

OTIMIZAÇÃO DE TÉCNICAS DE EXTRAÇÃO DE SALICILATOS EM ESPÉCIES DO GÊNERO *Polygala* (POLYGALACEAE), OCORRENTE NO SEMI-ÁRIDO BAIANO

Carina Alvim Reis Souza¹; Hugo Neves Brandão²; José Luiz Carneiro da Rocha³

1. Bolsista PROBIC, Graduanda em Ciências Farmacêuticas, Universidade Estadual de Feira de Santana, e-mail: carialvim@hotmail.com
2. Professor Adjunto do Departamento de Saúde, Universidade Estadual de Feira de Santana, e-mail: hugo@uefs.br
3. Mestrando em Recursos Genéticos Vegetais, Universidade Estadual de Feira de Santana, e-mail: luiz_farmaco@hotmail.com

PALAVRAS-CHAVE: extração, *Polygala*, salicilato de metila

INTRODUÇÃO:

A obtenção de compostos biologicamente ativos envolve vários processos extrativos. A extração se constitui um dos processos centrais na produção industrial de fitomedicamentos (fitoterápicos e fitofármacos) e requer análises detalhadas das melhores condições de obtenção desses fitoderivados (HEINRICH, 2004).

Os processos relacionados à extração das biomoléculas abrangem, inicialmente uma investigação de fatores relacionados ao material vegetal, os quais podem refletir na eficiência da extração e no rendimento do ativo, como as características do material vegetal, o seu grau de divisão, o meio extrator (solvente) e a metodologia empregada (que se refere à agitação, à temperatura, ao método empregado e ao tempo do procedimento) (FALKENBERG; SANTOS; SIMÕES, 2001).

A importância medicinal de algumas espécies de *Polygala* é atribuída à presença de salicilato de metila (MARQUES, 1996 apud LÜDTKE; MIOTTO, 2008). Este metabólito é amplamente empregado como matéria-prima industrial, tendo a sua utilização em todo o mundo em torno de 10-100 toneladas ao ano (LAPCZYNSKI *et al*, 2007).

Este trabalho teve como objetivos: identificar o método mais adequado para extração de salicilato de metila em espécies do gênero *Polygala* ocorrentes no semi-árido baiano; contribuir para quimiosistemática deste gênero; subsidiar o desenvolvimento de estudos fitoquímicos e a realização de ensaios biológicos com espécies do gênero *Polygala*.

METODOLOGIA:

Os extratos vegetais foram preparados na proporção de 1g do material vegetal (raízes e partes aéreas de *Polygala decumbens*) para 10 mL do solvente extrator. A extração de salicilato de metila foi realizada por diferentes técnicas, entre estas: maceração, refluxo e ultrassom.

Primeiramente, utilizou-se o hexano como solvente extrator, para a comparação entre os rendimentos obtidos nos extratos realizados por cada técnica em estudo, determinando-se o tempo como variável de medida do processo extrativo: para ultrassom: raízes e partes aéreas (10 minutos e 30 minutos); para maceração: raízes e partes aéreas (1 dia e 3 dias); e para refluxo: raízes e partes aéreas (30 minutos e 1 hora).

Posteriormente à determinação do melhor tempo de rendimento de cada técnica, utilizou-se o solvente extrator (hexano, metanol e acetato de etila) como variável de medida na determinação do maior rendimento de salicilato de metila em cada técnica proposta.

Finalmente, foram realizados ensaios com os melhores parâmetros (tempo e solvente extrator) de cada técnica otimizada, separadamente, e comparou-se os rendimentos destes para selecionar o melhor método de extração de salicilato de metila de espécies do gênero *Polygala* e suas respectivas variáveis pré-determinadas.

Os extratos brutos de *P. decumbens* foram analisados quanto ao rendimento de salicilato de metila por Cromatografia a Líquidos de Alta Eficiência acoplada ao Detector de Arranjo de Diodos (CLAE-DAD), cujo protocolo de análise já se encontrava estabelecido por Rocha (2009).

RESULTADOS E DISCUSSÃO:

1. Otimização do tempo de extração de salicilato de metila de espécie de *P. decumbens* por ultrassom, maceração e refluxo

Os resultados, apresentados na Tabela 1, mostram que o melhor tempo de extração de salicilato de metila em partes aéreas de *P. decumbens* foi:

- Para ultrassom: 10 minutos.
- Para maceração: 01 dia.
- Para refluxo: 30 minutos, considerou-se que a diferença entre os valores obtidos das áreas dos picos nos ensaios realizados foram pouco significativas, optando-se por otimizar o menor tempo de extração.

Em relação às raízes:

- Para ultrassom: 30 minutos.
- Para maceração: 03 dias.
- Para refluxo: 30 minutos, também se considerou que a diferença entre os valores obtidos das áreas dos picos nos ensaios realizados foram pouco significativas, optando-se por otimizar o menor tempo de extração.

Assim, para ultrassom e maceração, o tempo necessário para promover melhor rendimento de salicilato de metila das partes aéreas foi significativamente menor do que o das raízes. Em relação à extração por refluxo, o tempo otimizado foi igual para ambos os fragmentos vegetais, o que deve ser levado em consideração a influência da elevação da temperatura na maior solubilidade dos compostos de interesse, o que é essencial ao processo extrativo do material vegetal, tornando a sua estrutura menos compacta.

Tabela 1: Áreas do pico de salicilato de metila obtidos nos processos de otimização do tempo de extração deste ativo, nas técnicas de ultrassom, maceração e refluxo.

Material vegetal	Área do pico (mAU) em relação à variação do tempo de extração					
	Ultrassom 10 minutos	Ultrassom 30 minutos	Maceração 1 dia	Maceração 3 dias	Refluxo 30 minutos	Refluxo 1 hora
Partes aéreas	35220	34017	47606	46856	28348	30589
Raízes	13761	36886	73944	86971	32075	32951

2. Otimização do solvente extrator nos processos de obtenção de salicilato de metila de *P. decumbens*, por ultrassom, maceração e refluxo

A partir dos dados da Tabela 2, pode-se inferir que para a técnica de ultrassom o solvente extrator mais adequado foi o hexano, tanto para as partes aéreas quanto para as raízes. O metanol e o acetato de etila não se mostraram solventes eficazes neste método de extração, uma vez que não se obteve áreas dos picos bem definidas.

Tabela 2: Áreas dos picos de salicilato de metila obtidos nos processos de otimização do solvente extrator mais adequado para a extração deste ativo, nas técnicas de ultrassom, maceração e refluxo.

Material vegetal	Área do pico (mAU) em relação à variação do solvente extrator *						
	Ultrassom hexano	Ultrassom metanol	Ultrassom Acetato de etila	Maceração hexano	Maceração metanol	Refluxo Hexano	Refluxo metanol
Partes aéreas	19228	ND**	ND	47606	77108	57445	29291
Raízes	26053	ND	ND	46090	17450	28620	59730

* utilizando os melhores parâmetros de tempo obtidos anteriormente

** ND= Não detectado

Em relação à otimização da técnica de maceração, no que se refere ao solvente extrator, observou-se que as áreas dos picos correspondentes aos processos extrativos, utilizando hexano e metanol, as áreas obtidas para partes aéreas foram superiores para o metanol e em relação às raízes para o hexano. No entanto, devido às características de toxicidade deste último solvente serem superiores ao do hexano, juntamente com a necessidade de aumentar o número de etapas operacionais, já que é necessário realizar uma partição líquido-líquido, após a obtenção do extrato bruto, devido aos potenciais danos à fase estacionária do CLAE-DAD provocadas pelo mesmo, aumentando o tempo e os custos operacionais, optou-se por adotar o hexano como o solvente mais adequado à extração de salicilato de metila de raízes e partes aéreas de *P. decumbens*.

Para refluxo, o metanol promoveu um rendimento de salicilato de metila superior aos processos extrativos que utilizaram hexano somente em raízes. No entanto, preferiu-se padronizar o hexano como solvente mais adequado utilizando a técnica de refluxo para a obtenção de salicilato de metila a partir de *Polygala decumbens*, devido às mesmas considerações anteriores.

3. Otimização do melhor método de extração de salicilato de metila de espécie de *P. decumbens*

Observou-se que a técnica de maceração apresentou um rendimento superior de salicilato de metila em relação à técnica de ultrassom e esta em relação à técnica de refluxo, através da utilização das partes aéreas como fonte vegetal do metabólito ativo de interesse. Em relação à utilização das raízes como fonte de salicilato de metila, os dados revelaram que

a técnica de refluxo foi a que promoveu um maior rendimento deste metabólito, seguida da técnica de ultrassom e depois da técnica de maceração, conforme a Tabela 3.

Tabela 3: Áreas do pico de salicilato de metila obtidos nos ensaios, utilizando-se os parâmetros de tempo e solvente extrator otimizados, nas técnicas analisadas

Material vegetal	Área do pico (mAU)					
	Ultrassom 10 minutos	Ultrassom 30 minutos	Maceração 1 dia	Maceração 3 dias	Refluxo 30 minutos	Refluxo 1 hora
Partes aéreas	50409	-----	60918	-----	40839	-----
Raízes	-----*	51584	-----	37229	55093	-----

*----- parâmetros não otimizados

CONSIDERAÇÕES FINAIS

Este trabalho demonstrou a interferência dos parâmetros tempo, técnica e solvente extrator no rendimento dos processos de extração de substâncias bioativas, consolidando a importância dos estudos preliminares das substâncias de interesse e das matérias-primas de origem na seleção das técnicas de extração e suas variáveis a serem consideradas.

A partir dos parâmetros de estudo otimizados, observou-se que a técnica de maceração apresentou um rendimento superior de salicilato de metila em relação à técnica de ultrassom e esta em relação à técnica de refluxo, através da utilização das partes aéreas como fonte vegetal do metabólito ativo de interesse. Em relação à utilização das raízes como fonte de salicilato de metila, os dados revelaram que a técnica de refluxo foi a que promoveu um maior rendimento deste metabólito, seguida da técnica de ultrassom e posteriormente, da técnica de maceração.

REFERÊNCIAS

FALKENBERG, M. B; SANTOS, R. I.; SIMÕES, C. M. O. Introdução a análise fitoquímica. In: SIMÕES, C. M. O. **Farmacognosia:** da planta ao medicamento. 3. ed. Porto Alegre: Florianópolis: Ed. da UFRGS, 2001. cap. 10.

HEINRICH, M. *et al.* **Fundamentals of Pharmacognosy and Phytotherapy.** Churchill Livingstone, 2004.

LAPCZYNSKI, A. *et al.* Fragrance material review on methyl salicylate. **Food and Chemical Toxicology**, 45, p. 428-452, 2007.

LÜDTKE, R.; MIOTO, S. T. S. A família Polygalaceae no Parque Estadual de Itapuã, Viamão, Rio Grande do Sul, Brasil. **Revista Brasileira de Biociências**, Porto Alegre, v. 6, n. 3, 2008. Disponível em: < <http://www6.ufrgs.br/seerbio/ojs/index.php/rbb/article/viewFile/928/823>>. Acesso em: 13 set. 2010.

ROCHA, J. L. C. **Validação de Metodologia Analítica para Quantificação de Salicilato de Metila por CLAE-DAD em Polygala decumbens (Polygalaceae) Ocorrente na Caatinga.** (Monografia de Graduação)- Universidade Estadual de Feira de Santana, Brasil, 2009.