



Avaliação da qualidade de plantas medicinais comercializadas no município de Imperatriz, Maranhão

Evaluation quality of medicinal plants traded in the city of Imperatriz, Maranhão

F. C. Silva¹; A. B. Ribeiro¹; P. R. S. Ribeiro^{1*}

¹Núcleo de Pesquisas em Ciências Farmacêuticas e Química Analítica Aplicada – NUPFARO/Centro de Ciências Sociais, Saúde e Tecnologia – CCSST/Universidade Federal do Maranhão – UFMA, 65900-410, Imperatriz-Maranhão, Brasil.

e-mail: *pauloufma@ufma.br

(Recebido em 02 de agosto de 2016; aceito em 10 de janeiro de 2017)

O uso de produtos fitoterápicos e a comercialização indiscriminada de espécies vegetais inadequadas para o uso medicinal associada às frequentes adulterações, contaminações e falsificações interferem na saúde e segurança do consumidor. O objetivo do presente trabalho foi avaliar a identidade e a qualidade de quatro espécies de plantas medicinais amplamente comercializadas e consumidas no Município de Imperatriz, Maranhão. Estas espécies foram a *Baccharis trimera* (Less.) DC., a *Calendula officinalis* L., a *Senna alexandrina* Miller e a *Rhamnus purshiana* DC. Para tanto, foram realizados testes de identificação dos compostos característicos de cada espécie e ensaios quantitativos para a presença de material estranho, cinzas totais, umidade, flavonoides totais, saponinas e derivados hidroxiantracênicos. A partir dos ensaios específicos de identificação dos materiais vegetais investigados neste trabalho, foi possível comprovar a autenticidade de todas as amostras investigadas. Todas as amostras foram reprovadas para o teor de material estranho. *Baccharis trimera* e *R. purshiana* foram reprovadas no teor de cinzas totais. Os teores de óleo essencial da *B. trimera* e de derivados hidroxiantracênicos da *S. alexandrina* apresentaram-se inferiores aos valores farmacopeicos mínimos. A má qualidade de plantas medicinais investigadas, decorrente de processos produtivos inadequados pode ocasionar ausência ou diminuição do efeito terapêutico esperado, além de possíveis efeitos tóxicos.

Palavras-chave: Controle de qualidade, Plantas medicinais, Fitoterápicos.

The use of herbal products and the indiscriminate commercialization of plant species that are unsuitable for medicinal use associated with frequent adulteration, contamination and falsification interfere with the health and safety of the consumer. The objective of the present study was to evaluate the identity and quality of four species of medicinal plants widely marketed and consumed in the city of Imperatriz, Maranhão. These species were the *Baccharis trimera* (Less.) DC., the *Calendula officinalis* L., the *Senna alexandrina* Mill and the *Rhamnus purshiana* DC. For that, tests were carried out to identify the characteristic compounds of each species and quantitative tests for the presence of foreign material, total ashes, humidity, total flavonoids, saponins and hydroxyanthracene derivatives. From the specific tests of identification of the vegetal materials investigated in this work, it was possible to prove the authenticity of all the investigated samples. All samples were reprovved for the content of foreign material. The *B. trimera* and the *R. purshiana* were disapproved of the total ash content. The essential oil contents of *B. trimera* and hydroxyanthracene derivatives of *S. alexandrina* were lower than the minimum pharmacopoeial values. The poor quality of investigated medicinal plants, due to inadequate production processes, can cause absence or reduction of the expected therapeutic effect, in addition to possible toxic effects.

Keywords: Quality control, Medicinal plants, Herbal Medicines.

1. INTRODUÇÃO

O uso de plantas medicinais pela população tem sido uma alternativa terapêutica muito atrativa, principalmente, em função do seu baixo custo. Contudo, sem a qualidade adequada para o consumo humano, tais produtos podem não promover a ação desejada e podem atuar de forma danosa à saúde do consumidor. Dessa forma, a comercialização indiscriminada dessas plantas sem um acompanhamento de fiscalização expõe os usuários a uma série de riscos relacionados com estocagem, forma de manuseio e de conservação destes produtos [1].

Assim, o exercício da fitoterapia segura encontra uma série de problemas que vão, desde a identificação adequada da planta utilizada à inexistência de estudos de segurança, eficácia e controle de qualidade da matéria-prima. A qualidade da matéria-prima não garante a eficácia do produto, mas é fator determinante da mesma, além das inúmeras alterações dos produtos comercializados de forma irregular como, por exemplo, matérias-primas contendo espécies vegetais não correspondentes ao produto anunciado, pedaços de madeira e de pedra [2].

No Brasil, em 2001, a venda de fitomedicamentos atingiu US\$ 270 milhões, representando 5,9% do mercado de medicamentos [1]. Segundo Farias (1985) [2], há muito tempo que o problema da qualidade dos fitoterápicos vem sendo registrado no país. Assim, torna-se de grande urgência a melhoria da qualidade destes, uma vez que sua comercialização tem se expandido em todo o mundo em razão de alguns fatores como o alto custo dos medicamentos industrializados.

O Ministério da Saúde possui uma portaria que regulamenta os procedimentos para a produção dos fitoterápicos, mas, atualmente, a farmacovigilância é praticamente inexistente para esses produtos [3]. Assim, observam-se frequentes adulterações, contaminações e falsificações destes, que podem interferir na saúde e segurança do consumidor. A qualidade de um produto é dada por um conjunto de fatores que incluem desde a matéria-prima, controle, até a embalagem e propaganda [2].

Visando a importância no controle da matéria-prima usada como base para a produção de fitoterápicos, destacamos entre as espécies vegetais amplamente utilizadas como fitoterápicos, a carqueja (*Baccharis trimera* (Less.)DC.), pertencente à família Asteraceae, usada no tratamento de problemas relacionados ao sistema digestivo, que possui diversos estudos fotoquímicos e farmacológicos correlacionados à sua atividade biológica [4]. Ela é conhecida popularmente como carqueja-amarga e carqueja amargosa; consiste de caules alados, dessecados e fragmentados contendo expressivas quantidades de flavonóides e óleo essencial [5].

Outra espécie muito utilizada como matéria-prima fitoterápica é a calêndula (*Calendula officinalis* L.), pertencente à família Asteraceae, conhecida popularmente como calêndula, maravilha, bem-me-quer, malmequer e flor de todo ano, é uma planta herbácea, que consiste de flores liguladas inteiras ou trituradas, acompanhadas de escassas flores tubulosas, separadas do receptáculo e das brácteas involucrais, e secas [5]. Segundo Rodrigues (2004) [6], extratos das flores podem ser usados como anti-inflamatório e cicatrizante, notadamente em cosmetologia, fazendo parte da composição de preparações indicadas para a cura de eritemas solares, queimaduras e outros. Estudos mostram que na calêndula podemos encontrar como principais metabólitos secundários os flavonóides, saponinas e carotenóides [7].

A espécie sene (*Senna alexandrina* Mill) é encontrada na maioria das farmacopeias sob os nomes *Cassia senna* L. (sene-de-alexandria ou sena-egípcia) e *Cassia angustifolia* Vahl (sene-de-tinnevely ou sena-indiana). O sene está classificado entre os laxativos antranóides (derivados das antraquinonas) e tem como princípio ativo os senosídeos A e B, que são farmacologicamente inativos, comportando-se como pró-drogas naturais. Ela é indicada na constipação por inércia intestinal, em condições que exigem facilidade de defecação como fissuras anais e hemorroidas, e em situações em que se quer um esvaziamento intestinal (exames radiográficos, pré- e pós-operatórios) [8]. Assim, segundo a Farmacopeia Brasileira (2010) [5], a droga vegetal sene deve conter, no mínimo, 2,5% de derivados hidroxiantracênicos expressos em senosídeo B, 0,6% de senosídeo B e 0,5% de senosídeo A [5].

A espécie *Rhamnus purshiana* DC., conhecida como cáscara sagrada, é comercializada como cascas secas de caule e ramos, contendo, no mínimo, 8% de heterosídeos hidroxiantracênicos, dos quais, no mínimo, 60% consistem de cascarosídeos, calculados como cascarosídeo A [5]. Ela é um dos tipos de fitoterápicos mais dispensados como laxante e como coadjuvante para emagrecimento em farmácias do Brasil e sua principal atividade está em corrigir a obstipação intestinal através do efeito direto nos enterócitos [9].

Levando-se em consideração o crescente uso de produtos fitoterápicos e suas importantes atividades biológicas, foram investigadas as qualidades das amostras de carqueja (*B. trimera*), calêndula (*C. officinalis*), sene (*S. alexandrina*) e cáscara sagrada (*R. purshiana*) comercializadas como produto fitoterápico no Município de Imperatriz, Maranhão.

2. MATERIAL E MÉTODOS

2.1. AMOSTRAS ANALISADAS

A metodologia utilizada para o desenvolvimento deste trabalho pesquisa foi baseada na Farmacopeia Brasileira (2010) [5]. Para tanto, foram realizados experimentos para a avaliação da qualidade de cerca de 200 g de amostras comerciais obtidas em farmácias com manipulação do Município de Imperatriz, Maranhão. Estas amostras foram de carqueja (*B. trimera*), a calêndula (*C. officinalis*), o sene (*S. alexandrina*) e a cáscara sagrada (*R. purshiana*).

2.2 ANÁLISE QUALITATIVA

Utilizando reações de identificação características de cada substância foram determinados qualitativamente os metabólitos secundários característicos de cada planta, tais como flavonóides, antraquinonas e cumarinas. Para a identificação da presença de flavonóides realizou-se a reação de Shinoda, onde se empregaram fragmentos de magnésio metálico em meio de ácido clorídrico concentrado, na qual se observou o desenvolvimento de coloração rósea a vermelha conforme Biavatti (2005) [9]. A identificação da presença de antraquinonas nas amostras foi realizada através da microsublimação, a partir da reação com hidróxido de potássio 10 % (m/v) e observando, posteriormente, o desenvolvimento de coloração avermelhada [5].

A Cromatografia em Camada Delgada (CCD) é uma técnica que possibilita realizar a separação de constituintes presentes nas amostras e posterior comparação com as substâncias padrão. Assim, esta técnica foi utilizada para a identificação de compostos característicos das amostras analisadas, tais como flavonóides e terpenos (como o carquejol). Para tanto, foi utilizada cromatoplaça de sílica-gel F₂₅₄ como fase estacionária e os sistemas de eluentes estabelecidos na Farmacopeia Brasileira (2010) [5] para cada planta investigada neste estudo. Aplicou-se, separadamente à placa, 5 µL da solução padrão correspondente (0,5 mg/mL) e 10 µL do extrato obtido de cada amostra. Desenvolveu-se o cromatograma e a cromatoplaça foi seca ao ar e examinada sob a luz ultravioleta (365 nm). Verificou-se a presença de mancha correspondente ao padrão analisado e nas amostras. A R_f (razão de frente) da mancha correspondente à substância característica de cada planta foi calculada para cada amostra.

A identificação da amostra cáscara sagrada foi realizada de acordo com a monografia desta planta presente na Farmacopeia Americana – USP (2006) [10]. Esta monografia preconiza que se deve adicionar 100 mg da amostra em 10 mL de água quente, agitando e misturando até esfriar. Posteriormente filtrou-se e diluiu-se o filtrado com mais 10 mL de água e adicionou-se hidróxido de amônio 6,0 mol/L a fim de que apareça uma cor alaranjada, podendo tornar-se vermelho a marron-avermelhado, que comprove a presença dos heterosídeos hidroxiantracênicos (cascarosídeos).

Os ensaios de identificação do sene (SE) foram realizados de acordo com as metodologias descritas na Farmacopeia Brasileira (2010) [5]. Para tanto, a identificação via reação colorimétrica foi realizada em 25 mg da droga pulverizada onde foram adicionados em 50 mL de água e 5 mL de ácido nítrico. Após aquecimento em banho-maria por 15 min, foram adicionados 40 mL de éter etílico. Após dessecação da fase etérea com sulfato de sódio anidro, transferiram-se 5 mL da solução restante para um cadinho de porcelana, que foi levado à secura total em banho-maria (40°C). O cadinho contendo o resíduo seco foi alcalinizado com hidróxido de amônio e observou-se o desenvolvimento da cor. Também foram realizados os testes de identificação por microsublimação e por CCD. Todos os resultados foram comparados com as especificações descritas nesta farmacopeia.

2.3 ANÁLISE QUANTITATIVA

Em cada amostra foram realizadas as seguintes análises de pureza: presença de material estranho, cinzas totais e teor de umidade. A presença de material estranho (por exemplo, partes

do organismo ou impurezas de natureza mineral tais como areia e terra) podem causar alterações na planta. A determinação do teor de cinzas totais destina-se a estabelecer a quantidade de substância residual não volátil após o processo de incineração de uma amostra. O teor de umidade foi determinado por gravimetria e obteve-se a porcentagem de água presente nas amostras investigadas, uma vez que sua quantidade excessiva propicia o desenvolvimento de microrganismos, insetos e conseqüente deterioração do fitoterápico [5].

Conforme recomendado pela Farmacopeia Brasileira (2010) [5], para a determinação do material estranho foram pesados 10 g de cada amostra, espalhou-se em camada fina sobre uma superfície plana e clara e separou-se manualmente a olho nu os materiais estranhos à droga. O material estranho separado durante a triagem foi pesado e sua porcentagem foi determinada com base no peso da amostra original submetida ao ensaio. O ensaio foi realizado em três repetições e o resultado expresso em média \pm desvio padrão.

Para a determinação de água em drogas vegetais empregou-se o método gravimétrico. No total de 2 g de cada amostra foram transferidos para placa de Petri, tarada e dessecada durante 30 minutos. O conjunto foi submetido à temperatura de 100 - 105 °C até peso constante. Concluída tal atividade, calculou-se a porcentagem de água em relação à planta [5]. O ensaio foi realizado em três repetições e o resultado expresso em média \pm desvio padrão.

A determinação do teor de cinzas totais visa avaliar se existe algum constituinte inorgânico que não seja próprio da planta e assim verificar se há adulteração. Assim, para a determinação de cinzas totais, previamente, o cadinho de porcelana foi calcinado em mufla a 450 °C, por 30 minutos. Após o resfriamento em dessecador por 15 minutos, seu peso foi determinado em balança analítica. A seguir foram pesados exatamente 3 g de cada amostra, os quais foram uniformemente distribuídos e submetidos à calcinação em mufla à temperatura de 450 °C, por 2 horas, até que todo o carvão fosse eliminado. Os cadinhos foram deixados em dessecador para arrefecimento, durante 30 minutos, e pesados a seguir [5]. A análise foi realizada em três repetições e os resultados expressos em porcentagem por peso (% p/p) de cinzas na droga seca ao ar e representados como a média \pm desvio padrão.

A determinação espectrofotométrica de flavonoides totais foi realizada após reação do extrato da amostra com cloreto de alumínio em meio de solução metanólica e ácido acético a 425 nm, conforme procedimento modificado para plantas e descrito por Rio (1996) [11]. Para tanto, utilizou-se a rotina como padrão, em solução de cloreto de alumínio. Dois gramas de folhas secas e pulverizadas foram extraídos com 150 mL de metanol (MeOH) 70% em Soxhlet por três horas; o extrato foi filtrado e o volume completado para 250 mL. Uma alíquota de 15 mL foi colocada em balão volumétrico acrescida de 1 mL de solução de cloreto de alumínio 5% (m/v), sendo o volume completado para 50 mL. Após repouso de 30 minutos, fez-se leitura a 425 nm, contra o branco de reagentes para se obter a concentração de flavonóides ($\mu\text{g/mL}$). A análise foi feita em três repetições e os valores de absorbância das amostras foram comparados com uma curva analítica construída a partir de soluções padrão de rutina. A análise foi realizada em três repetições e os resultados representados como a média \pm desvio padrão.

Para a identificação e quantificação de saponinas, realizou-se o índice de espuma onde a amostra foi diluída em água e, em seguida, foi agitada por alguns minutos em tubos de ensaios, sendo estes deixados em repouso por quinze minutos. Posteriormente foi realizada a leitura da coluna de espuma formada a partir da superfície do líquido. Esta análise foi feita para as amostras de carqueja e calêndula. A extração de óleo essencial também foi realizada para estas amostras pelo processo de destilação por arraste a vapor em aparelho tipo Clevenger por 4 horas [5]. A análise foi realizada em três repetições e os resultados representados como a média \pm desvio padrão.

O teor de derivados hidroxiantracênicos (calculado como senosídeo B) na amostra de sene foi realizado por espectrofotometria de absorção no ultravioleta (240 nm), conforme recomendado pelo método oficial descrito na Farmacopeia Brasileira (2010) [5]. A análise foi realizada em três repetições e os resultados representados como a média \pm desvio padrão.

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

A segurança e a eficácia de plantas medicinais dependem de diversos fatores que possibilitam aferir a qualidade do produto comercializado. A má qualidade destes produtos pode modificar e/ou anular a sua aplicação terapêutica e causar efeitos tóxicos no consumidor [12]. Neste contexto, a realização do controle de qualidade destas plantas, tal como através das análises empregadas neste estudo, é de suma importância como parte integrante da garantia da qualidade das drogas vegetais utilizadas na fitoterapia.

A Tabela 1 apresenta os valores percentuais (média \pm desvio padrão) dos teores de umidade, cinzas totais e material estranho das amostras comerciais de carqueja, calêndula, cáscara sagrada e sene analisadas neste trabalho.

A determinação do teor de umidade nas drogas vegetais é de suma importância, pois a falta de condições corretas de manipulação e secagem, desde o preparo, acondicionamento e armazenamento das amostras podem ocasionar valores elevados de água. O ambiente úmido na droga vegetal pode acarretar a perda do material por contaminação microbiana ou degradação dos constituintes químicos [13]. A partir dos resultados obtidos para o teor de umidade (Tabela 1), verificou-se que todas as amostras analisadas apresentaram-se dentro da especificação exigida pela Farmacopeia Brasileira (2010) [5] para este parâmetro, cujo limite máximo é de 12,0%. Enquanto que Beltrame et al. (2009) [4] avaliaram amostras de carqueja e constataram valores de material estranho e teor de umidade superiores aos parâmetros farmacopeicos, pois encontraram valores médios de 9,8% e 24,6%, respectivamente. Volpato (2005) [7], ao analisar amostras comerciais de calêndula, também encontrou um teor médio de umidade (13,79%) superior à recomendação farmacopeica.

Tabela 1: Valores percentuais médios dos teores de umidade, cinzas totais e material estranho das amostras comerciais de carqueja, calêndula, cáscara sagrada e sene.

Planta	Teste	Valor Médio \pm desvio padrão (%)	VMP (%) ^a
Carqueja	Teor de umidade	9,7 \pm 0,9	12,0
	Cinzas Totais	10,0 \pm 0,5	8,0
	Material Estranho	3,9 \pm 0,2	2,0
Calêndula	Teor de umidade	3,5 \pm 0,3	12,0
	Cinzas Totais	8,3 \pm 0,4	10,0
	Material Estranho	3,9 \pm 0,8	3,0
Cáscara sagrada	Teor de umidade	0,17 \pm 0,05	12,00
	Cinzas Totais	24,3 \pm 1,2	6,00
	Material Estranho	16,7 \pm 2,1	1,0
Sene	Teor de umidade	5,4 \pm 0,3	10,0
	Cinzas Totais	10,3 \pm 0,8	12,0
	Material Estranho	4,9 \pm 0,5	2,0

^a Valor máximo permitido segundo a Farmacopeia Brasileira (2010) [5].

A determinação do teor de cinzas totais destina-se a estabelecer a quantidade de substância residual não volátil no processo de incineração utilizado neste ensaio. Este ensaio é um teste de pureza importante porque pode permitir a identificação do produto vegetal. Nas cinzas totais incluem aquelas derivadas do tecido vegetal (cinzas fisiológicas) e de materiais estranhos, tais como areia e terra aderente à superfície da planta (cinzas não fisiológicas) [5]. As amostras de carqueja e cáscara sagrada apresentaram teores médios de cinzas totais superiores aos valores máximos especificados pela Farmacopeia Brasileira (2010) [5]. Estes valores elevados indicam não conformidades nestas drogas vegetais que podem estar relacionadas a um processo de produção ineficiente, resultando em contaminação por impurezas inorgânicas. Enquanto que as

amostras de calêndula e de sene apresentaram valores médios inferiores a esta especificação e, portanto, foram aprovadas neste ensaio.

A partir dos resultados obtidos para material estranho, todas as amostras apresentaram-se fora dos limites farmacopeicos especificados, indicando que o manejo, a limpeza e a separação destas plantas foram inadequados. O fator mais frequente de desqualificação de drogas vegetais é o excesso de matéria orgânica estranha, em geral consistindo de outros órgãos do próprio vegetal, diferentes da parte correta. Esse tipo de impureza pode indicar tanto falta de cuidado no processo produtivo como falta de informação e treinamento, principalmente de colheita e seleção ou fraude intencional [14]. Outros estudos também mostraram que os elevados teores de material estranho têm sido frequentes nos produtos à base de plantas medicinais comercializados no Brasil [15 – 19].

A análise fitoquímica das plantas é de suma importância para conhecer os constituintes químicos de espécies vegetais e/ou avaliar a presença destes compostos [20]. Assim, as amostras investigadas foram analisadas visando identificar e/ou quantificar os seus compostos característicos.

Os flavonoides são considerados marcadores de algumas plantas, tais como a carqueja e a calêndula. Ressalta-se que grande parte das ações farmacológicas destas espécies se deve à presença destes compostos em suas composições. Assim, foi realizada a determinação espectrofotométrica de flavonóides totais nas amostras de carqueja e de calêndula. Os valores médios encontrados foram $4,00 \pm 0,21$ e $4,85 \pm 0,15\%$ (m/m) de flavonóides totais calculados como quercetina ($C_{15}H_{10}O_7$) e como hiperosídeo ($C_{21}H_{20}O_{12}$), respectivamente. Estes teores encontram-se de acordo com as especificações da Farmacopeia Brasileira (2010) (mínimo de 0,40%) [5].

Estudos realizados por Beltrame et al. (2009) [4] mostraram que todas as amostras de carqueja apresentaram valores inferiores à especificação farmacopeica. Segundo estes autores, estes dados podem servir como justificativa para teores encontrados diferentes na época de colheita, variações no processo de secagem da droga, condições inadequadas no processo de produção e armazenagem da droga vegetal e, conseqüentemente, ocorrência de degradação dos ativos. Santos et al. (2015) [21] avaliaram o teor de flavonóides em flores de calêndula e também encontraram valores inferiores as estas especificações em todas as amostras. A variação no teor de princípios ativos das plantas pode ocasionar grande diferença nos seus efeitos terapêuticos esperados [22].

Espécies do gênero *Baccharis* (como a carqueja) têm sido estudadas devido a sua importância como fonte de novos componentes ativos com possíveis aplicações na indústria química e farmacêutica, por apresentar diversos metabólitos secundários, como o óleo essencial composto principalmente de carquejol [23]. O rendimento do óleo essencial determinado na amostra de carqueja apresentou-se inferior ao valor mínimo especificado pela legislação oficial (0,3%) [5], alcançando apenas 0,25% de carquejol. A presença deste constituinte foi constatada pela avaliação cromatográfica deste óleo, utilizando como revelador vapor de iodo, sendo que foi obtido um valor médio de R_f de $0,57 \pm 0,3$. Este valor é compatível com o R_f do padrão de carquejol. Além disso, a presença de carquejol na amostra investigada é um indicativo que a espécie contemplada neste estudo seja *B. trimera*. De acordo com Simões-Pires et al. (2005) [24], este composto é sugerido como um dos marcadores do óleo essencial desta planta.

Além da presença de flavonóides, a análise fitoquímica da carqueja também resultou em teste positivo para a presença de saponinas. O teor destes compostos foi estimado a partir do Índice de Espuma (IE – análise quantitativa comparativa para saponinas), cujo valor médio foi de 400 ± 11 . Este resultado está de acordo com a recomendação da literatura oficial [5] que estabelece que o valor de IE mínimo é de 220. Os efeitos analgésico e anti-inflamatório observados nesta planta se devem, principalmente, a um complexo de saponinas que tem como componente majoritário o ácido equinocístico [25].

A análise fitoquímica da amostra de calêndula, além da determinação do teor de flavonóides totais, também foi possível verificar a presença de outros constituintes típicos desta planta (rutina, ácido clorogênico e ácido caféico) através de reações de identificação específicas. A monografia [5] desta espécie recomenda que o seu controle de qualidade seja realizado partir da verificação da presença de ácido clorogênico por meio de cromatografia em camada delgada

(CCD). Com relação ao perfil cromatográfico da calêndula, foi possível constatar a presença de rutina ($R_f = 0,35$ - mancha marrom), hiperosídeo ($R_f = 0,70$ - mancha marrom) e o ácido clorogênico ($R_f = 0,55$ - mancha azul). Assim, esta planta apresentou perfil cromatográfico semelhante ao extrato padrão e em conformidade com aquele recomendado pela Farmacopeia Brasileira (2010) [5].

A extração do óleo essencial da calêndula permitiu obter um rendimento de 0,4%. Estudos realizados com esta planta encontraram rendimentos de extração deste óleo de 0,3% [26] e de 0,2% [27]. Ressalta-se que o valor econômico desta planta como medicamento fitoterápico e seu uso em cosméticos, perfumaria, preparações farmacêuticas e alimentos está diretamente relacionado com o teor de óleo essencial, bem como com a composição deste óleo [26, 27]. Além disso, estudos evidenciaram que as saponinas triterpênicas são um dos constituintes majoritários (2-10%) da calêndula e foram responsáveis pela redução de lipídeos e de colesterol do fígado de camundongos. Assim, esta planta tem apresentado efeito hipocolesterolemizante [28]. O teor de saponinas foi determinado nesta amostra a partir do índice de espuma (IE), sendo que o valor encontrado foi de 143 ± 9 , sendo superior ao valor mínimo (110) recomendado pela literatura oficial [5].

Rhamnus purshiana (Rhamnaceae), vulgarmente conhecida como cascara sagrada, é uma árvore da família das Rhamnáceas. Quatro classes de constituintes antraquinônicos são encontradas nesta planta, dos quais predominam os C-heterosídeos (cerca de 80%). Os chamados cascarosídeos são heterosídeos primários de atividade fisiológica mais elevada, derivados da barbaloina e da crisaloína (O-glicosídeos e C-heterosídeos). Os cascarosídeos não só aparecem como predominantes entre os constituintes ativos da cáscara sagrada, mas também são aqueles que possuem uma maior atividade farmacológica, exibindo uma ação purgativa energética, sendo muito usada devido à sua eficácia e por seu baixo custo [29].

Assim, a partir da análise qualitativa da cáscara sagrada investigada neste estudo, foi possível observar principalmente a presença de antraquinonas, representadas, predominantemente, por cascarosídeos (O-heterosídeos e C-heterosídeos hidroxiantracênicos), conforme recomendação farmacopeica [10]. Além disso, o perfil cromatográfico desta planta também mostrou a presença destes cascarosídeos representados pelos compostos da classe das aloínas (barbaloina e da crisaloína) com valor médio de $R_f = 0,47 \pm 0,02$ compatível com o padrão especificado na literatura oficial [10].

Na análise da amostra sene observou-se a presença de antraquinonas, via reação colorimétrica, a partir do desenvolvimento de coloração avermelhada. A presença destes compostos também foi confirmada pelo método da microsublimação a partir da observação, após o aquecimento do material, de gotículas amareladas na lâmina superior e da verificação da formação de coloração róseo-avermelhada, após o tratamento do sublimado com hidróxido de potássio alcoólico 5% (m/v). O perfil cromatográfico desta amostra mostrou a presença de duas manchas de coloração castanho avermelhada referentes ao senosídeo B ($R_f = 0,22 \pm 0,03$) e senosídeo A ($R_f = 0,43 \pm 0,06$). O cromatograma também apresentou duas outras manchas de cor castanho purpúrea pálida, imediatamente acima das duas primeiras, correspondentes ao senosídeo C ($R_f = 0,49 \pm 0,08$) e de senosídeo D ($R_f = 0,47 \pm 0,09$). Estes resultados estão de acordo com as especificações da Farmacopeia Brasileira (2010) [5] e confirmam que esta amostra trata-se do sene (*S. alexandrina*), sendo um material vegetal com grande quantidade de derivados antraquinônicos.

O teor de derivados hidroxiantracênicos no material vegetal sene, calculado em senosídeo B, foi de $0,18 \pm 0,02\%$ (m/v) e não está de acordo com a especificação farmacopeica [5], pois ele está abaixo do mínimo recomendado (2,5% m/v) por esta literatura. Este fato pode ter ocorrido em função da época de colheita inadequada, variações no processo de secagem da droga ou das condições inadequadas no processo de produção e armazenagem da droga vegetal e, conseqüentemente, ocorrência de degradação destes princípios ativos [4]. Vale ressaltar que a variação no teor de princípios ativos da droga vegetal pode ocasionar grande diferença nos seus efeitos terapêuticos esperados [22].

4. CONCLUSÃO

A partir dos ensaios específicos de identificação dos materiais vegetais investigados neste trabalho foi possível comprovar a autenticidade de todas as amostras investigadas. Entretanto, os resultados dos testes quantitativos destas drogas vegetais evidenciaram não conformidades com as especificações farmacopeicas. Dessa forma, todas as amostras foram reprovadas para o teor de material estranho. A carqueja e a cáscara sagrada apresentaram não conformidades para os teores de cinzas totais. O teor de óleo essencial determinado na carqueja e o teor de derivados hidroxiantracênicos do sene apresentaram-se inferiores aos valores farmacopeicos mínimos.

As plantas medicinais são produtos de venda isenta de prescrição médica, destinados ao consumidor final e a efetividade destes produtos encontra-se amparada no uso tradicional e também em estudos científicos. Assim, elas podem ser utilizadas tanto de forma esporádica quanto de forma contínua, pois a maioria dos usuários julga que elas são produtos naturais e não apresentam efeitos colaterais. Em longo prazo, o uso de drogas vegetais sem a qualidade esperada pode provocar sérios danos à saúde. Além disso, como foi comprovado no presente trabalho, visualmente é difícil perceber se a droga vegetal está em condições seguras de uso. Desta forma, o consumidor não consegue perceber se está adquirindo um produto adequado para o consumo. Assim, cabe aos órgãos fiscalizadores uma fiscalização mais rigorosa dos estabelecimentos que comercializam drogas vegetais, para garantir a segurança do consumidor final e a eficácia no uso de plantas medicinais. Além disso, sugere-se também um maior rigor na adoção de boas práticas desde o cultivo até a destinação final das plantas medicinais.

5. AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem à PROEX/UFMA e à FAPEMA pela bolsa de Iniciação Científica em Inovação Tecnológica (PIBITI) e pelos recursos financeiros de capital e custeio, respectivamente.

6. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. Nascimento VT, Lacerda EU, Melo JG, Lima CSA, Amorim ELC, Albuquerque UP. Controle de qualidade de produtos à base de plantas medicinais comercializados na cidade do Recife-PE: erva-doce (*Pimpinella anisum* L.), quebra-pedra (*Phyllanthus* spp.), espinheira santa (*Maytenus ilicifolia* Mart.) e camomila (*Matricaria recutita* L.). *Rev. Bras. Plantas Med.* 2005 Fev; 7(3):56-64.
2. Farias, MR, Schenkel EP, Bergold AM, Petrovick PR. O problema da qualidade dos fitoterápicos. *Cad. Farm.* 1985 Jan; 1(2):73-82.
3. Brandão MGL, Freire N, Soares CDV. Verificação da qualidade de diferentes amostras comerciais de camomila. *Cad. Saúde Pública.* 1998 Jul/Set.; 14(3):613-16, doi: 10.1590/S0102-311X1998000300018.
4. Beltrame FL, Ferroni DC, Alves BRV, Pereira AV, Esmerino LA. Avaliação da qualidade das amostras comerciais de *Baccharis trimera* L.(Carqueja) vendidas no Estado do Paraná. *Acta Sci. Health Sci.* 2009 Jan./Jun.; 31(1): 37-43, doi: 10.4025/actascihealthsci.v31i1.3050
5. Farmacopeia Brasileira. 5ª. Ed., Brasília: ANVISA, Vol. 2, 2010.
6. Rodrigues PO, Gonçalves TC, Silva WB. Influência de Diferentes Sistemas de Solventes no Processo de Extração de *Calendula officinalis* L. (Asteraceae). *Acta Farm. Bonaer.* 2004 Jan.; 23(1):27-31.
7. Volpato AMM. Avaliação do potencial antibacteriano de calêndula *officinalis* (Asteraceae) para seu emprego como fitoterápico [Tese]. Curitiba (PR): Universidade Federal do Paraná; 2005. 115 p.
8. Melo JG. Controle de qualidade e prioridades de conservação de plantas medicinais comercializadas no Brasil [Dissertação]. Recife (PE): Universidade Federal Rural de Pernambuco; 2007. 96 p.
9. Biavatti MW, Leite SN. Flavonóides, cumarinas e antraquinonas. In: Práticas de farmacognosia. Santa Catarina: Universidade do Vale do Itajaí, 2005. 145 p.
10. United States Pharmacopeia and National Formulary (USP 23 – NF 18). Rockville, MD: United States Pharmacopeia Convention Inc. Vol 2, 2006.
11. Rio RGW. Métodos de controle químico de amostras de própolis [Dissertação]. São Paulo (SP): Universidade de São Paulo; 1996. 74p, doi: 10.11606/D.9.1996.tde-03112011-144830.
12. Melo JG, Martins JDGR, Amorim ELC, Albuquerque UP. Qualidade de produtos a base de plantas medicinais comercializados no Brasil: castanha-da-índia (*Aesculus hippocastanum* L.), capim-limão

- (*Cymbopogon citratus* (DC.) Stapf) e centela (*Centella asiatica* (L.) Urban). *Acta Bot. Bras.* 2007 Jan./Mar.; 21(1):27-36, doi: 10.1590/S0102-33062007000100004.
13. Silva BC, Silva F, Michelin DC. Avaliação da qualidade de amostras de *Camellia sinensis* (L.) Kuntze (Theaceae) comercializadas no município de Araras – SP. *Rev. Ciênc. Farm. Básica Apl.* 2013; 34(2): 245 – 50.
 14. Duarte MR, Bardal D. Qualidade de amostras de fármacos vegetais comercializados em Curitiba – PR. *Visão Acad.* 2002; 3(2):65-8.
 15. Zuccolotto T, Apel M, Rates SMK. Avaliação da qualidade de produtos fitoterápicos comercializados em Porto Alegre- RS. *Rev. Inst. Adolfo Lutz.* 1999 Jul./Dez.; 58(2):25-31.
 16. Barbosa MCS, Belletti KMS, Corrêa TF, Santos CAM. Avaliação da qualidade de folhas de boldo-do-chile (*Peumus boldus* Molina) comercializadas em Curitiba, PR. *Rev. Bras. Farmacog.* 2001; 11(1): 1-4, doi: 10.1590/S0102-695X2001000100001.
 17. Amaral FMM, Coutinho DF, Ribeiro MNS, Oliveira MA. Avaliação da qualidade de drogas vegetais comercializadas em São Luís/Maranhão. *Rev. Bras. Farmacog.* 2003; 13(1):27-30, doi: 10.1590/S0102-695X2003000300011.
 18. Brandão MGL, Alves RMS, Moreira RA, Oliveira P, Vieira MT, Moreira-Campos LM. Qualidade de amostras comerciais de chás de plantas medicinais. *Rev. Bras. Plantas Med.* 2002; 5(1):56-9.
 19. Melo J G, Nascimento VT, Amorim ELC, Lima CSA, Albuquerque UP. Avaliação da qualidade de amostras comerciais de boldo (*Peumus boldus* Molina), pata-de-vaca (*Bauhinia* spp.) e ginko (*Ginkgo biloba* L.). *Rev. Bras. Farmacog.* 2004; 14(2):111-20, doi: 10.1590/S0102-695X2004000200004.
 20. Maciel MAM, Pinto AC, Veiga Jr VF. Plantas medicinais: a necessidade de estudos multidisciplinares. *Quím. Nova.* 2002; 25(3):429-38, doi: 10.1590/S0100-40422002000300016.
 21. Santos LMO, Oliveira LA, Tibulo EPS, Lima CP. Análise de amostras de flores de Calêndula (*Calendula officinalis* L., Asteraceae) comercializadas na grande Curitiba. *Rev Ciênc Farm Básica Apl.* 2015; 36(2):251-58.
 22. Nascimento FS, Taveira CC. Avaliação da qualidade de amostras de *Camellia sinensis* (L.) Kuntze (Chá-verde) comercializados no Distrito Federal–Brasil. *An. Prod. Inic. Cient. Disc.* 2010; 13(17):63-80.
 23. Fukuda M, Ohkoshi E, Makino M, Fujimoto Y. Studies on the constituents of the leaves of *Baccharis dracunculifolia* (Asteraceae) and their cytotoxic activity. *Chem. Pharmac. Bul.* 2006; 54(10):1465–8.
 24. Simões-Pires CA, Debenedetti S, Spagazzini E, Mentz LA, Matzenbacher NI, Limberger RP, Henriques AT. Investigation of the essential oil from eight species of *Baccharis* belonging to sect. *Caulopterae* (Asteraceae, Astereae): a taxonomic approach. *Plant Syst. Evol.* 2005; 253(1):23-32, doi:10.1007/s00606-005-0296-6
 25. Gené RM, Cartañá C, Adzet T, Marín E, Parella T, Cañigueral S. Anti-inflammatory and analgesic activity of *Baccharis trimera*: identification of its active constituents. *Planta Med.* 1996; 62(3):232-5.
 26. Chalchat JC, Garry RPH, Michet A. Chemical composition of essential oil of *Calendula officinalis* L. (Pot Marigold). *Flavour Fragr. J.* 1991; 6(1):189-92.
 27. PDR for Herbal Medicine. 2^a Ed. New Jersey: Montvale; 2000. 499 p.
 28. Simoes CMO, Schenkel EP, Mentz LA. Farmacognosia do Produto Natural ao Medicamento. Porto Alegre: Artmed; 2017. 233 p.
 29. Simões CMO. Farmacognosia: da planta ao medicamento. 5^a Ed. Porto Alegre: Editora da UFRGS; 2003. 1102 p.