

CARACTERIZAÇÃO QUÍMICA E TESTES PARA ABERTURA DE AMOSTRA PARA ANÁLISE DE Pb (CHUMBO) EM AMOSTRAS COMERCIAIS DE *Ilex paraguariensis* St Hill (ERVA-MATE).

Patrícia Parussolo Silveira¹; Daniel Bhoer²; Raphael Fernando Boiati³; Claudia Petronilho Ribeiro Morcelli⁴

Estudante do Curso de Farmácia ; e-mail: parussolosilveira@uol.com.br¹

Estudante do Curso de Farmácia; e-mail: janainamoura@gmail.com²

Professor da Universidade de Mogi das Cruzes: e-mail: raphael.boiati@hotmail.com³

Professora da Universidade de Mogi das Cruzes: e-mail: claudiaprm@umc.br⁴

Área do Conhecimento: Farmácia

Palavras-chave: Farmacognosia; metais; Erva-Mate; ICP-MS

INTRODUÇÃO

A *Ilex paraguariensis* St. Hill conhecida popularmente como Erva-Mate, é uma árvore nativa da América do Sul, cultivada no sul do Brasil, Argentina, Paraguai e Uruguai, possui grande importância econômica e cultural.(VIDOR & RUIZ., 2002).

O uso fitoterápico da erva mate é atribuído à ação farmacológica da cafeína, além de outros derivados purínicos e do ácido clorogênico, triterpenos e saponinas titerpênicas e, também em pequenas quantidades, óleos vegetais. (BRENELLI, 2003).

A produção e comercialização do produto no Brasil são regulamentadas pelo Ministério da Saúde, Divisão de Alimentos e os critérios de qualidade encontram-se fixados nas Portarias da Secretaria de Vigilância Sanitária.

Na composição da erva mate podemos encontrar elementos metálicos contaminantes, como o Cádmio e o Chumbo, quando inalados ou ingeridos em quantidades acima do especificado podem desencadear doenças (TAVARES, 2010). Esses elementos ou compostos perigosos, como dioxinas, pesticidas, metais e metaloides se acumulam ao longo da cadeia alimentar. O chumbo (Pb) é um dos contaminantes mais comuns do ambiente, sendo um elemento que possui efeitos tóxicos sobre os homens e animais, e sem nenhuma função fisiológica no organismo. (MOREIRA & MOREIRA, 2004).

No presente trabalho foi realizada a caracterização química de amostra comercial da erva mate e testes para abertura da amostra em meio ácido.

OBJETIVOS

Realizar análises físico-químicas farmacopéicas: Matéria orgânica estranha, perda por umidade (método gravimétrico), identificação de flavonoides e identificação de taninos com a finalidade de se verificar se os valores encontrados se encontram dentro dos valores recomendados para erva-mate na Farmacopeia Brasileira e realizar a abertura da amostra de erva-mate por via úmida visando determinar a concentração de chumbo através de ICP-MS (Espectrometria de Massa com fonte de Plasma induzido).

METODOLOGIA

O material utilizado para a avaliação foi adquirido comercialmente.

Foi realizada a amostragem e análises para avaliar a embalagem e a rotulagem de acordo com a RDC-ANVISA Portaria nº 234, de 25 de março de 1998, itens 7, 11 e 13 respectivamente.



FIGURA 1 – Amostragem Erva Mate

A identificação dos flavonoides e taninos foi realizada de acordo com o procedimento descrito na RDC 10/2010.

Na identificação química dos flavonoides, foram pesados 1g da erva-mate e adicionado 20 ml de etanol a 50%, a solução foi aquecida até ebulição e após resfriamento, foi filtrada por algodão e distribuída igualmente em 3 tubos de ensaios, um dos tubos foi usado como branco. No tubo 2, foi realizada a reação com Cloreto Férrico, adicionou-se a solução hidroalcoólica, 3 gotas de Cloreto Férrico a 4,5%. Na presença de flavonoides, a coloração pode variar do verde ao violeta, de acordo com o tipo de composto flavonóidico existente. No tubo 3, foi realizada a reação com hidróxido de sódio, adicionou-se 3 gotas de hidróxido de sódio a 5% na solução.

A identificação química dos taninos foi realizada por dois testes.

No teste 1 para identificação química dos taninos pesou-se cerca de 5 g da erva-mate em pó aos quais se adicionaram 100 ml de água destilada e realizada decocção 15 minutos. Após a fervura a solução foi filtrada em algodão. Após o resfriamento realizou-se os testes para identificação, juntamente com uma amostra padrão positiva (barbatimão). Foram numerados 4 tubos de ensaio. No tubo 1 adicionou-se 2 ml da extração da erva-mate, 2 gotas de HCl diluído (1N) e 3 gotas de gelatina a 2%. No tubo 2 adicionou-se 2 ml da extração da erva-mate, 3 ml de água destilada e 2 gotas de $FeCl_3$ a 1% em metanol. No tubo 3 adicionou-se 2 ml da extração da erva-mate, 2 ml da solução de ácido acético a 10% e 2 ml da solução de acetato de chumbo a 10%. No tubo 4 adicionou-se 4 ml da extração da erva-mate.

No teste 2 para identificação química dos taninos pesou-se cerca de 2g da erva-mate em pó, adicionou-se 50 ml de água destilada e foi realizada a decocção por 3 minutos. Após a fervura a solução foi filtrada em algodão. Após o resfriamento realizou-se os testes para identificação, juntamente com uma amostra padrão positiva (barbatimão).

Para esse teste foram utilizados 4 tubos de ensaio. No tubo 1 adicionou-se 2 ml da extração da erva-mate. Sendo esse o tubo branco. No tubo 2 adicionou-se 2 ml da extração da erva-mate e 3 gotas de solução de gelatina a 2%. No tubo 3 adicionou-se 2 ml da extração da erva-mate e 2 gotas de cloreto férrico a 2%. No tubo 4 adicionou-se 2 ml da extração da erva-mate, 2 gotas de cloreto férrico a 2% e 2 gotas de ácido acético a 10%.

Para a abertura da amostra comercial da erva mate, a amostra de erva mate foi colocada em um Becker de 250 ml, secada em estufa por cerca de 12 horas a uma temperatura de 110° C. Transferiu-se a amostra para um dissecador até esfriar e a mesma foi armazenada em saco de polietileno. Foram pesadas amostras de 20g em balança semi-analítica, a amostra foi calcinada em uma Mufla a 500° C por 8 horas, começando em 100° C e aumentando 100° C a cada 30 minutos até chegar a temperatura de 500°C. As amostras após calcinação foram submetidas a ensaios com adição de ácido nítrico, ácido nítrico e peróxido de hidrogênio e água régia.



FIGURA 2 – Erva Mate :Amostra A - in Natura, Amostra B - dissecada, Amostra C - calcinada

RESULTADOS E DISCUSSÃO

Na rotulagem foram identificadas irregularidades como a não especificação de quantidades máxima e mínima de cada parte utilizada e a não especificação de instruções de uso.

No quarteamento em 26,180g da erva-mate, encontramos 5,154g de impurezas, o que corresponde a cerca de 19,7% de impurezas, sendo 2,2% o valor máximo recomendado pela Farmacopeia Brasileira.

A identificação dos flavonoides foi positiva. Na reação com Cloreto Férrico, tubo 2, verificou-se a presença da cor VERDE ESCURA, o que indica a presença FLAVONAS. Na reação de Hidróxido de Sódio, tubo 3 verificou-se a presença de cor AMARELA, indicando o a presença de FLAVONOL.

A identificação de taninos foi positiva nos testes 1 e 2

TESTE 1 :No tubo 1 ocorreu a precipitação sendo o teste positivo para TANINOS. No tubo 2 formou-se a cor verde indicando o teste ser positivo para TANINOS CONDENSADOS. No tubo 3 houve a formação de um precipitado esbranquiçado – teste positivo para TANINOS HIDROSOLÚVEIS.filtrado.

TESTE 2: No tubo de 2, ocorreu a precipitação – sendo positivo para TANINOS. No tubo 3, observou-se uma coloração verde escura, com precipitação – sendo o teste positivo para TANINOS CONDENSADOS. No tubo 4 observou-se a coloração verde escura com uma precipitação maior.

Para a abertura da amostra de erva mate visando utilizar a amostra solubilizada para análise por ICP-MS foram realizados ensaios com adição ácido nítrico, ácido nítrico e peróxido de hidrogênio e água régia. Os testes não foram satisfatórios pois não foi possível, nas condições utilizadas, a solubilização da amostra nos meios utilizados.

CONCLUSÕES

Na caracterização química da erva-mate analisada foi possível identificar a presença de flavonoides, flavonas, taninos hidrossolúveis e taninos condensados através dos ensaios realizados. Os testes realizados para solubilização da amostra de erva mate calcinada com posterior fusão ácida, visando utilização do solubilizado para análise de Pb, por ICP-MS, não foram satisfatórios nas condições utilizadas, sendo necessário para este fim utilizar-se por exemplo, abertura da amostra via Forno de micro-ondas.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

BRENELLI, E.S. A extração de cafeína de bebidas estimulantes – Uma nova abordagem para um experimento clássico em química orgânica. *Quim. Nova*, Vol. 26, No. 1, 136-138, 2003

MOREIRA, F. R., MOREIRA, J. C., A Importância da Análise de Especificação do Chumbo em Plasma para a Avaliação dos Riscos à Saúde. *Quim. Nova*, Vol. 27, No. 2, 251-260, 2004

TAVARES, A.D. Determinação de Cádmio e Chumbo em Alimentos e Bebidas Industrializados por Espectrometria de Absorção Atômica com Atomização Eletrotérmica, Tese de Doutorado, Universidade Federal da Paraíba, 2010.

VIDOR, M. A, RUIZ, P.C.. Variabilidade genética em um ensaio de progênies de erva mate (*Ilex paraguariensis* St. Hil). *Ciência Rural*, v. 32, n. 4, 2002.