos, conditioners and moisturizers, while the pharmaceutical industry has been dedicated to the manufacture of herbal medicines. Observe that so far, the most exploited of the fruit pulp has been, and the bark and seeds of fruits, discarded. Studies have shown that these plants also have antioxidant properties resulting not only from vitamin C, but also phenolic compounds (flavones, flavonoids, ellagic acid), and these are found in high concentration in a liquid extract obtained from the seed of the fruit (CHIRINOS *et al.*, 2010). In the skin is noticed the presence of anthocyanin pigments that produce reddish. Thus, because there are not many studies related to the bark and the seed of dubious *Myrciaria*, the industry has dropped. Therefore, the aim of this study was to evaluate the physico-chemical parameters of these plant parts as well as get the dry extract of the same order that they may be incorporated into pharmaceutical and cosmetic products. The physico-chemical parameters were evaluated: pH, specific gravity, extractive content, sulfated ash, loss on drying (F. BRAS. IV, 1988), dry (BUNDSVAREINIGUNG, 1986), particle size analysis (VOIGT, 2003), as well as obtain a dry extract spray (spray dryer equipment) from hydroalcoholic 20% leaving in touch by maceration for 24 hours at 37 ° C under agitation in a water bath. The solids evaluated the melting point and residual moisture (F.BRAS. V, 2010). The results obtained from this research, it is expected that the peel and seeds, not only pulp, may also have dubious *Myrciaria* its physico-chemical utilized by the pharmaceutical and cosmetic products for obtaining new, if check the performance versus cost-feasible.

However, the extraction method used in the study, the extract obtained by maceration of the hydroalcoholic solution under stirring at 20% 37°C for 24 hours to obtain a dry extract would not be the best choice, because the yield is very low. Thus, it is necessary to optimize the extraction method.

Keywords: *Myrciaria dubia*, camu-camu, dry extract, antioxidant phenolic compounds, vitamin C.

Sumário

1. INTRODUÇÃO	9
2. OBJETIVOS	11
2.1. Geral:	11
2.2. Específicos:.....	11
3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	12
3.1 Espécies vegetais amazônicas dentro do mercado industrial cosmético.....	12
3.2. Secagem por aspersão de extratos vegetais em equipamento <i>spray dryer</i>	13
3.3 <i>Myrciaria dubia</i>	14
3.3.1 Potencial antioxidante.....	15
4. METODOLOGIA	16
4.1 Matéria-prima vegetal	16
4.2 Obtenção e processamento	16
4.3 Caracterização físico-química da matéria-prima vegetal (MPV)	17
4.3.1 Determinação de teor de extrativos (BUNDESVEREINIGUNG, 1986)	17
4.3.2 Perda por dessecação (método gravimétrico) – (F. BRASILEIRA IV, 1988).....	18
4.3.3 Análise granulométrica – (F.BRASILEIRA V, 2010)	18
4.3.4 Determinação de cinzas totais (F. BRASILEIRA V, 2010)	19
4.3.5 Determinação de pH (F. BRASILEIRA V, 2010).....	20
4.3.6 Determinação do Resíduo seco (BUNDESVEREINIGUNG, 1986).....	20
4.3.7 Determinação da densidade (F. BASILEIRA V, 2010).....	21
4.4 Preparação do extrato fluido a partir da matéria-prima vegetal (MPV).....	22
4.5 Obtenção e caracterização do extrato seco por aspersão (ESA)	23
4.5.1 Avaliação das características macroscópicas (CARVALHO, 1997)	24
4.5.2 Umidade residual (F. BRASILEIRA V, 2010).....	24
4.5.3 Determinação do Ponto de fusão (F. BRASILEIRA V, 2010).....	24
5. RESULTADOS E DISCUSSÃO	25
5.1 Caracterização da Matéria-Prima Vegetal (MPV).....	25
5.1.2 Perda por dessecação (método gravimétrico) (F. BRASILEIRA IV, 1988).....	26
5.1.3 Análise granulométrica – (F.BRASILEIRA V, 2010)	26
5.1.4 Determinação de cinzas totais (F. BRASILEIRA V, 2010)	28

5.2 Caracterização da Solução Extrativa	28
5.2.1 Determinação de pH e da densidade (F. BRASILEIRA V, 2010).....	28
5.2.2 Determinação do Resíduo seco (BUNDESVEREINIGUNG, 1986)	28
5.3 Caracterização do extrato seco por aspensão (ESA)	29
5.3.1 Avaliação das características macroscópicas (CARVALHO, 1997).....	29
5.3.2 Umidade residual (F. BRASILEIRA V, 2010).....	29
5.3.4. Determinação do Ponto de fusão (F. BRASILEIRA V, 2010).....	29
CONCLUSÃO.....	31
REFERÊNCIAS	32
Cronograma de Atividades.....	35

1. INTRODUÇÃO

Recentemente uma fruta pequena e bastante azeda tem se destacado por suas ricas propriedades, a *Myrciaria dúbia*, popularmente conhecida como camu-camu, caçari ou araçá d'água.

A *Myrciaria dúbia* é um fruto nativo das várzeas amazônicas, cujos arbustos crescem as margens de rios e lagos de águas escuras e que se destaca por seu alto conteúdo em vitamina C, que é superior ao da acerola e 60 vezes superior ao da laranja. Essa fruta pertence à família das Myrtaceas, gênero *Myrciaria*. Este gênero não é muito estudado e pouco se sabe sobre a sua taxonomia.

Este fruto é arredondado, assemelha-se à jaboticaba (*MyrciariaI spp.*), e tem a casca resistente cuja cor varia de vermelho a violeta, quando está madura (ALVES, 2002). Além do ácido ascórbico, a polpa do camu-camu destaca-se por considerável concentração de potássio e cálcio (YUYAMA et al, 2003). Já a casca possui antocianinas, vitamina A e carotenóides (ZANATTA & MERCADANTE, 2007).

Um estudo realizado por CHIRINOS et al., 2010, mostra que a casca dos frutos de *Myrciaria dubia* oriundos do Peru apresenta compostos das famílias fenólicas flavan-3ol (catequina e seus derivados), derivados de ácido elágico, flavonóides (rutina e seus derivados) e flavononas (naringerina e derivados eriodictiol). Neste estudo o autor afirma que o potencial antioxidante do fruto de camu-camu não está relacionado somente ao seu conteúdo de ácido ascórbico, mas também aos seus compostos fenólicos, presentes na casca. NUNOMURA et al., 2006 em seu estudo sobre a avaliação da atividade antioxidante de *Myrciaria dúbia* concluiu que a maior atividade antioxidante dos frutos de camu-camu encontram-se nas sementes e não na polpa e que essa atividade não é devida ao ácido ascórbico.

Por ser uma fruta amazônica de ricas propriedades e que ainda é pouco utilizada, estudos e pesquisas que envolvam caracterização dessas partes vegetais se faz necessário, para que a partir dessas informações muitos produtos possam ser desenvolvidos através da incorporação do extrato seco a formulações farmacêuticas com atividade terapêutica, bem como novos e diversificados cosméticos.

Desta forma, a obtenção e estabelecimento dos parâmetros físico-químicos e de controle de qualidade dessa espécie em estudo, principalmente no que diz respeito ao aproveitamento das sementes e da casca que até o momento estão sendo descartadas é um passo essencial pra que futuros estudos possam ser viabilizados e estas matérias-primas possam ser utilizadas satisfatoriamente. Além do estabelecimento de parâmetros físico químico, a padronização do extrato seco também é de grande valor, uma vez que o extrato seco provenientes de soluções extrativas melhora as características tecnológicas dos produtos. A secagem por aspersão ou nebulização em equipamento *spray-dryer* tem sido indicada, por pesquisas em desenvolvimento tecnológico realizadas durante os últimos anos, como uma das técnicas mais importantes na produção de pós que podem ser incorporados em formulações de formas farmacêuticas. (BIRCHAL *et al.*, 2005; DE PAULA *et al.*, 1998; DE SOUZA *et al.*, 2000; LINDEN *et al.*, 2000).

Enfim, o aproveitamento da casca e da semente da espécie vegetal *Myrciaria dúbia* como fonte de matéria-prima para obtenção de fitoterápicos e produtos cosméticos foi o foco dessa pesquisa, uma vez que, a polpa dessa espécie já tem sido usada de forma ascendente pela indústria.

2. OBJETIVOS

2.1. Geral:

Estabelecer parâmetros para a avaliação da qualidade de matéria-prima vegetal a partir da casca e semente dos frutos de *Myrciaria dúbia*.

2.2. Específicos:

- Realizar a caracterização físico-química da matéria-prima vegetal (casca e sementes) de *Myrciaria dúbia* utilizando ensaios farmacopéicos e não-farmacopéicos.
- Obtenção de solução extrativa da casca e semente de *Myrciaria dúbia* pelo método de maceração hidroalcoólica por 24h, à temperatura de 37°C, sob agitação.
- Realizar ensaios de caracterização físico-química da solução extrativa obtida;
- Obter (a partir da solução extrativa) o extrato seco por aspensão (em equipamento *Spray dryer*) da casca e semente de *Myrciaria dubia*;
- Realizar alguns ensaios de caracterização físico-química no extrato seco da casca e da semente de *Myrciaria dúbia*.

3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

3.1 Espécies vegetais amazônicas dentro do mercado industrial cosmético.

Os frutos, folhas, cascas de caules e sementes, desde tempos antigos, tem sido um dos recursos que o homem tem utilizado, não apenas como fonte para a prevenção e cura das doenças, mais também como matéria-prima para o desenvolvimento de elixires, óleos e outros produtos de uso tópico que possam trazer uma melhoria, higiene e beleza para corpo, protegendo-o das agressões decorrentes da poluição, raios solares e até mesmo dos efeitos da senilidade. Como o elo homem-natureza ainda é bem forte, os holofotes se voltam ainda mais para produtos naturais sendo estes; alicerces para fabricação de fármacos e principalmente de cosméticos. (GURIB-FAKIM, 2006).

O setor industrial cosmético tem estado em ascensão nos últimos anos e uma das necessidades dessa indústria é a contínua pesquisa em toda cadeia produtiva, bem como inovações nos produtos. Estas empresas de cosméticos são uma das poucas que tem ficado à distância da crise financeira que tem afetado o mundo, se observarmos, por exemplo, as vendas da Natura Cosméticos, principal empresa brasileira no segmento, cresceram 18,6% em 2009 e atingiram R\$ 4,24 bilhões em faturamento, sobretudo nas áreas de Cosméticos e Fragrâncias e Higiene Pessoal. A empresa, que teve lucro líquido de R\$ 683,9 milhões (crescimento de 32,1% sobre o exercício anterior), anunciou investimentos R\$ 110 milhões em inovação em 2010, o que equivale a 2,6% da receita líquida. De acordo com Alessandro Carlucci, presidente da Natura, esse investimento inclui pesquisa básica, descoberta de novas fórmulas e fragrâncias e desenvolvimento de 113 novos produtos. A empresa O Boticário segue o

mesmo caminho de crescimento e investimentos. A indústria paranaense informou que seus investimentos chegaram a R\$ 85 milhões em 2010 com a ampliação da fábrica em São José dos Pinhais (PR), tudo isso para elevar a capacidade de produção em 40% nos próximos quatro anos. (CICLO DE CONHECIMENTO, 2010).

É indiscutível que o setor cosmético tem sido um excelente investimento, e como o foco está voltado para os produtos naturais, a Amazônia ganha um destaque a mais nesse ramo, uma vez que dispõe de uma flora extremamente rica e diversificada, na qual muitas de suas espécies ainda não foram estudadas. Algumas indústrias nacionais, como por exemplo, a Natura, tem investido maciçamente em produtos amazônicos em suas formulações, e conforme mais e mais espécies amazônicas forem sendo estudadas, mais chances haverá de se desenvolver produtos cosméticos utilizando esta vasta flora. Castanha - do - Brasil, Açaí, cupuaçu são algumas espécies do norte do país cujos produtos cosméticos fazem sucesso em todo território nacional, uma vez que apresentam inúmeras propriedades que chamam a atenção dos consumidores.

3.2. Secagem por aspersão de extratos vegetais em equipamento *spray dryer*

A matéria-prima utilizada para produção de fitoterápicos, em sua grande maioria, são os extratos secos vegetais, uma vez que estes apresentam inúmeras vantagens, destacando-se a sua estabilidade química, físico-química e microbiológica, a facilidade de padronização, maior concentração de ativos, além de poder dar origem a uma diversidade de formas farmacêuticas semi-sólidas e sólidas. Dentre os vários procedimentos de secagem existentes a secagem por

aspersão ou *spray dryer* tem uma posição de maior destaque. (OLIVEIRA; PETROVICK, 2010).

O principal objetivo da secagem de extratos vegetais é a retirada da água, visto que a mesma serve como um meio propício para reações químicas, fenômenos físicos e proliferação de micro-organismos decorrentes de contaminação (DE SOUZA *et al.*, 2006; RANKELL *et al.*, 2001; SANTOS, 2000).

A secagem por aspersão (também chamada de secagem por nebulização) consiste na transformação de líquidos de baixa ou alta viscosidade, até mesmo aqueles praticamente pastosos, em produto seco e pulverizado através de uma única operação. O líquido ou pasta são atomizados utilizando-se um sistema centrífugo ou de alta pressão, no qual as gotículas atomizadas entram em contato, imediatamente, com um fluxo de ar quente. A rápida evaporação permite manter baixa a temperatura do produto. A transferência de calor e de massa são realizadas pelo contato direto entre o gás quente e as gotículas dispersas. As partículas finas são separadas do gás em ciclones externos ou em mangas coletoras. (LINOYA *et al.*, 1991; MASTERS, 1976; MCCABE; SMITH, 1956; VAN'T LAND, 1991).

O extrato seco por aspersão é uma forma intermediária que pode ser utilizada para a produção de diferentes formas farmacêuticas apresentando como vantagens a facilidade de manuseio e maior estabilidade (LIBERMAN & LACHMAN, 1989; SHAH *et al.*, 1996; VOIGT, 2000).

3.3 *Myrciaria dubia*

A *Myrciaria dúbia* popularmente conhecida como camu-camu, caçari e arará-d'água, é uma espécie frutífera que ocorre espontaneamente nas margens de rios e lagos de águas escuras da região Amazônica, como Amazonas, Pará, bem

como entre as regiões oriental do Peru (FERREIRA & GENTIL, 2003). A planta apresenta-se como um arbusto de médio porte, podendo desenvolver-se em terra firme ou em áreas de várzeas. O fruto é arredondado, parecido com à jaboticaba (*Myrciaria* spp.), a casca é resistente e sua cor varia de vermelho a violeta, quando está madura (ALVES, 2002). Dentro do fruto encontramos as sementes que são tem um formato reniforme e pêlos aderidos sobre a superfície. Dentro de cada fruto podemos encontrar de 2 a quatro sementes. O camu-camu é muito conhecido como isca de peixes como o tambaqui, matrinxã e pacu, comumente encontrados nas regiões amazônicas.



saudecurapelosalimentos.blogspot.com

3.3.1 Potencial antioxidante

A *Myrciaria dúbia* é uma espécie riquíssima em vitamina C e destaca-se por apresentar um elevado teor dessa vitamina sobrepujando a laranja, o limão e até mesmo a acerola. A polpa tem uma quantidade significativa de ácido ascórbico, o que levou a maioria dos estudos a focalizarem nessa parte do fruto e fez com que a indústria de alimentos, cosmética e farmacêutica a concentrassem os

olhos nessa espécie (YUYAMA *et al*, 2002). No entanto, estudos recentes revelam que o poder antioxidante da *Myrciaria dúbia* não se deve apenas a presença da vitamina C, mas também à presença de compostos fenólicos como flavononas, flavonoides, catequinas e ácido elágico, os quais são encontrados na casca e na semente desse fruto (CHIRINOS *et al.*, 2010). Assim, pode-se verificar que esse fruto é extremamente rico quanto ao potencial antioxidativo, visto que todas as partes que compõem o fruto apresentam teores significativos de substâncias antioxidantes diversas.

4. METODOLOGIA

4.1 Matéria-prima vegetal

Casca e sementes da espécie vegetal *Myrciaria dúbia*.

4.2 Obtenção e processamento

As sementes e cascas de *Myrciaria dúbia* foram obtidas do INPA, através do professor Evandro de Araújo Silva. As sementes e casca colocadas pra secar à temperatura ambiente por aproximadamente 1h pra retirada do excesso de água e depois foram transferidas, separadamente, para estufa de circulação de ar forçado à $40\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ por 5 dias.

Após secagem em estufa, as cascas e sementes, foram submetidas à moagem em moinho de facas. Após foram armazenadas em potes e guardadas em ambiente seco e afastado da exposição contínua à luz.



solabcientifica.com.br

FIGURA 1. Moinho de facas.

4.3 Caracterização físico-química da matéria-prima vegetal (MPV)

A caracterização é importante para se fazer o controle de qualidade da matéria-prima vegetal quanto aos seus aspectos físicos, químicos e microbiológicos. A caracterização da MPV foi realizada de acordo com as seguintes análises:

4.3.1 Determinação de teor de extrativos (BUNDESVEREINIGUNG, 1986)

Este ensaio mostra a quantidade de substâncias extraíveis em determinado solvente (OLIVEIRA, 2001).

- Técnica

Cerca de 1g de matéria-prima vegetal foi adicionado em 100 ml de água destilada. O sistema foi pesado e colocado sob decocção por 10 minutos. Após resfriamento, reconstituiu-se o peso do sistema inicial com adição de água destilada. Então, o sistema foi filtrado desprezando-se os primeiros 20 ml. Uma alíquota de 20 ml do filtrado foi colocado em pesa-filtro, previamente tarado, e levado para banho- maria

até secagem, após isto o pesa-filtro foi colocado em estufa a 105°C até peso constante, calculando-se o teor de sólidos. O ensaio foi realizado em quadruplicata.

4.3.2 Perda por dessecação (método gravimétrico) – (F. BRASILEIRA IV, 1988)

Este ensaio determina a quantidade de substância volátil de qualquer natureza que é eliminada nas condições especificadas na monografia. A presença de água leva ao desenvolvimento microrganismos, insetos e hidrólise ocasionando a degradação dos constituintes da droga vegetal. A faixa de umidade ideal para esse teste é de 8 a 14%.

- Técnica

Pesou-se cerca de 0,5 g de droga vegetal em pesa-filtros previamente tarados. Agitou-se os pesa-filtros com amostra brandamente para distribuir a amostra da maneira mais uniforme possível. Colocou-se os pesa-filtros na estufa, retirou-se a tampa, deixando a mesma dentro da estufa. Secou-se a amostra a 105°C por 2 horas. Posteriormente, os pesa-filtros foram resfriados em dessecador por 20 minutos e pesados. Repetiu-se este procedimento até que se chegasse a peso constante, porém com intervalos de 1 hora. Esse teste foi realizado em quadruplicata.

4.3.3 Análise granulométrica – (F.BRASILEIRA V, 2010)

Avalia as partículas sólidas com diferentes dimensões (PRISTA et al, 1992).

- Técnica

Pesou-se cerca de 25 g de matéria-prima vegetal (casca e semente de Myrciaria dúbia), após pesados, são submetidos à passagem através de tamises,

previamente tarados, com abertura de malha de 1; 0,850; 0,710; 0,600; 0,500; 0,425; 0,355; 0,250 mm. A tamisação foi realizada a 60 vibrações por segundo durante 15 minutos. As frações retidas nos tamises e coletor foram pesados e os dados analisados por método gráfico, a fim de se obter o diâmetro médio de partículas. Os resultados expressam média de três determinações.



FIGURA 2. Tamisador

4.3.4 Determinação de cinzas totais (F. BRASILEIRA V, 2010)

O ensaio de cinzas totais tem a finalidade de determinar a quantidade de substâncias residual não-volátil no processo de incineração. A parte orgânica durante o processo de incineração é transformado em CO₂ restando apenas a parte inorgânica, que é formada pelos constituintes das plantas (cinzas fisiológicas) e material estranho (cinzas não fisiológicas). Sendo assim, o teor de cinzas mostra o cuidado na preparação e armazenamento da planta, bem como a adulteração (como por exemplo: adição de areia e/ou terra), condições de cultivo (como o uso de fertilizantes).

- Técnica

- Pesou-se cerca de 1g da amostra em cadinhos, previamente tarados. As amostras foram incineradas em mufla a 450 °C até que todo carvão fosse eliminado, em seguida os cadinhos foram resfriados em dessecador e pesados. Calculou-se a porcentagem de cinzas em relação à droga seca ao ar. A análise foi realizada em triplicata.

4.3.5 Determinação de pH (F. BRASILEIRA V, 2010)

A determinação potenciométrica do pH é feita pela medida da diferença de potencial entre dois eletrodos adequados, imersos na solução exame. Um desses eletrodos é sensível aos íons hidrogênio, e o outro eletrodo é o eletrodo de referência, de potencial constante.

- Técnica

Retirou-se o béquer contendo solução de KCl na qual estará mergulhado o eletrodo quando o medidor não está em uso; lavou-se o eletrodo com jatos de água destilada e enxugou-se com papel de filtro. Imergiu-se o eletrodo em solução tampão de referência, ajustou-se o valor de pH mediante o valor tabelado e de calibração. Depois lavou-se o eletrodo com várias porções da segunda solução tampão de referência, imergiu-se o eletrodo e verificou-se o valor de pH registrado. Depois lavou-se o eletrodo e o mesmo foi imerso na solução amostra para a aferição do pH.

4.3.6 Determinação do Resíduo seco (BUNDESVEREINIGUNG, 1986)

Este ensaio consiste na determinação do rendimento teórico do extrato seco por aspersão.

- Técnica

Uma alíquota de 20 ml de solução extrativa, exatamente pesada em pesa-filtro, previamente tarado, foi levada a banho-maria até secura total, após isto, o pesa-filtro contendo o resíduo sólido, foi levado à estufa a $105\pm 2^{\circ}\text{C}$ até peso constante. O ensaio foi realizado em triplicata.

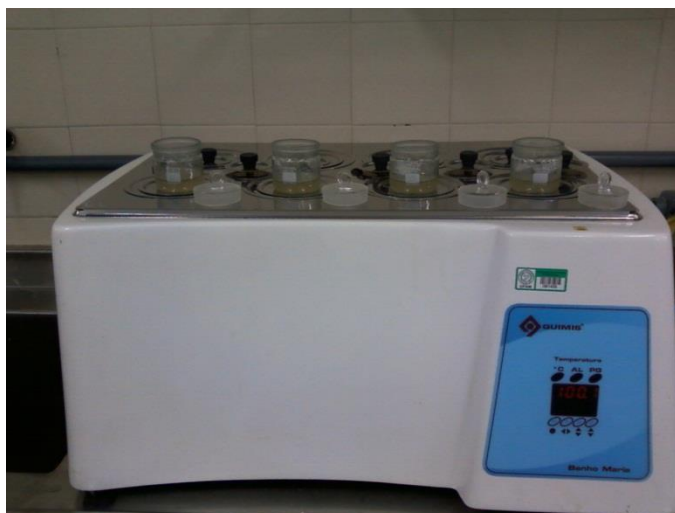


FIGURA 3. Banho-Maria com pesa-filtro em processo de secagem do extrato hidroalcoólico.

4.3.7 Determinação da densidade (F. BASILEIRA V, 2010)

A densidade de massa de uma substância é a razão de sua massa por seu volume a 20° . A densidade de massa da substância em uma determinada temperatura é calculada a partir de sua densidade relativa. A densidade relativa de uma substância é a razão de sua massa pela massa de igual volume de água, ambas a 20°C ou por massa de igual volume de água a 4°C .

- Técnica

Método do picnômetro: utilizou-se um picnômetro limpo e seco, com capacidade para 25 mL que foi previamente calibrado. Transferiu-se a amostra para o picnômetro, removeu-se o excesso da substância e fez-se a pesagem. Depois obteve-se o peso da

amostra através da diferença da massa do picnômetro cheio e vazio. Calculou-se a densidade relativa determinando a razão entre a massa da amostra líquida e a massa da água.



FIGURA 4. Picnômetro contendo extrato fluido

4.4 Preparação do extrato fluido a partir da matéria-prima vegetal (MPV)

O extrato fluido foi elaborado a partir da MPV da casca e da semente da espécie *Myrciaria dúbia*. Os dois extratos são do tipo hidroalcolico a 20%, e foram submetidos à maceração por 24h, sob agitação, à temperatura de 36°C.



FIGURA 5. Extratos hidroalcolico no banho-maria



FIGURA 6. Extratos hidroalcolicos após maceração por 24h.



FIGURA 7. Extrato hidroalcoólico da casca de *Myrciaria dubia* em filtragem à vácuo.



FIGURA 8. Extratos hidroalcoólicos da semente (A) e da casca (B) da espécie *Myrciaria dubia* após filtragem à vácuo pronto já para ir ao *spray dryer* (Secagem por aspersão)

4.5 Obtenção e caracterização do extrato seco por aspersão (ESA)

O extrato foi obtido através da secagem por aspersão do extrato hidroalcoólico produzido a partir da casca e da semente da espécie vegetal *Myrciaria dubia* em equipamento *Spray dryer*. O extrato que foi levado à secagem por aspersão passou por maceração durante 24h, após passou por filtragem comum e por último a uma filtragem à vácuo. A secagem do extrato fluido até extrato seco durou aproximadamente 2h, para cada extrato.



FIGURA 9. Extrato hidroalcoólico da semente da espécie vegetal *Myrciaria dubia* passando por secagem por aspersão em equipamento *spray dryer*.

4.5.1 Avaliação das características macroscópicas (CARVALHO, 1997)

As características macroscópicas foram avaliadas pela observação visual da cor e aspecto do produto.

4.5.2 Umidade residual (F. BRASILEIRA V, 2010)

A umidade residual foi determinada por método gravimétrico (descrito anteriormente), utilizando-se estufa a 105 °C.

4.5.3 Determinação do Ponto de fusão (F. BRASILEIRA V, 2010)

Esse ensaio consiste em determinar a temperatura ou ponto de fusão de uma substância, isto é, a temperatura na qual a substância se encontra completamente fundida.

- Técnica:

Utilizou-se um aparelho para ponto de fusão modelo plus iii 110v. Este equipamento é projetado para determinação do ponto de fusão de 3 amostras

simultâneas por aquecimento a seco. As amostras foram colocadas em capilares de vidro e aquecidas; em seguida, observou-se o momento da fusão através da lupa e realizou-se a leitura da temperatura no termômetro.

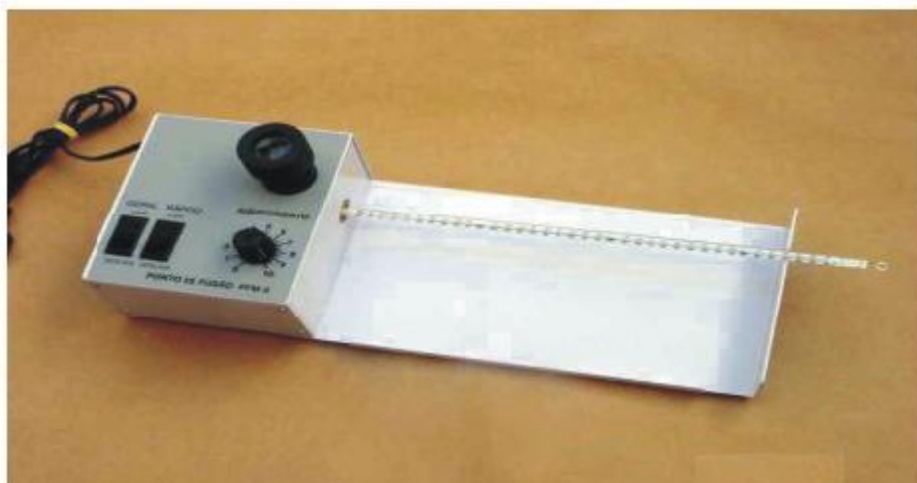


FIGURA 10. Equipamento para aferir o ponto de fusão.

5. RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.1 Caracterização da Matéria-Prima Vegetal (MPV)

5.1.1 Determinação do Teor de Extrativos (BUNDESVEREINIGUNG, 1986)

Nessa pesquisa, o Teor de Extrativo foi empregado exclusivamente como um ensaio auxiliar na caracterização físico-química da droga vegetal visto que essas características também fazem parte dos parâmetros de qualidade da matéria-prima vegetal (OLIVEIRA *et al.*, 1991). A casca revelou uma média de teor de extrativos de 28,4% ($X \pm 1,4$), e desvio-padrão de $\pm 0,4$, enquanto a semente revelou uma média de 27,9 ($X \pm 0,5$) com desvio-padrão $\pm 0,15$. De acordo com esses resultados verifica-se que houve uma boa extração. Teste realizado em quadruplicata.

5.1.2 Perda por dessecação (método gravimétrico) (F. BRASILEIRA IV, 1988)

No teste de perda por dessecação a casca apresentou uma média de 9,4% ($X \pm 3,1$) e a semente de 8,8% ($X \pm 3,7$), ambas com desvio-padrão de $\pm 0,3$.

Pode-se observar que os valores obtidos para a perda por dessecação se encontram dentro dos limites estabelecidos pela farmacopeia, para drogas vegetais, que variam de 8 a 14% de umidade para a droga seca (FARIAS, 2002). Observando-se do ponto de vista tecnológico e de produção, este resultado é de grande relevância para assegurar a estabilidade microbiológica e química da formulação fitoterápica, visto que, os teores de umidade acima do especificado levam a proliferação de bactérias e fungos, bem como, possíveis degradações de substâncias químicas por processos de hidrólise mesmo à curto prazo (NUNES *et al.*, 2009). Teste foi realizado em quadruplicata.

5.1.3 Análise granulométrica – (F.BRASILEIRA V, 2010)

Como pode ser observado na Figura 1 e 2, a análise granulométrica da MPV demonstrou que o tamanho médio das partículas no que se refere à casca, ficou na faixa de 850-712 μm , enquanto que para a semente a faixa granulométrica ficou $> 1000\mu\text{m}$. Esse é um parâmetro importante, visto que, quanto menor o tamanho de partícula maior é a área de superfície, facilitando assim, o processo extrativo. Nesse caso, os tamanhos das partículas ficaram numa faixa granulométrica elevada, levando a uma superfície de contato baixa, logo a uma redução no processo extrativo. O teste foi realizado em triplicata.

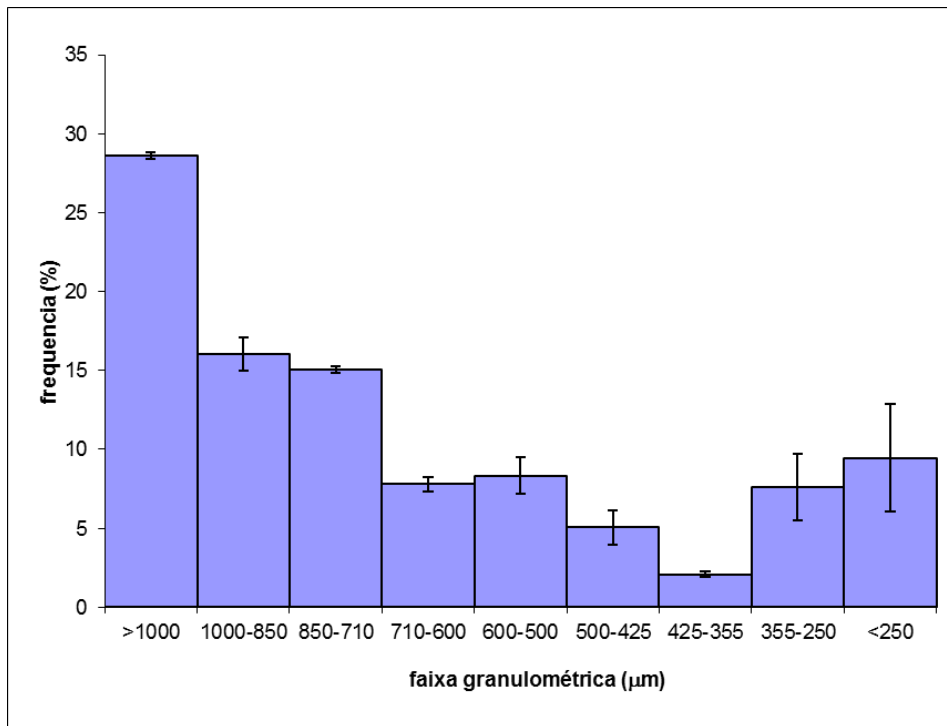


FIGURA 11. Histograma de faixa granulométrica da semente de *Myrciaria dúbia* (MPV)

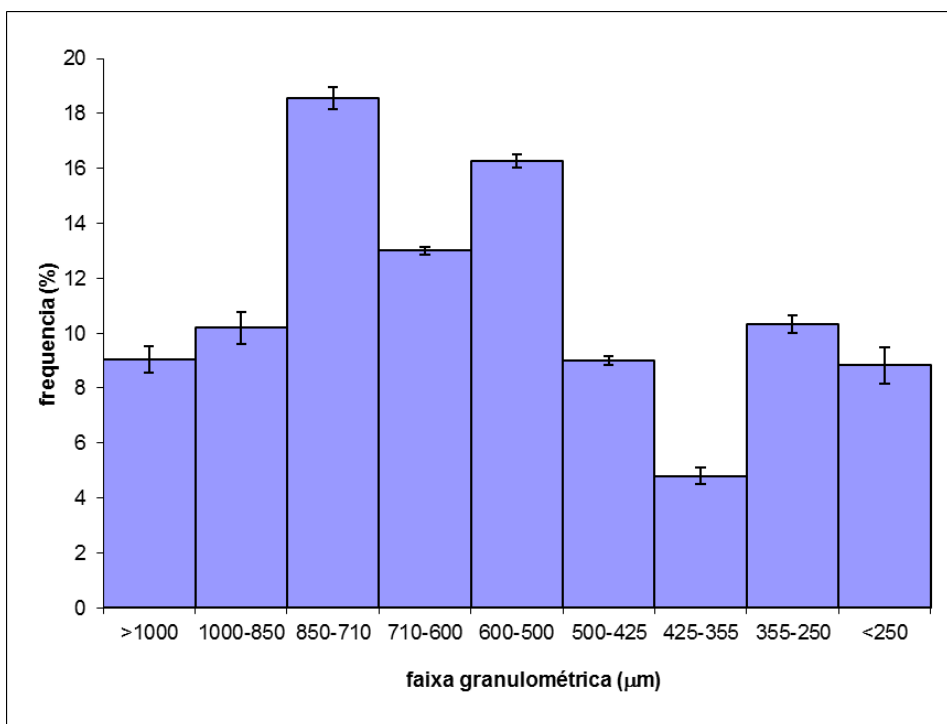


FIGURA 12. Histograma de faixa granulométrica da casca de *Myrciaria dúbia* (MPV)

5.1.4 Determinação de cinzas totais (F. BRASILEIRA V, 2010)

Os resultados encontrados na determinação do teor de cinzas totais foram de 0,34% com desvio-padrão de $\pm 0,06$ para as sementes e de 0,5% com desvio-padrão de $\pm 0,07$ para a casca, os valores se encontram abaixo de 5% e esses resultados demonstram que o teor de minerais não é muito elevado. Teste realizado em triplicada.

5.2 Caracterização da Solução Extrativa

5.2.1 Determinação de pH e da densidade (F. BRASILEIRA V, 2010)

A densidade relativa do extrato foi de 0,98g/ml para a casca, e para semente de 0,97g/ml. Enquanto a densidade específica foi de 0,97g/ml para a casca e 0,98g/ml para a semente. Esses valores demonstram que os extratos hidroalcolólicos tanto da casca quanto da semente estão com densidade um pouco abaixo da densidade da água por tratar-se de um extrato fluido que não possui elevada viscosidade. Por ser um ensaio farmacopeico, este é importante para substâncias líquidas e semi-sólidas uma vez que ajuda na projeção de novas formulações farmacêuticas e/ou cosméticas.

Já o pH foi de 3,94 ($X \pm 0,001$) e desvio de $\pm 0,005$ para o extrato da casca e de 3,74 ($X \pm 0,001$) e desvio de $\pm 0,005$ para o da semente, demonstrando um caráter ácido. Este ensaio é de fundamental importância para as futuras formulações a serem desenvolvidas a partir do extrato da espécie *Myrciaria dubia*, onde as faixas de pH das formulações serão definidas a partir desse valor encontrado. O teste foi realizado em triplicata.

5.2.2 Determinação do Resíduo seco (BUNDESVEREINIGUNG, 1986)

No teste de resíduo seco a casca apresentou uma média de 0,47% ($X \pm 0,62$) e desvio de $\pm 0,002$, e o rendimento foi de 45,5%. Já para a semente a média foi de 0,88% ($X \pm 0,89$) e desvio de $\pm 0,007$, e o rendimento foi de 24,62%. Observa-se que o rendimento foi baixo para ambos extratos, e comparando-se um com o outro, o extrato da casca demonstrou melhor rendimento. Provavelmente o extrato hidroalcolólico dentro

das condições especificadas para sua obtenção influenciou para o baixo rendimento. O teste foi realizado em quadruplicata.

5.3 Caracterização do extrato seco por aspersão (ESA)

5.3.1 Avaliação das características macroscópicas (CARVALHO, 1997)

O extrato seco da casca e da semente da espécie *Myrciaria dúbia* apresenta uma coloração pêssego-clara, de aspecto opaco. O pó é fino e de característica muito higroscópica.

5.3.2 Umidade residual (F. BRASILEIRA V, 2010)

A umidade residual foi determinada por método gravimétrico (já descrito anteriormente), utilizando-se estufa a 105 °C. No teste de umidade residual do extrato seco da casca obteve-se uma média de 12,4% ($X \pm 1,3$) e desvio de $\pm 0,16$. Já para a semente a média foi de 10,7% ($X \pm 3,7$) e desvio de $\pm 0,39$. O valor de referência para umidade residual é de no máximo 5%, e pode-se observar que ambos extratos deram um valor bem acima do que deveriam, e como o coeficiente de variação está dentro do padrão, isso demonstra não haver erro na técnica realizada, provavelmente esse resultado seja devido a acentuada característica higroscópica dos extratos. O teste foi realizado em quadruplicata.

5.3.4. Determinação do Ponto de fusão (F. BRASILEIRA V, 2010)

O ponto de fusão do extrato seco da casca foi de 95°C ($X \pm 0,02$) com desvio de $\pm 2,3$ para a temperatura de início de fusão, enquanto que a temperatura final de fusão foi de 104°C ($X \pm 0,02$) com desvio de $\pm 1,15$; obtendo-se dessa forma uma faixa de fusão que varia de 95°C à 104°C . Já para o extrato seco da semente a temperatura de início de fusão foi de 97°C ($X \pm 0,01$) com desvio de ± 1 e a temperatura final de fusão foi de $107,5^{\circ}\text{C}$ ($X \pm 0,01$) com desvio de $\pm 2,08$; sendo portanto a faixa de fusão de 97°C a $107,5^{\circ}\text{C}$.

CONCLUSÃO

A partir dos dados obtidos dos testes de qualidade, pode-se verificar que estes foram satisfatórios e com bons resultados, mas vale ressaltar que cabe a realização de estudos com variações de relação droga-solvente para obtenção dos extratos fluidos, bem como uma otimização do método extrativo a fim de se melhorar o rendimento do extrato seco.

Sendo assim, com esse estudo, conclui-se que as matérias-primas vegetais tanto da casca quanto da semente da espécie vegetal *Myrciaria dubia* representam uma perspectiva na indústria farmacêutica e cosmética uma vez que, a obtenção do produto seco por aspensão poderá ser incorporado a formas farmacêuticas e cosméticas.

REFERÊNCIAS

ALVES, Ricardo Elesbão; FILGUEIRAS, Heloisa Almeida Cunha; MOURA, Carlos Farley Hebster; ARAÚJO, Nágela Cristina Costa; ALMEIDA, Adriano Silva. Camu-Camu (*Myrciaria dubia* Mc Vaugh): A Rich Natural Source of Vitamin C. Proc. Interamer. Soc. Trop. Hort. n°46, 11-13, October 2002.

BÖHME, H.; HARTKE, K. (Hrsg.). *Europäisches Arzneibuch, Band I und II, Kommentar*. Stuttgart: Wissenschaftliche, p.1114-1118, 1976.

BRASIL 2004. Ministério da Saúde, Agência Nacional de Vigilância Sanitária. RDC n° 48 de 16 de março de 2004. Dispõe sobre o registro de medicamentos fitoterápicos. *Diário Oficial*, Brasília, 18 mar.

ÇELIK, M. The Past, Present, and Future of Tableting Technology. *Drug Development and Industrial Pharmacy*, v. 22, n. 1, p. 1-10, 1996.

CHIRINOS, R.; GALARZA, Jorge; BETALLELUZ-PALLARDEL, Indira; PEDRESCHI, Romina, CAMPOS, David. Antioxidant Compounds and Antioxidant Capacity of Peruvian Camu-camu (*Myrciaria dubia* (H.B.K.) (McVaugh) Fruit at Different Maturity Stages. *Food Chemistry*, 2010.

COSTA, R.S.; OZELA, E. F.; BARBOSA, W.L.R.; PEREIRA, N.L.; SILVA JÚNIOR, J.O. Caracterização física, química e físico-química do extrato seco por nebulização (spray srying) de *Cynara scolymus* L. (Asteraceae) *Revista Brasileira de Farmácia* 90 (30): 169-174, 2009.

DE PAULA, I.C.; ORTEGA, G.G.; BASSANI, V.L.; PETROVICK, P.R. Desenvolvimento of ointment formulations prepared *Achyrocline satureoides* spray-dried extracts. *Drug Development Industrial Pharmacy*. v.24, p. 235-241, 1998.

DE SOUZA, T.P.; GONZÁLEZ ORTEGA, G.; BASSANI, V.L.; PETROVICK, P.R. Avaliação da viabilidade de compressão direta de formulações contendo alto teor de

produto seco nebulizado de *Maytenus ilicifolia*. *Acta Farmacéutica Bonaerense*, v. 19, n. 2, p. 53-60, 2000.

FARMACOPÉIA BRASILEIRA. 4. ed., São Paulo: Atheneu, 1988.

FARMACOPÉIA BRASILEIRA. 5 ed., São Paulo, 2010.

HASHIMOTO, G. (ed.): *Illustrated Cyclopedia of Brazilian Medicinal Plants*. Aboc-Sha, Kamakura, p. 646, 1996.

LINDEN, R.; GONZÁLEZ ORTEGA, G.; PETROVICK, P.R.; BASSANI, V.L. Response Surface Analysis Applied to the Preparation of Tablets Containing a High Concentration of Vegetable Spray-Dried Extract. *Drug Development and Industrial Pharmacy*, v. 26, n. 4, p. 441-446, 2000.

LORENZI, H., *Árvores Brasileiras: manual de identificação e cultivo de plantas arbóreas e nativas do Brasil*. 4 ed., v.1, Nova Odessa: Instituto Plantarum de Estudos da Flora, 2002, p.162.

OLIVEIRA, O.W; PETROVICK, P.R. Secagem por aspersão(*spray dryer*) de extratos vegetais: bases e aplicações. *Revista Brasileira de Farmacognosia*, Curitiba, v.20, n.04, s.p, Ago./Set. 2010.

PENNA, J.F.M. *Dicionário Brasileiro de Plantas Medicinais*. 3 ed. Rio de Janeiro: Komos, 1964.

YUNES, R.A.; PEDROSA, R.C.; FILHO, V.C. Fármacos e Fitoterápicos: A necessidade do desenvolvimento da indústria de fitoterápicos e fitofármacos no Brasil. *Química Nova*. v.24, n.1, p. 147-152, 2001.

ZANATTA, Cinthia Fernanda; MERCADANTE, Adriana Z. Carotenoid composition from the Brazilian tropical fruit camu–camu (*Myrciaria dubia*). *Food Chemistry*, vol. 101, 1526–1532, 2007

Cronograma de Atividades

Nº	Descrição	Ago 201 0	Set	Out	Nov	Dez	Jan 201 1	Fev	Mar	Abr	Mai	Jun	Jul
01	Levantamento bibliográfico	X	X	X	x	X	x	x	x	x	X	x	X
02	Coleta e identificação de matéria prima vegetal		X	X	x	x							
03	Caracterização das matérias primas vegetais (casca e sementes) – Parte I						x						
04	Caracterização das matérias primas vegetais (casca e sementes) – Parte II						x	x					
05	Preparação do relatório parcial						x						
06	Obtenção de extratos líquidos e ESA. Caracterização do extrato seco.						x	x	x	x	x		
07	Cálculos dos resultados obtidos nas técnicas da metodologia e Análise estatística dos dados										x	x	
08	Relatório final												x