

VIII Simpósio de Análise Térmica

Ponta Grossa, 13 a 15 de Agosto de 2017

Avaliação térmica de extratos liofilizados metanólico e aquoso de erva mate

Marcelo Lazzarotto¹, Simone Rosa da Silveira Lazzarotto², Carolina Maria da Silva Castro³,
Ivar Wendling¹

¹ Embrapa Florestas - Estrada da Ribeira, KM 111 - P.O. Box 319 - CEP 83.411-000 - Colombo, PR- Brasil;

² Universidade Estadual de Ponta Grossa - Av. Carlos Cavalcanti, 4748 - CEP 84.030-900 - Ponta Grossa - PR – Brasil,

³ Universidade Federal do Paraná - Av. Pref. Lothário Meissner, 632. 80210-170 - Curitiba - PR – Brasil.

marcelo.lazzarotto@embrapa.br

Palavras -chave:

Ilex paraguariensis,
TG-DTG, extração de
bioativos

RESUMO

A Erva Mate é uma fonte de diversas substâncias bioativas. Os processos de preparação de extratos de erva mate, usando diferentes solventes, podem priorizar a extração de determinados compostos. Este trabalho buscou avaliar termicamente extratos de erva mate liofilizados usando análise termogravimétrica - análise térmica diferencial (TG-DTA). As folhas usadas foram secas e trituradas. A preparação dos extratos foram realizadas a frio para o metanólico e a quente para o aquoso, com posterior liofilização das amostras. As análises térmicas ocorreram em atmosferas de nitrogênio e de ar sintético. Com os resultados pode-se observar que a composição dos extratos obtidos apresentam diferenças. Na curva TG-DTA dos extratos, usando atmosfera de nitrogênio, foram observados dois eventos. As curvas apresentaram perfis semelhantes, porém com uma perda maior de massa no evento de decomposição do extrato metanólico (62%) em comparação com o aquoso (41%). Esta maior perda de massas proporcionou uma menor quantidade de resíduo final (19%) em comparação com o aquoso (26%). Na curva TG-DTA dos extratos, usando atmosfera de ar sintético, três eventos foram observados. As curvas apresentaram perfis semelhantes, principalmente nos dois primeiros eventos. No terceiro evento, relacionado a oxidação dos resíduos carbonáceos, pode-se observar que o extrato obtido com o metanol apresentou uma temperatura final maior (522 °C) quando comparado ao extrato aquoso (504 °C). Através destes resultados pode-se confirmar a diferença de composição dos extratos obtidos.

Introdução

A Erva Mate é uma fonte de diversas substâncias bioativas. As principais classes de compostos que podem ser encontrados na erva mate são os polifenóis e as saponinas [1]. As formas de extração destes compostos podem revelar qual é o real potencial da cultura e

relacionar este resultado com a genética. Com este intuito a Embrapa Florestas tem trabalhado buscando valorizar os materiais genéticos de espécies de *Ilex paraguariensis*.

Os solventes possuem capacidades diferentes de extrair compostos de materiais vegetais. A água, por ter uma geometria angular, é uma molécula polar. Nos alcoóis esta polaridade é

diminuída a medida que é aumentado o número de carbonos na molécula. Assim o metanol é menos polar do que a água e mais polar do que o etanol. Esta diferença de polaridade entre os solventes proporciona uma extração diferenciada de famílias de compostos das paredes celulares de materiais vegetais [2].

A partir disto este trabalho buscou avaliar termicamente extratos de erva mate liofilizados usando análise termogravimétrica - análise térmica diferencial (TG-DTA).

Materiais e métodos

As folhas de erva mate foram coletadas do sistema hidropônico na Embrapa Florestas. Foi usada a técnica de secagem das folhas em um micro-ondas doméstico. Após secas, as folhas foram trituradas em moinho de facas. Os extratos foram preparados usando os meios aquoso a quente (fervura por 5 minutos) e metanólico a frio por 1 hora. A concentração de folha para o preparo do extrato foi de 2 g para 35 mL. A determinação do extrato seco foi realizada em triplicata em estufa a 60 °C para o extrato aquoso e a 40 °C para o extrato metanólico.

O extrato aquoso foi congelado em freezer e o metanólico com nitrogênio líquido. Os extratos congelados liofilizados utilizando o equipamento modelo LABCONCO® LYPH-LOCK R 12. Este processo foi realizado em vácuo por 4 dias a uma temperatura de - 40 °C.

As curvas TG foram realizadas utilizando o equipamento da Shimadzu DTG-60H. As condições foram: temperatura de aquecimento 30 °C a 650 °C, com razão de aquecimento de 10 °C min⁻¹, fluxo de ar sintético e nitrogênio de 100 mL min⁻¹ e massa de 3,16 ± 0,23 mg, em cadinho de alumina.

Resultados e discussão

Os teores de Extrato Seco das amostras aquosa e metanólica foram determinados e na água foi observado o maior valor (2,05 ± 0,04 %) em comparação com o metanol (1,25 ± 0,15 %). Este resultado demonstra a diferença de capacidade de extração destes solventes em folhas de erva mate. Este extrato foi liofilizado e o rendimento deste processo foi determinado. Para a amostra obtida com água o rendimento foi de 6,76 ± 0,35 % e com metanol foi de 6,95 ± 0,30 %. Este resultado demonstra que a eficiência do processo de liofilização foi equivalente para os dois extratos. No entanto os materiais liofilizados obtidos apresentaram características diferentes. A amostra liofilizada do extrato metanólico ficou mais “fofo” e a amostra obtida do extrato aquoso ficou mais compactado.

As curvas termogravimétricas em atmosfera de nitrogênio dos extratos metanólico e aquoso liofilizados de erva mate, Figura 1, apresentam perfis semelhantes. O primeiro evento de perda de massa relaciona-se a perda de umidade pela amostra. Este evento ocorreu até a temperatura de 113 °C para as duas amostras e representou 8% e 6% para os extratos metanólico e aquoso, respectivamente. O segundo evento ocorreu entre as temperaturas de 207 °C a 448 °C para o extrato metanólico e entre as temperaturas de 190 °C a 336 °C para o extrato aquoso. As perdas de massa neste segundo evento corresponderam a 62% (extrato metanólico) e 41% (extrato aquoso). O resíduo final foi de 19% e 26% para os extratos liofilizados de erva mate metanólico e aquoso, respectivamente. Estas variações nas curvas termogravimétricas sugerem que exista uma pequena diferença de composição entre os extratos. Nas curvas de DTA em atmosfera de nitrogênio foram observados apenas eventos endotérmicos.

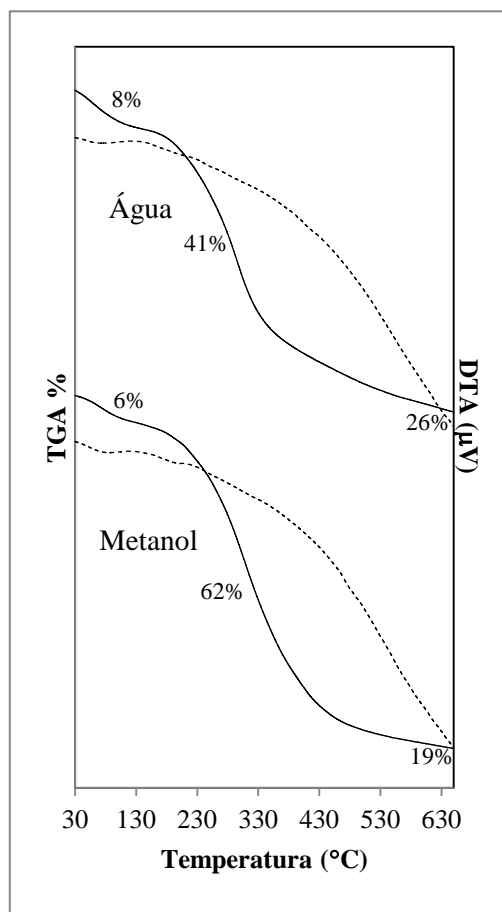


Figura 1 – Curvas TG-DTA em atmosfera de nitrogênio dos extratos metanólico e aquoso liofilizados de erva mate.

As curvas termogravimétricas em atmosfera de ar sintético dos extratos metanólico e aquoso liofilizados de erva mate, Figura 2, apresentam perfis semelhantes. O primeiro evento de perda de massa relaciona-se a perda de umidade pela amostra. Este evento ocorreu até a temperatura de 110 °C para as duas amostras e representou 6% e 8% para os extratos metanólico e aquoso, respectivamente. O segundo evento ocorreu entre as temperaturas de 225 °C a 383 °C para o extrato metanólico e entre as temperaturas de 197 °C a 377 °C para o extrato aquoso. As perdas de massa neste segundo evento corresponderam a 44% (extrato metanólico) e 40 % (extrato aquoso). Em atmosfera oxidante um terceiro evento ocorreu entre as temperaturas de 383 °C a 522 °C para o extrato metanólico e entre as temperaturas de 377 °C a 504 °C para o extrato aquoso. As perdas de massa neste segundo evento corresponderam a

41% (extrato metanólico) e 44 % (extrato aquoso). Não houve resíduos finais para os extratos liofilizados de erva mate metanólico e aquoso. Estas variações nas curvas termogravimétricas sugerem que exista uma pequena diferença de composição entre os extratos. Na curva de DTA em atmosfera de ar sintético foram observados eventos endotérmicos referentes a perda de massa da umidade e da volatilização de compostos no início do segundo evento. Para o extrato metanólico foram observados dois eventos exotérmicos relacionados a oxidação dos compostos carbonáceos formados. Para o extrato aquoso foi observado apenas um evento exotérmico também relacionados a oxidação dos compostos carbonáceos formados.

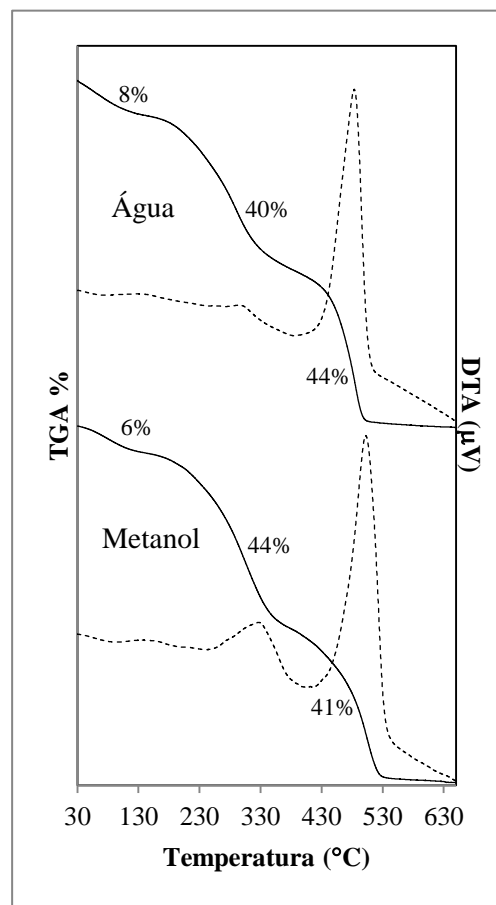


Figura 2 – Curvas TG-DTA em atmosfera de ar sintético dos extratos metanólico e aquoso liofilizados de erva mate.

Conclusão

O processo de extração usando água e metanol em folhas de erva mate é eficiente para a solubilização de compostos presentes na estrutura foliar. A seleção do solvente a ser usado pode alterar as características do extrato obtido. A água tem maior capacidade de extrair compostos que não serão degradados na análise de TG-DTA em uma atmosfera de nitrogênio. O extrato metanólico apresenta compostos com degradação a temperaturas maiores na análise de TG-DTA em uma atmosfera de ar sintético.

Agradecimentos

Os autores agradecem a Embrapa Florestas, a UEPG, a UFPR, a CAPES e ao CNPq.

Referências

- [1] ANESINI, C. TURNER, S.; COGOI, L.; FILIP, R. Study of the participation of caffeine and polyphenols on the overall antioxidant activity of mate (*Ilex paraguariensis*). **LWT-Food Science and Technology**, v. 45, n.2, p. 299-304, 2012.
- [2] GNOATTO, S. C. B.; SCHENKEL, E. P.; BASSANI, V. L. HPLC method to assay total saponins in *Ilex Paraguariensis* aqueous extract. **Journal of the Brazilian Chemical Society**, v. 16, p. 723-726, 2005.