UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO
INSTITUTO DE QUÍMICA

INVESTIGAÇÃO DE MODOS DE EXTRAÇÃO APLICADOS A PLANTAS DE USO FITOTERÁPICO E TÓPICO

NEIDE MITSUE FUJIYA

(Tese de doutorado)

Orientador: Marina Franco Maggi Tavares

São Paulo

Julho / 2006

"Embora ninguém possa voltar atrás e fazer um novo começo, qualquer um pode começar agora e fazer um novo fim"

Francisco da Silva Xavier

Aos meus pais Tomichi e Setuko pela demonstração de força, de coragem, de fé e por tudo que puderam me proporcionar. A minha total gratidão!!!!!

`As minhas irmãs Cláudia, Márcia e Cristina pela amizade, generosidade, carinho !!!

Ao meu cachorrinho Lucky tão pequenino mas tão grande na imensidão de sua alegria!!!

Obrigada por vocês existirem em minha vida e pela demonstração da verdadeira palavra "família".!!!!!

In memorian

Ao meu querido amigo Wilson Roberto Toselli, por sua amizade, alegria.

Você ainda permanece conosco!!!

AGRADECIMENTOS

À professora Dra. Marina F. M. Tavares pela orientação, todo o meu reconhecimento e gratidão.

`A Farma Service Bioextract Ltda., especialmente ao sr. Nestor Pinto Neto e sr. Levi Oliveira Jr. por todo o apoio prestado para a realização desta tese e permissão de uso do equipamento de eletroforese capilar, toda minha gratidão.

Aos integrantes do grupo LACE: Alessandra, Ana Carolina, Claudinei, Edgar, Fabiana, Fernando, Gustavo, José Luiz, Juliana, Luiz, Maria de Lourdes, Marcia, Marcone e dona Fátima pela colaboração e especialmente à Elisabete Alves por continuar a ser a grande amiga que é. Obrigada por me ensinarem tanto!

À todos do laboratório do professor João Pedro Farah, a todo o pessoal do Bloco 11 superior e inferior, por toda a ajuda prestada.

Em especial aos meus queridos amigos: Ana Shiguihara, André Porto, Áurea Garcia, Elizângela Dutra, Ivan Rebustini, Karina de Oliveira, Luciano Xavier, Marcos Flores Jr e Roberto Lima. Vocês são muito importantes para mim!!!!

Ao professor André Fernando de Oliveira e família pela confiança e ajuda prestada em Mogi das Cruzes.

Ao Gabriel e Fernanda Mares pela generosidade e pela forma carinhosa que sempre me trataram. Obrigada de coração!

Ao Celso Blatt pela atenção e prestação de serviços.

Ao Grupo Socorrista Maria de Magdala pelos momentos de paz e reflexão.

Ao "sensei" José Roberto Bueno pelos belos ensinamentos (não somente do aikido) refletidos nas ações do Grupo Ação Harmonia.

À professora de natação Maria de Lourdes (Mé) pelas didáticas aulas de natação que me fez desafiar um de meus maiores medos. A minha total gratidão!!!

Ao Chico e Jailton do xerox, pessoal da secretaria de pós-graduação e da biblioteca do Instituto de Química.

A todos que contribuíram diretamente e indiretamente para a realização e finalização desta tese.

Ao CNPq pela bolsa concedida.

LISTA DE ABREVIATURAS E SÍMBOLOS

λ	Comprimento de onda
η	Viscosidade
ε	Constante dielétrica
ζ	Potencial zeta
ε_0	Permissividade do vácuo
μ_{ap}	Mobilidade aparente
μ_{ef}	Mobilidade efetiva
μ_{ep}	Mobilidade eletroforética
μ_j	Mobilidade iônica de cada espécie
α_j	Fração molar
μ_{osm}	Mobilidade do fluxo eletrosmótico
3,5 DNB	Ácido 3,5 dinitrobenzóico
ACN	Acetonitrila
Adin	6-O-Acetildaidzina
Agin	6-O-Acetilgenistina
Aglin	6-O-Acetilglicitina
ANVISA	Agência Nacional de Vigilância Sanitária
Brij-35	Polioxiletileno-23-lauril-éter
CE	Eletroforese Capilar
CEC	Eletrocromatografia capilar
CG	Cromatografia Gasosa
CGE	Eletroforese Capilar em Gel
CMC	Concentração Micelar Crítica
CTAB	Brometo de Cetiltrimetilamônio
CTAC	Cloreto de Cetiltrimetilamônio
DAD	Detector por Arranjo de Diodos
De	Daidzeina
Di	Daidzina
DOU	Diário Oficial da União
DSHEA	Dietary Supplement Health and Education
E	Campo elétrico
EOF	Fluxo eletrosmótico

FSCE	Eletroforese Capilar em Solução Livre
Ge	Genisteina
Gin	Genistina
Gli	Gliciteina
Glin	Glicitina
HG	Hidroglicólico
HIBA	Ácido Hidroxibutírico
HPLC	Cromatografia Líquida de Alta Eficiência
K_a	Constante de dissociação
L_d	Comprimento do capilar até o detector
LLE	Extração líquido-líquido
L_{tot}	Comprimento total do capilar
Mdi	6-O-Malonildaidzina
MEKC	Cromatografia Capilar Eletrocinética
Mgin	6-O-Malonilgenistina
Mglin	6-O-Malonilglicitina
MS	Massas
MSPD	Dispersão da Matriz em Fase Sólida
OMS	Organização Mundial da Saúde
OPS	Organização Panamericana da Saúde
PDC	Piridinodicarboxílico
RDC	Resolução de Diretoria Colegiada
SDS	Dodecil Sulfato de Sódio
SPE	Extração em Fase Sólida
Sudan III	1-(p-phenylazophenylazo)-2-naphthol
TBS	Tetraborato de sódio
t_{mig}	Tempo de migração
Tris	Tris-hidroximetilaminometano
TTAB	Brometo de Tetradeciltrimetilamônio
USFDA	United States Food and Drug Administration
USP	United States Pharmacopoeia
UV	Ultravioleta
v_{ef}	Velocidade eletroforética

Vis	Visível
v_{osm}	Velocidade eletrosmótica

SUMÁRIO

LISTA DE ABREVIATURAS E SÍMBOLOS..... vi
LISTA DE FIGURAS..... xvi
LISTA DE TABELAS..... xix
RESUMO..... xxi
ABSTRACT..... Xxii
CAPÍTULO 1 – INTRODUÇÃO..... 1
1.1 - Plantas Medicinais..... 2
1.2 - Metabolismo das Plantas..... 3
1.3 - Índices Econômicos..... 5
1.3.1 - A Situação Brasileira..... 6
1.3.1.1 - Vigilância Sanitária..... 6
1.3.1.2 - Dados Econômicos Brasileiros..... 7
1.4 - Extração..... 8
1.4.1 - Extração Sólido-Líquido..... 9
1.4.1.1 - Extração por Maceração..... 10
1.4.1.2 - Extração por Ultrassom..... 10
1.4.1.3 - Dispersão de Matriz em Fase Sólida 12
1.4.1.4 - Extração por Soxhlet 15
1.4.1.5 - Extração por Percolação..... 15
1.4.2 - Extração Líquido-Líquido..... 15
1.4.3 - Extração em Fase Sólida..... 17
1.5 - Eletroforese Capilar..... 18
1.5.1 - Fundamentos da Eletroforese Capilar..... 18
1.5.2 - Mobilidade Eletroforética..... 20
1.5.3 - Mobilidade Efetiva..... 21
1.5.4 - Fluxo Eletrosmótico..... 22
1.5.5 - Inversão do Fluxo Eletrosmótico..... 23
1.5.5.1 - Método de Detecção Indireta na Análise de Compostos Aniônicos..... 24
1.5.5.2 - Método de Detecção Indireta na Análise de Compostos Catiônicos..... 25
1.5.6 - Eletroforese Capilar em Solução Livre..... 27

1.5.7 - Cromatografia Eletrocinética Micelar..... 29
1.5.8 - Eletroforese Capilar de Extratos Vegetais e Produtos Naturais..... 32
1.6 - REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS..... 32
CAPÍTULO 2 – OTIMIZAÇÃO DA EXTRAÇÃO E VALIDAÇÃO DE ISOFLAVONAS EM CÁPSULAS DE SOJA..... 38
2.1 - A Soja..... 39
2.1.1 - Benefícios da Soja..... 41
2.1.2 - Índices Econômicos 42
2.1.3 - Técnicas Usadas para Determinação de Isoflavonas..... 42
2.1.4 - Extração de Isoflavonas..... 43
2.2 - OBJETIVO..... 44
2.3 - PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL..... 44
2.3.1 - Instrumentação..... 44
2.3.2 - Reagentes, Padrões e Soluções..... 45
2.3.3 - Amostra e Seu Preparo..... 45
2.3.4 - Validação..... 47
2.3.4.1 - Linearidade..... 47
2.3.4.2 - Precisão..... 47
2.3.4.3 - Exatidão..... 47
2.4 - RESULTADOS E DISCUSSÃO..... 47
2.4.1 - Otimização da Separação..... 47
2.4.2 - Otimização do Solvente para Dissolver os Analitos..... 47
2.4.3 - Otimização da Extração..... 48
2.4.4 – Identificação Tentativa dos Compostos 50
2.4.4.1 – Produto Obtido após Hidrólise..... 52
2.4.5 - Validação..... 54
2.4.6 – Determinação das Amostras..... 57
2.5 - CONCLUSÕES..... 59
2.6 - REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS..... 59
CAPÍTULO 3 – EXTRAÇÃO DE METABÓLITOS E NUTRIENTES DA FOLHA DA SOJA..... 63
3.1 - Folha da Soja..... 64

3.1.1 - Flavonóides 64
3.1.1.1 - Extração e Análise de Flavonóides..... 67
3.1.2 - Ácidos orgânicos..... 69
3.1.2.1 - Extração e Análise dos Ácidos Orgânicos..... 69
3.1.3 - Cátions..... 69
3.1.3.1 - Extração e Análise dos Cátions..... 70
3.1.4 - Nitrato, Nitrito..... 71
3.1.5 - Açúcares..... 71
3.1.5.1 - Extração e Análise de Açúcares..... 71
3.1.6 - Ácidos Graxos..... 72
3.1.6.1 - Extração e Análise de Ácidos Graxos..... 73
3.2 - OBJETIVO..... 73
3.3 - PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL..... 74
3.3.1 - Amostra da Folha de Soja..... 74
3.3.2 - Flavonóides..... 74
3.3.2.1 - Instrumentação..... 74
3.3.2.2 - Reagentes, Padrões e Soluções..... 74
3.3.3.3 - Amostras e Seu preparo..... 75
3.3.3.3.1 - Porcentagem de Metanol Para Extração de Flavonóides..... 75
3.3.3.3.2 - Hidrólise Ácida..... 75
3.3.3 - Cátions..... 76
3.3.3.1 - Instrumentação..... 76
3.3.3.2 - Reagentes, Padrões e Soluções..... 76
3.3.3.3 - Amostra e Seu Preparo..... 76
3.3.4 - Açúcares..... 77
3.3.4.1 - Instrumentação..... 77
3.3.4.2 - Reagentes, Padrões e Soluções..... 77
3.3.4.3 - Amostra e Seu Preparo..... 78
3.3.5 - Nitrato, Nitrito..... 78
3.3.5.1 - Instrumentação..... 78
3.3.5.2 - Reagentes, Padrões e Soluções..... 78

3.3.5.3 - Amostra e Seu Preparo..... 79
3.3.6 - Ácidos Orgânicos..... 79
3.3.6.1 - Instrumentação..... 79
3.3.6.2 - Reagentes, Padrões e Soluções..... 79
3.3.6.3 - Amostra e Seu Preparo..... 80
3.3.7 - Ácidos Graxos..... 80
3.3.7.1 - Instrumentação..... 80
3.3.7.2 - Reagentes e Soluções..... 81
3.3.7.3 - Preparação da Amostra..... 81
3.4 - RESULTADOS E DISCUSSÃO..... 82
3.4.1 - Flavonóides..... 82
3.4.1.1 - Otimização do Procedimento de Extração..... 82
3.4.1.2 - Hidrólise Ácida de Flavonóides..... 84
3.4.1.3 - Apigenina e Kaempferol Livres..... 88
3.4.1.4 - Kaempferol e Apigenina Após Hidrólise..... 88
3.4.2 - Nitrito e Nitrato..... 89
3.4.3 - Cátions..... 91
3.4.4 - Açúcares..... 93
3.4.5 - Ácidos Orgânicos 95
3.4.6 - Ácidos Graxos Livres..... 98
3.5 - CONCLUSÕES..... 99
3.6 - REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS..... 100
CAPÍTULO 4 – EXTRAÇÃO E ANÁLISE DAS CAPSAICINAS EM *Capsicum* EXPLORANDO A MSPD..... 102
4.1 - Capsaicinas..... 103
4.1.1 - Extração e Análise da Capsaicina..... 104
4.2 - OBJETIVO..... 106
4.3 - PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL..... 106
4.3.1 - Materiais e Método..... 106
4.3.1.1 - Instrumentação..... 106
4.3.1.2 - Reagentes, Padrões e Soluções..... 106
4.3.1.3 - Amostra e Seu Preparo..... 107
4.3.2 - Validação..... 108

4.3.2.1 - Linearidade..... 108
4.3.2.2 - Precisão..... 108
4.3.2.3 - Exatidão..... 108
4.4 - RESULTADOS E DISCUSSÃO..... 108
4.4.1 - Otimização das Condições de Separação..... 109
4.4.1.1 - Otimização da Composição do Eletrólito..... 109
4.4.1.1.1 - Efeito da Concentração de SDS..... 109
4.4.1.1.2 - Efeito da adição de ACN..... 110
4.4.1.2 - Otimização dos Parâmetros Instrumentais..... 111
4.4.1.2.1 - Escolha da Tensão..... 111
4.4.1.2.2 - Escolha da Temperatura..... 112
4.4.2 - Otimização da Extração por MSPD..... 113
4.4.2.1 - Escolha do Sorvente..... 113
4.4.2.2 - Escolha do Solvente de Eluição em MSPD..... 115
4.4.2.3 - Diluição da Amostra..... 117
4.4.3 - Validação..... 119
4.4.3.1 - Linearidade..... 119
4.4.3.2 - Precisão..... 119
4.4.3.3 - Exatidão..... 120
4.5 - CONCLUSÕES..... 120
4.6 - REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS..... 120
CAPÍTULO 5 – EXTRAÇÃO DE METILXANTINAS EM GUARANÁ EM PÓ E ANÁLISE DE EXTRATOS HG DE GUARANÁ E ERVA MATE..... 123
5.1 - O Guaraná e a Erva Mate..... 124
5.1.1 - Análise de Metilxantinas em Plantas..... 125
5.1.2 - Extração das Metilxantinas em Plantas..... 126
5.2 - OBJETIVO..... 127
5.3 - PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL..... 128
5.3.1 - Instrumentação..... 128
5.3.2 - Reagentes, Padrões e Soluções..... 128
5.3.3 - Amostras e Seu Preparo..... 128

5.4 - RESULTADOS E DISCUSSÃO..... 129
5.4.1 - Análise de Metilxantinas por MEKC..... 129
5.4.2 - Otimização da Extração de Cafeína em Guaraná em Pó..... 131
5.4.3 - Quantificação de Cafeína nas Amostras..... 132
5.5 - CONCLUSÕES..... 134
5.6 - REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS..... 135
CAPÍTULO 6 – EXTRAÇÃO POR ULTRASSOM DO EXTRATO HIDROGLICÓLICO DA CAMOMILA..... 137
6.1 - A Camomila..... 138
6.1.1 - Análise e Extração dos Componentes da Camomila..... 139
6.1.2 - Extração em Meio Hidroglicólico..... 140
6.2 – OBJETIVO..... 141
6.3 - PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL..... 141
6.3.1 - Instrumentação..... 141
6.3.2 - Reagentes, Padrões e Soluções..... 141
6.3.3 - Amostras e Seu Preparo..... 142
6.3.4 - Validação..... 142
6.3.4.1 - Linearidade..... 142
6.3.4.2 - Precisão..... 142
6.3.4.3 - Exatidão..... 143
6.4 - RESULTADOS E DISCUSSÃO..... 143
6.4.1 – Validação..... 145
6.5 - CONCLUSÕES..... 146
6.6 - REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS..... 146
CAPÍTULO 7 – CONCLUSÕES FINAIS..... 148
– APÊNDICE..... 150
1 - Termos e Definições..... 151
1.1 - Organização Panamericana de Saúde..... 151
1.2 - Farmacopéia Européia..... 151
1.3 - Farmacopéia Britânica..... 151
1.4 - Farmacopéia dos Estados Unidos..... 152
1.5 - Farmacopéia Brasileira..... 154

1.6 - Dietary Supplement Health and Education…… 154
1.7 - United States Food and Drug Administration……. 154
2 - REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....…. 155

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 Esquema geral do metabolismo das plantas..... 5
Figura 2 Procedimento para extração por MSPD..... 14
Figura 3 Instrumentação para eletroforese capilar..... 19
Figura 4 Representação do interior do capilar de sílica fundida mostrando a inversão do fluxo eletrosmótico..... 24
Figura 5 Representação da análise de ânions pelo método de detecção indireta..... 25
Figura 6 Representação esquemática da eletroforese capilar em solução livre..... 28
Figura 7 Representação esquemática da migração de solutos neutros por MEKC..... 30
Figura 8 Representação de um eletroferograma em MEKC..... 31
Figura 9 Estruturas das isoflavonas da soja..... 40
Figura 10 Benefícios das isoflavonas da soja..... 42
Figura 11 Meio de dissolução dos padrões de isoflavonas..... 48
Figura 12 Extração de isoflavonas em diferentes solventes e concentrações..... 49
Figura 13 Estudo do tempo de extração das isoflavonas..... 50
Figura 14 Eletroforogramas dos padrões de isoflavonas e do extrato de gérmen de soja..... 51
Figura 15 Eletroferograma do extrato de gérmen de soja após hidrólise..... 52
Figura 16 Conversão do ácido malônico a ácido acético..... 52
Figura 17 Análise do extrato de gérmen de soja a partir do método de detecção indireta..... 53
Figura 18 Eletroferogramas dos extratos de gérmen de soja após limpeza em cartucho SPE..... 54
Figura 19 Esqueleto básico de um flavonóide..... 65
Figura 20 Sub-classe de flavonóides..... 66
Figura 21 Flavonóides componentes da folha da soja..... 67
Figura 22 Resultados obtidos dos extratos metanólico da folha da soja..... 83

Figura 23 Eletroferograma da folha de soja em pH 7,0..... 84
Figura 24 Otimização do tempo de hidrólise..... 85
Figura 25 Otimização da concentração de HCl..... 86
Figura 26 Eletroferogramas do extrato da folha da soja obtido por Soxhlet e após hidrólise..... 87
Figura 27 Eletroferograma do nitrato do extrato da folha de soja..... 90
Figura 28 Eletroferograma dos cátions do extrato da folha da soja..... 92
Figura 29 Eletroferograma dos açúcares do extrato da folha da soja..... 94
Figura 30 Eletroferograma dos ácidos orgânicos do extrato da folha da soja..... 96
Figura 31 Eletroferograma dos ácidos graxos do extrato da folha de soja após saponificação..... 98
Figura 32 Eletroferograma dos ácidos graxos do óleo de soja após saponificação..... 99
Figura 33 Estruturas das principais capsaicinas..... 103
Figura 34 Variação da concentração de SDS no eletrólito..... 109
Figura 35 Efeito da adição de 5% ACN ao eletrólito..... 110
Figura 36 Efeito da adição de 10% de ACN ao eletrólito..... 111
Figura 37 Escolha da tensão..... 112
Figura 38 Escolha da temperatura de separação..... 113
Figura 39 Escolha do sorvente por MSPD..... 114
Figura 40 Escolha do sorvente..... 115
Figura 41 Escolha do eluente por MSPD..... 116
Figura 42 Escolha do eluente..... 116
Figura 43 Diluição da amostra em solvente e no eletrólito de corrida..... 117
Figura 44 Diluição da amostra em diferentes concentrações de TBS..... 118
Figura 45 Diluição da amostra em diferentes concentrações de SDS..... 118

Figura 46 Estruturas das metilxantinas..... 124
Figura 47 Separação das metilxantinas em meio micelar..... 131
Figura 48 Eletroferograma de um extrato comercial hidroglicólico de guaraná de uso tópico..... 132
Figura 49 Eletroferograma de um extrato comercial hidroglicólico de erva mate de uso tópico..... 132
Figura 50 Otimização das condições de extração de cafeína de amostras de guaraná em pó..... 133
Figura 51 Eletroferograma dos padrões da camomila e de um extrato hidroglicólico..... 145
Figura 52 Otimização da extração da camomila usando ácido clorogênico 146

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 Preparações de uso cosmético..... 9
Tabela 2 Valores da curva de calibração, coeficiente de correlação, LOD, LOQ das isoflavonas..... 55
Tabela 3 Determinação intra-dia das isoflavonas..... 55
Tabela 4 Determinação entre-dias das isoflavonas..... 56
Tabela 5 Recuperação das análises das isoflavonas em gérmen de soja..... 56
Tabela 6 Análise de isoflavonas em formulações comerciais..... 58
Tabela 7 Nomenclatura comum e oficial de alguns ácidos graxos..... 73
Tabela 8 Valores de curva de calibração, coeficiente de correlação, LOD e LOQ dos flavonóides 88
Tabela 9 Valores intra-dia dos flavonóides..... 88
Tabela 10 Quantificação de flavonóides livres presentes na folha de soja..... 88
Tabela 11 Quantificação dos flavonóides..... 88
Tabela 12 Valores de recuperação dos flavonóides..... 88
Tabela 13 Curva de calibração, coeficiente de correlação, LOD e LOQ do nitrato..... 90
Tabela 14 Valores intra-dia do nitrato..... 90
Tabela 15 Quantificação do nitrato..... 90
Tabela 16 Curva de calibração, coeficiente de correlação, LOD e LOQ para análise dos cátions..... 92
Tabela 17 Valores intra-dia dos cátions..... 93
Tabela 18 Quantificação dos cátions da folha de soja..... 93
Tabela 19 Curva de calibração, coeficiente de correlação, LOD e LOQ dos açúcares..... 95
Tabela 20 Valores intra-dia dos açúcares..... 95
Tabela 21 Quantificação de açúcares presentes na folha de soja..... 95
Tabela 22 Curva de calibração, coeficiente de correlação dos ácidos orgânicos..... 97
Tabela 23 Quantificação dos ácidos orgânicos presentes na folha de

soja..... 97
Tabela 24 Valores de coeficiente de determinação, LOD e LOQ dos capsinóides..... 119
Tabela 25 Valores intra-ensaio dos capsicinóides..... 119
Tabela 26 Valores inter-ensaio dos capscinóides..... 119
Tabela 27 Valores de recuperação dos capscinóides..... 120
Tabela 28 Figuras de mérito do método para a determinação de cafeína..... 133
Tabela 29 Quantificação de metilxantinas em extratos de erva mate e guaraná em pó..... 134
Tabela 30 Valores de curva de calibração, coeficiente de correlação, LOD e LOQ..... 145
Tabela 31 Valores Inter-dia..... 146
Tabela 32 Valores intra-dia..... 146
Tabela 33 Recuperação..... 146

RESUMO

O interesse de plantas, do ponto de vista medicinal e cosmetológico, tem levado a necessidade de eficientes métodos de extração. A preparação da amostra é uma das mais importantes fases no desenvolvimento de uma metodologia analítica em preparações herbais.

O presente trabalho teve como objetivo propor metodologias alternativas para a análise de metabólitos vegetais em produtos naturais, com ênfase em procedimentos de extração.

As seguintes plantas foram avaliadas: soja (*Glycine Max,* Fabaceae), capsicum (*Capsicum anuum,* Solanaceae), camomila (*Matricaria chamomilla,* Compositae), guaraná (*Paullinia cupana,* Sapidaceae) e erva mate (*Ilex paraguariensis,* Aquifoliaceae). As principais classes de metabólitos vegetais estudadas foram os compostos fenólicos e metilxantinas, sendo utilizada a eletroforese capilar, como técnica de análise, em solução livre e em meio micelar.

A otimização da metodologia de extração isoflavonas da soja, em cápsulas farmacêuticas, incluiu o uso de diferentes solventes, o tempo de extração, bem como a escolha do melhor solvente para a dissolução dos analitos para posterior injeção. A identificação tentativa de grupos derivados de malonil foi obtida a partir dos espectros de UV, tempo de migração e por hidrólise da amostra.

Um estudo da composição de diferentes metabólitos primários e secundários da folha de soja, a saber: flavonóides, ácidos orgânicos, açúcares, cátions, ânions e ácidos graxos livres, foi realizado por variadas formas de extrações.

Para o capsicum explorou-se a extração de capsaicinas por dispersão de matriz em fase sólida (MSPD). Os sorventes testados foram florisil, C-18 e sílica, sendo avaliados diferentes solventes para eluição.

Um estudo de otimização da extração de cafeína em amostras de guaraná em pó foi realizado, utilizando-se, como referência, um extrato obtido em Soxhlet.

Os polifenóis da camomila foram extraídos em ultrassom em diferentes tempos e temperaturas, comparada a análise por maceração e processador industrial, utilizando como extrator, o meio hidroglicólico.

ABSTRACT

The interest for plants of medicinal and cosmetic application demands methods with efficient extraction. Sample preparation is one of most important steps in the development of an analytic methodology in herbal preparation.

The present work proposes methodologies for the analysis of the secondary metabolites in natural products, with emphasis in extraction procedures.

The following plants were evaluated: soy (*Glycine max*), capsicum (*Capsicum anuum*), chamomile (*Matricaria chamomilla)*, guaraná (*Paullinia cupana*), mate (*Ilex paraguariensis*) by the use of capillary electrophoresis.

The first proposed method was applied to the determination of isoflavones in soy germ capsules from four different pharmaceutical laboratories. Peak assignment of unknown isoflavones in certain samples was assisted by hydrolysis procedures, migration behavior and UV spectra comparison.

A study of the composition of metabolites and nutrients as flavonoids, organic acids, carbohydrates, cations, anions and fatty acids were evaluated in soy leaf.

An easy, rapid method of extraction was performed for capsicnoids in *Capsicum anuum* by Matrix Solid Phase Dispersion (MSPD). Different solid phases C18, silica and florisil were tested.

To guaraná different methodologies of extraction were tested (ultrasound, turrax) compared to exhaustive Soxhlet extract.

The influence of operating parameters (temperature, time) on the extraction efficiency of chamomile by ultrasound was studied, compared extract by maceration and processing. The mixture of water and glycol was used.