CONTROLE DE QUALIDADE DE AMOSTRAS DE *HARPAGOPHYTUM PROCUMBENS* (GARRA DO DIABO), COMERCIALIZADAS NA CIDADE DE SANTOS, SP, BRASIL.

Nicole Mattos do Nascimento[1], Jose Eduardo Pandini Cardoso Filho[2]

[1] Autora, Acadêmica do 4º semestre do curso de Farmácia da Universidade Santa Cecília (UNISANTA).
[2] Orientador Prof. Dr., Docente do curso de Farmácia da Universidade Santa Cecília (UNISANTA).

recebido em 17/11/2018
aceito em 29/11/2018

Resumo: O costume do uso de plantas medicinais para fins de tratamento de doenças e alivio de sintomas vem desde a antiguidade, devido sua eficácia terapêutica e baixo custo. No entanto, em torno do século XX, houve a dissipação de uma forte linha cultural voltada para o consumo de medicamentos industrializados, o que trouxe um avanço muito grande em todos aspectos sociais e de saúde até os dias de hoje. Porém, em razão da atual busca por hábitos mais saudáveis e redução na ingesta de produtos sintéticos, o do uso de plantas medicinais conduz novamente a preferência de diversos povos do mundo inteiro. O proposito deste estudo foi avaliar se a matéria-prima vegetal, facilmente encontrada, em mercados, farmácias e lojas de produtos naturais na cidade da Santos/SP, atendem as especificações de qualidade descritos na literatura e demostrar a importância desse controle através de parâmetros já estabelecidos. Por meio de testes físico-químicos como, determinação do teor de materiais estranhos, umidade, cinzas totais e cinzas insolúveis. As análises de teor de materiais estranhos, cinzas totais e cinzas insolúveis estiveram dentro dos valores preconizados, porém a análise de teor de umidade foi a única etapa em que quase todas a amostras estudas tiveram seus resultados fora do recomendado pela monografia oficial da planta, o que revela uma certa deficiência no controle desse indicador pelos fabricantes, podendo este, em excesso, acarretar em contaminações microbianas ou hidrolise de princípios ativos com consequente perca de eficácia terapêutica.

Palavras chaves: controle de qualidade físico-químico; *Harpagophytum procumbens*; chá de garra-do-diabo; afecções reumáticas;

Abstract: The custom of the use of medicinal plants for the purpose of treatment of diseases and relief of symptoms comes from antiquity, due to its therapeutic efficacy and low cost. However, around the twentieth century, there was a dissipation of a strong cultural line aimed at the consumption of industrialized medicines, which has brought a great advance in all social and health aspects to the present day. However, because of the current search for healthier habits and reduction in the intake of synthetic products, the use of medicinal plants again leads to the preference of several peoples around the world. The purpose of this study was to evaluate if the vegetable raw material, easily found in markets, pharmacies and natural products stores in the city of Santos / SP, meet the specifications of quality described in the literature and demonstrate the importance of this control through parameters already settled down. By physical-chemical tests such as determination of the content of foreign materials, moisture, total ashes and insoluble ash. The analyzes of the content of foreign materials, total ashes and insoluble ash were within the recommended values. However, moisture content analysis was the only step in which almost all the samples studied had their results outside the official monograph of the plant. which reveals a certain deficiency in the control of this indicator by the manufacturers, which in excess may lead to microbial contamination or hydrolysis of active principles with consequent loss of therapeutic efficacy.

Keywords: physical-chemical quality control; *Harpagophytum procumbens*; claw-devil tea; rheumatic disease;

INTRODUÇÃO

É conhecido que o uso de plantas medicinais sempre se fez presente na história humana, não somente para fins alimentares, mas também devido aos seus atributos curativos. Entretanto, a forte inserção cultural do uso de medicamentos sintéticos no século XX tornou-se mais difundido do que o uso de plantas medicinais, porém em virtude a busca por hábitos mais saudáveis e combate de certas doenças de difícil tratamento, o uso de fontes naturais com propriedades terapêuticas vem ganhando cada vez mais a preferência de diversas sociedades do mundo inteiro.[1, 2]

No Brasil, a comercialização de produtos vegetais naturais vem, em sua maioria, de indústrias de pequeno porte que funcionam de modo precário, comprometendo a qualidade e a eficácia dos produtos, o que promove uma ameaça à saúde do consumidor, pois a qualidade das amostras vegetais é extremamente importante para que se tenha efeitos terapêuticos desejáveis no organismo.[3, 4]

Os chás de plantas medicinais são comercializados como alimentos pela legislação brasileira e como não possuem indicações terapêuticas, não são requeridas proporções mínimas de constituintes químicos específicos de cada espécie vegetal, diferente daqueles que são rotulados como medicamento fitoterápico.[5, 6]

A espécie *Harpagophytum procumbens*, faz parte da família das *Pedaliaceaes* e é conhecida popularmente como “garra-do-diabo”, comumente comercializada sob o nome farmacêutico de Harpagophyti radix. É uma planta herbácea, perene originaria do sudoeste oriental da África, não sendo, portanto, uma planta nativa do Brasil.[7]

Ela é reconhecida por suas propriedades anti-inflamatórias, que auxiliam no tratamento de afecções reumáticas, trazendo alivio de dores articulares moderadas e lombalgia aguda, através de suas principais classes químicas como os iridoides glicosilados, cumarinas, flavonoides, fenilpropanoides, triterpenos e diterpenos, além de estar presente no Memento Fitoterápico da Farmacopeia Brasileira, onde serve como referência a Política Nacional de Práticas Integrativas e Complementares no SUS, sendo portanto, uma planta com efeitos legitimados e bastante conhecida popularmente.[8, 9, 10]

O proposito deste estudo foi avaliar se a matéria-prima vegetal, facilmente encontrada, em mercados, farmácias e lojas de produtos naturais na cidade da Santos/SP, atendem as especificações de qualidade descritos na literatura e demostrar a importância desse controle.

OBJETIVOS

Objetivo geral:

Realizar o controle de qualidade de amostras de *Harpagophytum procumbens* ("garra-do-diabo"), comercializadas na cidade de Santos (São Paulo, Brasil).

Objetivos específicos:

- Analisar a qualidade das amostras vegetais de acordo com os parâmetros estabelecidos na Monografia de *Harpagophytum procumbens* do Ministério da Saúde e ANVISA (2012);
- Analisar as amostras de acordo com os parâmetros estabelecidos pela RDC ANVISA.[11]

PROCEDIMENTOS METODOLÓGICOS

Determinação do teor de materiais estranhos nas amostras

Após a compra dos chás de garra-do-diabo de diferentes fabricantes/fornecedores, os mesmos foram submetidos à separação de impurezas e materiais estranhos à amostra. Cabe ressaltar, que poderiam ser encontrados materiais, tais como: pedra, areia ou terra, partes de insetos, entre outros. Além destes, também foi verificado se as embalagens continham as quantidades indicadas nos respectivos rótulos.

Determinação do teor de água (umidade)

A presença de quantidade excessiva de água em drogas vegetais propicia o desenvolvimento de microrganismos, insetos e reações de hidrólise, e, consequentemente a deterioração de constituintes da droga. Por este motivo é necessário o estabelecimento de limites de umidade para as drogas vegetais, que em geral está na faixa de 8 a 14%. Três métodos são empregados: gravimétrico (dessecação), azeotrópico (destilação de tolueno) e volumétrico (Karl Fischer). O primeiro deles é o mais simples e rápido, porém não é aplicável quando a droga contém outras substâncias voláteis além da água. Os demais métodos requerem equipamentos especiais e compreendem técnicas mais complexas. Nas análises dos chás de *garra-do-diabo*, utilizamos o método gravimétrico.

Procedimento: Método gravimétrico (perda por dessecação)

Pesar uma placa de Petri e anotar a massa. Reduzir a amostra vegetal por corte ou fragmentação, até o menor tamanho possível, das partículas. Transferir cerca de 5g da amostra vegetal seca, para a placa de vidro já pesada e colocar dentro da estufa previamente aquecida (100-105^{o}C), durante 3 horas antes de efetuar a primeira pesagem. O ensaio é considerado concluído quando duas pesagens sucessivas não diferirem entre si por mais de 5mg, em seguida calcular a porcentagem de água em relação à droga seca ao ar.

Determinação do teor de cinzas totais

A determinação de cinzas totais destina-se a estabelecer a quantidade de substância residual não volátil no processo de incineração. As cinzas totais incluem as derivadas de tecido vegetal (cinzas fisiológicas) e de materiais estranhos, especialmente areia e terra aderida à superfície da droga (cinzas não fisiológicas).

Procedimento:

Pesar cerca de 2g da amostra vegetal seca e transferir para um cadinho de porcelana previamente calcinado, resfriado e pesado. Incinerar a amostra utilizando bico de Bunsen, até que todo o carvão seja eliminado, em seguida, resfriar a amostra no dessecador e pesar. Calcular a porcentagem de cinzas em relação à droga seca ao ar.

3.4. Determinação do teor de cinzas insolúveis em ácido

Cinzas insolúveis em ácido compreendem o resíduo obtido na fervura de cinzas totais com ácido clorídrico diluído, após filtragem, lavagem e incineração. Este método destina-se à determinação de sílica e constituintes silicosos da droga.

Procedimento:

Ferver em uma chapa de aquecimento o resíduo obtido na determinação de cinzas totais durante 5 minutos, com 15mL de ácido clorídrico (70g/L) SR em um cadinho de porcelana (o mesmo usado no item anterior) coberto com vidro de relógio. Lavar o vidro de relógio com 5mL de água, juntando esta água ao cadinho. Filtrar o resíduo insolúvel em um funil de Büchner. Transferir o papel de filtro para o cadinho original e incinerar utilizando bico de Bunsen, ao final da incineração (queima total de papel de filtro), calcular a porcentagem de cinzas insolúveis em ácido em relação à droga seca ao ar.

RESULTADOS

Dentro dos objetivos propostos, foram utilizadas três marcas distintas, totalizando quatro amostras vegetais para a realização dos testes de controle de qualidade, sendo elas: **A1** – Qualy Ervas (lote 1297; validade 3/18); **A2** – Qualy Ervas (lote 3467; validade 2/20); **B** – Florien Natural Nutrition (lote 051963; validade 2/2018) e **C** – Flor do Campo (lote G1187079; validade 9/2019), comercializadas na cidade de Santos (SP, Brasil). Ambas as marcas foram submetidas a avaliações como determinação de materiais estranhos, teor de umidade e cinzas, onde pôde obter-se resultados e compara-los de acordo com os parâmetros estabelecidos na Monografia de *Harpagophytum procumbens* do Ministério da Saúde e ANVISA (2012), além da RDC nº26, de 13 de maio de 2014 e suas alterações.

- Determinação do teor de materiais estranhos nas amostras:

Após à separação de impurezas (referindo-se a qualquer elemento de procedência da planta originária, mas que não faz parte da droga vegetal (farmacógeno) ou qualquer elemento que não faz parte da planta de origem, de procedência vegetal ou mineral), foram encontrados resquícios de pedra e terra. Também foi verificado se as embalagens continham as quantidades indicadas nos respectivos rótulos, a partir da pesagem em balança semi-analítica.

	AMOSTRA A1	AMOSTRA A2	AMOSTRA B	AMOSTRA C
MASSA INDICADA NO RÓTULO (g)	30g	30g	15g	30g
MASSA TOTAL (g)	30,83g	32,36g	17,22g	32,40g
MASSA DE MATERIAL ESTRANHO (g)	0,02g	0,01g	0,11g	0,02g
TEOR DE MATERIAL ESTRANHO EM RELAÇÃO A MASSA TOTAL DA AMOSTRA (%)	0,06%	0,03%	0,63%	0,06%
TEOR DE MATERIAL PERMITIDO SEGUNDO MONOGRAFIA OFICIAL DA PLANTA (%)	2%			

A Tabela acima apresenta os valores obtidos nos testes de determinação do teor de materiais estranhos para as quatro diferentes amostras. Esses valores se situaram na faixa de 0,03 a 0,63%. Como pode ser observado a partir desses resultados, não houve presença significativa de material estranho. O limite de teor estipulado pela monografia é de até 2%. Portanto, pode-se considerar que ambas marcas apresentaram valores inferiores aqueles encontrados na monografia da planta, indicando que a amostra analisada foi aprovada quanto ao teor de materiais estranhos.

- Determinação do teor de água (umidade):

A partir do método gravimétrico de dessecação em estufa, as amostras foram submetidas pesagens sucessivas e a cálculos de porcentagem, onde pôde-se definir a quantidade de água em relação à droga seca ao ar. Média obtida através de análises executadas em duplicatas.

	AMOSTRA A1	AMOSTRA A2	AMOSTRA B	AMOSTRA C
MÉDIA DO TEORES DE UMIDADE DETERMINADO NAS AMOSTRAS (%)	13,48%	14,33%	10,71%	12,28%
TEOR MÁXIMO DE UMIDADE PRECONIZADO SEGUNDO MONOGRAFIA OFICIAL DA PLANTA (%)	12%			

A Tabela acima apresenta os valores obtidos nos testes de determinação do teor de água para as quatro diferentes amostras. Esses valores encontram-se na faixa de 10,71 a 14,33%. Como pode ser observado a partir desses resultados, houve presença significativa de umidade nas amostras. O teor máximo estipulado pela monografia é de até 12%. Portanto, pode-se considerar que três das quatro amostras analisadas (exceção da **B** que manteve o teor dentro das especificações), ultrapassaram o teor máximo estabelecido na monografia da planta, sendo esses resultados fortes indicadores para possíveis ocorrências de contaminação por fungos e bactérias, podendo ainda haver diminuição da ação terapêutica por meio de hidrólises das amostras em questão, devido a presença de água excessiva.

- Determinação do teor de cinzas totais:

Realizada a incineração em uma alíquota das amostras, obteve-se a quantificação de substância residual, não volátil, advindas de tecido vegetal. Média obtida através de análises executadas em duplicatas.

	AMOSTRA A1	AMOSTRA A2	AMOSTRA B	AMOSTRA C
MÉDIA DOS TEORES DE CINZAS TOTAIS DETERMINADA NAS AMOSTRAS (%)	4,60%	4,13%	3,60%	4,30%
TEOR MÁXIMO DE CINZAS TOTAIS PRECONIZADO SEGUNDO MONOGRAFIA OFICIAL DA PLANTA* (%)	7-22%**			

(*) A monografia oficial da planta usou como parâmetro para essa análise quatro fontes distintas com preconizações diferentes entre si. (**) sendo elas: OMS e Farmacopeia Europeia (8%); Farmacopeia Espanhola (7%); British Herbal Pharmacopoeia (22%).

A Tabela acima apresenta os valores obtidos nos testes de Determinação do teor de cinzas totais para as quatro diferentes amostras. Esses valores encontram-se na faixa de 3,60 a 4,60%. Como pode ser observado a partir desses resultados, todas as amostras analisadas apresentaram valores dentro do limite preconizado. O teor máximo estipulado pela monografia varia de 7% a 22%, dependendo da farmacopeia de referência. Portanto, pode-se considerar, que todas as marcas estão em conformidade com a monografia oficial da planta.

- Determinação do teor de cinzas insolúveis em ácido:

As cinzas totais obtidas foram submetidas à fervura com ácido clorídrico, seguido de filtração, lavagem e nova incineração do papel de filtro contendo as cinzas insolúveis em HCl, resultando na determinação residual de compostos silicosos presentes na amostra. Média obtida através de análises executadas em duplicatas.

	AMOSTRA A1	AMOSTRA A2	AMOSTRA B	AMOSTRA C
MÉDIA DO TEOR DE CINZAS INSOLÚVEIS DETERMINADA NAS AMOSTRAS (%)	1,92%	0,97%	1,44%	1,19%
TEOR MÁXIMO DE CINZAS INSOLÚVEIS PRECONIZADO SEGUNDO MONOGRAFIA OFICIAL DA PLANTA* (%)	2–5%**			

(*) A monografia oficial da planta usou como parâmetro para essa análise três fontes distintas com preconizações diferentes entre si. (**) sendo elas: British Herbal Pharmacopoeia e a OMS (5%); Farmacopeia Espanhola (2%).

A Tabela acima apresenta os valores obtidos nos testes de Determinação do teor de cinzas insolúveis para as três diferentes marcas. Os valores obtidos encontram-se na faixa de 0,97 a 1,92%. Como pode ser observado a partir desses resultados, todas as amostras analisadas apresentaram valores dentro do limite preconizado. O teor máximo estipulado pela monografia varia de 2% a 5%, dependendo da farmacopeia de referência. Portanto, pode-se considerar, que todas as marcas estão em conformidade com a monografia oficial da planta.

DISCUSSÕES

Dentro do período dos testes de pureza e integridade e, a partir dos resultados obtidos, foi possível levantar pontos relevantes para maiores esclarecimentos. No intuito de apresentar os problemas encontrados no caminho, é importante dizer que a planta *Harpagophytum procumbens* não está descrita em nenhuma das edições da farmacopeia brasileira, estando disponível somente a monografia oficial elabora pela Anvisa e o Ministério da Saúde, onde os mesmos se baseiam em diferentes referências para a indicação dos teores máximos preconizados em cada análise, portanto, sem um único padrão definido, mas em muitas vezes com dois a três parâmetros distintos entre si

para um mesmo teste, o que acaba dificultando o estabelecimento de laudos conclusivos. Outro ponto, é em relação ao método para determinação de cinzas totais, onde executou-se um processo levemente diferente ao que indicado pela monografia da droga vegetal, porém, com a garantia de não interferência no resultado e sem qualquer impacto negativo para a avalição.

Notou-se também, diferenças entre marcas distintas das amostras em relação ao aspecto e forma da droga vegetal seca, sendo fato que as amostras A1, A2 e C foram comercializadas na forma mais inteiriça da planta, levemente fragmentada, ao contrário da amostra B, onde comercializou a planta em uma forma triturada, indicando a correlação com os resultados do teste de teor de umidade, o que evidencia que o método de dessecação em amostras pouco repartidas, pode não ser tão efetivo, podendo acarretar problemas em relação a qualidade e seu poder terapêutico, devido ao acúmulo de umidade.

Nas embalagens das três marcas analisadas, constam informações sobre o modo de preparo dos chás, onde cada uma delas, diferentemente entre si, indicam o melhor método de preparo, porém, na monografia oficial de *Harpagophytum procumbens* é preconizado o preparo a partir de uma colher de chá (1g) para 150mL de água (xícara de chá). Ao contrário do que indicam as marcas **A** (não consta modo de preparo), **B** (uma colher de sopa para meio litro de água) e **C** (uma colher de sobremesa para meio litro de água), percebe-se que as medidas são diferentes de uma para outra, além de não citarem a posologia para o consumo adequado. Informações estas que, interferem diretamente na terapêutica efetiva por meio da erva utilizada, o que pode trazer uma ineficiência ou alta concentração no organismo.

Por fim, a falta de obrigatoriedade de registro dos chás, conforme a RDC 27 de 6 de agosto de 2010, abre espaço para a falta de padronização entre as marcas e a discordância entre os níveis de controle de qualidade preconizados nas farmacopeias e monografias, em contraste com as apresentadas pelos distribuidores. Portanto, cabe ressaltar, a importância de aprimoramentos nas referências e leis que regem esses produtos, assim como, uma padronização no controle de qualidade desses vegetais e maiores informações à disposição da população.

CONCLUSÃO

A partir dos testes de controle de qualidade, as mostras tiveram seus resultados avaliados e submetidos aos parâmetros de referência estabelecidos na Monografia de *Harpagophytum procumbens* do Ministério da Saúde, RDC Anvisa Nº 26, de 13/05/14 e suas alterações.

As análises de teor de materiais estranhos, cinzas totais e cinzas insolúveis estiveram dentro dos valores preconizados, porém a análise de teor de umidade foi a única etapa em que quase todas a amostras estudas tiveram seus resultados fora do recomendado pela monografia oficial da planta, o que revela uma certa deficiência no controle desse indicador pelos fabricantes, podendo este, em excesso, acarretar em contaminações microbianas ou hidrolise de princípios ativos com consequente perca de eficácia terapêutica.

Os dados apresentados confirmaram a importância da realização do controle de qualidade das matérias-primas vegetais, no intuído de se obter chás medicinais padronizados, seguros e eficientes, segundo as normas estabelecidas pela legislação brasileira.

Sugere-se, portanto, alguma mobilização objetivando sensibilizar os órgãos sanitários a corrigir esse problema, para então evitar a exposição dos consumidores aos prejuízos relacionados com a qualidade das espécies comercializadas.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. MARQUES LC, OLIVEIRA KP, OLIVEIRA F, TOBIAS ML. Controle de qualidades de drogas vegetais de farmácias de manipulação de Maringá (Paraná-Brasil). Revista eletrônica de Farmácia, Vol. IV (1), 95-103, 2007.

2. SOUZA-MOREIRA TM, SALGADO HRN, PIETRO RCLR. O Brasil no contexto de controle de qualidade de plantas medicinais. Revista Brasileira de Farmacognosia, 20 (3):435-440, Jun/Jul 2010.

3. MASCHEN RC, PEREIRA CC, OLIVEIRA JP, PRADO AR. Controle de qualidade das folhas de *ginkgo bibola l.* comercializadas para decocção e infusão. Revista Sapientia – PIO XII, nº12 Nov/2013.

4. ALVARENGA FCR, GARCIA EF, BASTOS EMAF, GRANDI TSM, DUARTE MGR. Avaliação da qualidade de amostras comerciais de folhas e tinturas de guaco. Revista Brasileira de Farmacognosia, Vol.19 Abr/Jun 2009.

5. BRANDÃO MGL, ALVES RMS, MOREIRA RA, OLIVEIRA P, VIEIRA MT, MOREIRA-CAMPOS LM. Qualidade de amostras comerciais de chás de plantas medicinais. Revista Brasileira de Plantas Medicinais, Vol. 5, nº1, p.56-59, 2002.

6. CARVALHO ACB, BRANCO PF, FERNANDES LA, MARQUES RFO, CUNHA SC, PERFEITO JPS. Regulação brasileira em plantas medicinais e fitoterápicos. Revista Fitos, Vol.7 nº1 Jan/Mar 2012.

7. MINISTÉRIO DA SAÚDE E ANVISA. Monografia da espécie *Harpagophytum procumbens DC. ex Meissn* (Garra-do-diabo), 2015.

8. MACHADO CA, ROSA C. Plantas medicinais utilizadas no tratamento de doenças reumáticas: revisão. Revista Brasileira de Farmácia, Vol.88 (1): 26-32, 2007.

9. ANAUATE MCC, TORRES LMB, MELLO SBV. Uso dos fitoterápicos, *Harpagophytum procumbens* (garra-do-diabo) e *Uncaria tomentosa* (unha-de-gato) no tratamento da osteoartrite de coluna lombar. 2009. Artigo em hipertexto. Disponível em: <http://www.infobibos.com/Artigos/2009_4/fitoterapicos/index.htm>. Acesso em 18/04/2017.

10. ANVISA – AGÊNCIA NACIONAL DE VIGILANCIA SANITÁRIA. Memento Fitoterápico Farmacopeia Brasileira. 1º edição, 2016.

11. RDC ANVISA. RDC Nº 26 de 13 de maio de 2014 e suas alterações (RDC66/14; RDC 77/16; RDC 93/16; RDC 105/16 e RDC 106/16).