



República Federativa do Brasil

Ministério do Desenvolvimento, Indústria,
Comércio e Serviços

Instituto Nacional da Propriedade Industrial



(21) BR 102023012643-0 A2

(22) Data do Depósito: 22/06/2023

(43) Data da Publicação Nacional:
31/12/2024

(54) Título: PROCESSO DE ISOLAMENTO DO POLISSACARIDEO GOMA STERCULIA FOETIDA.

(51) Int. Cl.: C08B 37/00; A61K 31/715.

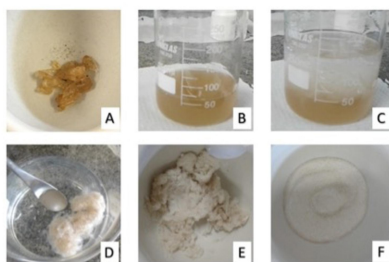
(52) CPC: C08B 37/006; A61K 31/715.

(71) Depositante(es): UNIVERSIDADE FEDERAL DE PERNAMBUCO.

(72) Inventor(es): JULIA SAMARA FERREIRA DA SILVA; ANTÔNIA CARLA DE JESUS OLIVEIRA;
JOSÉ LAMARTINE SOARES SOBRINHO; MÔNICA FELTS DE LA ROCA SOARES.

(57) Resumo: PROCESSO DE ISOLAMENTO DO POLISSACARIDEO GOMA Sterculia foetida. A presente patente de invenção trata-se do processo de isolamento da goma Sterculia foetida, obtida a partir do exsudato do caule destas árvores, com o objetivo de obter a goma isolada livre de impurezas e com um bom rendimento, além de manter as características de interesse do polímero, para ser aplicado em formulações alimentícias, cosméticas ou farmacêuticas. O processo de isolamento envolve etapas de separação de impurezas brutas, trituração, dissolução, agitação, aquecimento, adição de NaCl, filtração, verificação de pH, precipitação, lavagem, evaporação do solvente, secagem e posterior caracterização. Ao término do processo, obtêm-se a goma isolada em pó. Considerando as propriedades de interesse econômico da goma Sterculia foetida, como agente gelificante, estabilizante, espessante, excipiente farmacêutico, a aplicação de um método eficaz, de baixo custo e com maior rendimento do polissacarídeo, irá facilitar a disponibilidade deste material promissor.

Figura 1



PROCESSO DE ISOLAMENTO DO POLISSACARIDEO GOMA *Sterculia foetida*.

Campo da invenção

[001] A presente patente de invenção refere-se ao processo de isolamento da goma oriunda do exsudato do caule ou galhos de árvores da espécie *Sterculia foetida* L., através do processo de isolamento deste biopolímero com propriedades de interesse comercial. O método de isolamento é utilizado para remover impurezas presentes na goma bruta (cascas de árvore, metabólitos secundários, sais, proteínas, ácidos nucleicos) e ao final do processo, obtêm-se a goma isolada. A produção de exsudato pode ocorrer fisiologicamente na planta, mas na maioria dos casos são produzidos como mecanismo de defesa em processos patológicos, como invasão parasitária de microrganismos, insetos ou danos físicos. O exsudato da espécie *Sterculia foetida* L., pertencente à família Sterculiaceae, quando isolado, torna-se um material rico em polissacarídeos complexos com propriedades de interesse industrial, como agente espessante, gelificante, estabilizante, mucoadesivo, para formação de hidrogéis, com potencial aplicação em diversas áreas (alimentícia, cosmética e farmacêutica).

Fundamentos da invenção

[002] A árvore *Sterculia foetida* L., conhecida popularmente como chichá-fedorento ou castanha-da-Índia é uma espécie exótica presente em regiões de clima tropical, é nativa da África Oriental até a Austrália e cultivada em países como Índia e Indonésia (SILITONGA et al, 2013). Foi introduzida no Brasil como árvore ornamental de praças e parques, no entanto, seus subprodutos possuem grande potencial de aplicação industrial, em especial a goma obtida do exsudato desta árvore, que vem sendo aplicada em formulações farmacêuticas (LIMA et al, 2018; LIU et al, 2020). Existem diversos métodos de isolamento de gomas, estes métodos envolvem etapas de separação, complexação com íons metálicos ou sais de amônio quaternário, precipitação com etanol ou acetona, diálise, liofilização, entre outras (LE CERF et al., 1990; COSTA; RODRIGUES; PAULA, 1996).

[003] Em seguida, você deve apresentar o problema técnico que ainda não foi solucionado pelo estado da técnica e mostrar como sua invenção resolve esse problema. Ou seja, você deve mostrar as diferenças da sua invenção em relação às invenções do estado da técnica e apresentar as vantagens da sua. É muito importante destacar o benefício ou efeito técnico da sua invenção (mais eficiente, mais barata, ocupa menos espaço, não contém elementos tóxicos para o meio ambiente etc.), pois o examinador de patentes levará isso em consideração durante o exame do seu pedido de patente.

[004] O método Rinaudo-Milas, desenvolvido para isolamento de gomas, possui etapas de trituração, dissolução em água, ajuste de pH, filtração e precipitação com EtOH. O método Anderson envolve etapas de trituração, dissolução em água, filtrações, diálise e liofilização (RODRIGUES et al, 1993). A goma do chichá (*Sterculia striata* L.), oriunda de espécie do mesmo gênero e composição semelhante, possui um método de isolamento de um sal de sódio. Envolve etapas de filtração, ajuste de pH, precipitação com etanol e acetona, secagem e outros processos, nos quais ao final obtêm-se a goma purificada, que é utilizada para estudos acadêmicos (BRITO et al, 2004).

[005] A goma oriunda do exsudato da árvore *Sterculia foetida* L. é similar à goma karaya e devido suas características físico-químicas, a goma tem sido empregada como agente mucoadesivo, agente estabilizante e no desenvolvimento de nanopartículas, sendo promissora como matriz hidrofílica em sistemas de liberação controlada de fármacos e também como excipiente farmacêutico (KUDLE et al, 2013; BENDGUDE et al, 2010). A goma *Sterculia foetida* (GSF) é um polissacarídeo ramificado extraído do exsudato de caules de árvores da espécie *Sterculia foetida* L. A GSF é caracterizada quimicamente pela presença de 37-42% de ácidos urônicos (ácidos D-galacturônicos e glucurônicos), 57% de açúcares neutros (D-galactose, L-ramnose) e 10% de grupamentos acetil (CHIVATE et al, 2008; MADHUSUDHAN et al, 2019).

[006] Em solução aquosa, forma-se uma camada superficial gelatinosa altamente viscosa, por possuir natureza carregada das unidades de monossacarídeos e seus arranjos estruturais, que são responsáveis por suas propriedades físicas, como hidratação e formação de gel (QUAN et al., 2019).

[007] A invenção apresentada na presente patente trata-se de um método de isolamento inédito para esta goma e envolve etapas simples, como dissolução em água, ajuste de pH, aquecimento, precipitação, além de obter um polímero isolado e de bom rendimento.

Breve descrição dos desenhos

A Figura 1. Esquema de isolamento da goma.

A Figura 2. Espectro do infravermelho da goma *Sterculia foetida* isolada

A Figura 3. Análise de textura da goma *Sterculia foetida* 1% (p/v)

A Figura 4. Variação de textura de força versus tempo

A Figura 5. Identificação fitoquímica da goma *Sterculia foetida* isolada

Descrição da invenção

[008] Devido seu potencial aplicação industrial em áreas como alimentícia e farmacêutica, a utilização de métodos de isolamento eficientes, de baixo custo e de bom rendimento, irão proporcionar um aumento na disponibilidade e oferta e deste material para caracterização e aplicação nas mais diversas áreas de conhecimento.

[009] O método descrito na presente patente resultou na obtenção de um material com maior rendimento em comparação a métodos já descritos e apresentou uma goma livre de impurezas, para utilização nas mais diversas áreas.

[0010] O processo refere-se ao isolamento da goma através da eliminação de impurezas que podem estar presentes no exsudato e foi baseado no método de um sal de sódio, descrito por Brito et al. (2004), com modificações. Os reagentes utilizados no isolamento serão descritos a seguir: Etanol ($\text{CH}_3\text{CH}_2\text{OH}$), cloreto de sódio (NaCl) e hidróxido de sódio (NaOH) foram adquiridos da Química Moderna® e acetona ($(\text{CH}_3)_2\text{CO}$) da Dinâmica®.

[0011] Inicialmente, o exsudato (de coloração variando de incolor até marrom-escuro) foi coletado do caule das árvores, pela técnica de estriagem descendente, da esquerda

para a direita, em estrias de 20 cm de comprimento por 2 cm de largura (LIMA et al, 2001). O exsudato produzido foi coletado após 15 dias. Caso o material esteja úmido e pegajoso, o exsudato deve ser seco em estufa na faixa de 30°C a 35°C para remover o excesso de água. Esta etapa adicional irá facilitar a separação de impurezas brutas. Em seguida, foram descartadas impurezas visíveis, como cascas e pedaços do caule. O material foi triturado manualmente com auxílio de um almofariz de porcelana e pistilo até obter-se um pó de coloração bege, para facilitar a dissolução do material.

[0012] Na próxima etapa, o exsudato triturado foi dissolvido em água destilada (1% p/v), para cada 1g de material são adicionados 100 mL de H₂O sob agitação constante e aquecimento (60°C) por 24 h. O aquecimento é necessário pois possibilita a dissolução de grumos gelatinosos formados pelo intumescimento das partículas do exsudato em contato com a água, pois o material é parcialmente solúvel em água à temperatura ambiente.

[0013] Posteriormente, na solução de aspecto viscoso, foi adicionado NaCl (1% p/v). Nesta etapa, o NaCl atua na remoção de outros sais (Ca²⁺, Mg²⁺) e substituição pelo sal de sódio. O pH da solução foi verificado e ajustado para a faixa 7,0 (com NaOH 0,1M) caso necessário. Após verificação de pH, a solução foi filtrada em funil de vidro para remoção de impurezas.

[0014] Na etapa seguinte, a goma foi precipitada com etanol na proporção inicial 4:1 (4 volumes de etanol para 1 volume de solução polimérica). Após a adição das primeiras quantidades de etanol, foi observado a formação de duas fases: uma fase contendo a solução polimérica e outra de etanol. A quantidade de etanol deve ser suficiente para desfazer as duas fases e precipitar o máximo de goma possível. Ao término da precipitação, foi visualizado o polímero enovelado disperso no solvente.

[0015] Em seguida, o material foi filtrado num sistema à vácuo e lavado inicialmente com etanol e posteriormente acetona. Ao término da lavagem, o polímero precipitado foi coletado e seco sob fluxo de ar quente. Após a secagem, o material foi triturado em almofariz e pistilo. Ao final do processo, obteve-se a goma isolada em forma de pó de coloração branca e com rendimento entre 40% a 50%.

[0016] Os produtos foram caracterizados por:

[0017] Os espectros de infravermelho por transformada de Fourier dos modificados foram obtidos no espectrômetro Perkin Elmer de 400, no módulo ATR, na faixa de 4000 a 700 cm^{-1} . Pela combinação de 16 scans com uma resolução de 4 cm^{-1} .

[0018] Análise de textura: Os testes foram realizados em analisador de textura TA-XT plus (TA instruments®, UK) equipado com célula de carga de 5 kg e acessório de extrusão traseira (A/BE). Os ensaios foram conduzidos em temperatura de 25°C em velocidades definidas de pré-teste, teste e pós-teste de 1,5 mm.s^{-1} , 2,0 mm.s^{-1} e 2,0 mm.s^{-1} respectivamente. Os dados foram processados pelo software EXPONENT do próprio aparelho originando tabelas e gráficos.

[0019] A identificação fitoquímica da goma foi baseada em métodos colorimétricos (qualitativo). Todos os ensaios foram conduzidos em triplicata.

[0020] Alcaloides: Para a determinação da presença de alcaloides, foi utilizado 0,02 g da GSF, mantida sob agitação com 2 mL de HCl 1%, seguido de filtração. Em seguida, foi gotejado o reagente de Dragendorff, preparado pela mistura de 1,7 g de subnitrito de bismuto em 20 mL de ácido acético glacial e solução aquosa de 100 mL de iodeto de potássio a 50% em 1 mL da solução de goma filtrada.

[0021] Taninos e fenóis: A presença de taninos e fenóis foi determinada pela dissolução de 50 mg da goma em pó em 5 mL de água destilada. Posteriormente, foram adicionadas 1 a 2 gotas de solução etanólica a 1% de FeCl_3 . A mudança de cor ou formação de precipitado indica resultado positivo quanto à presença de taninos e fenóis.

[0022] Ácidos orgânicos: O reagente de Pascová foi preparado pela dissolução de 0,075g de verde de bromocresol e 0,25 g de azul de bromofenol em 100 mL de etanol (Solução A) e 0,25 g de permanganato de potássio (KMnO_4) e 0,25 g de carbonato de sódio (Solução B) dissolvidos em 100 mL de água destilada. O reagente foi obtido pela mistura de 9 partes da Solução A para 1 parte de Solução B (9:1). Em seguida, para determinação de ácidos orgânicos, 50 mg de GSF foram dissolvidos em 5 mL de água destilada. Posteriormente, 2 mL da solução obtida foram transferidos para um tubo de ensaio e adicionadas 3 gotas do reagente de Pascová.

[0023] Açúcares redutores: A presença de açúcares redutores foi determinada com o reagente de Fehling. Inicialmente, 50 mg da GSF foi dissolvida em água destilada. Separadamente, foi adicionado 2 mL do reagente de Fehling A (34,5 g de sulfato de cobre dissolvidos em 500 mL de água destilada) e 2 mL do reagente de Fehling B (173 g de tartarato de sódio e potássio e 125 g de permanganato de potássio dissolvidos em 500 mL de água destilada). Em seguida, a mistura foi aquecida a 100 °C por 5 min em banho-maria.

[0024] Saponinas: Para identificação de saponinas, foram dissolvidos 50 mg de amostra em 5 mL de água destilada. Em seguida, o volume foi completado para 15 mL seguido de agitação vigorosa por 2 min e mantido em repouso por aproximadamente 30 min.

Exemplos de concretizações da invenção

[0025] A goma obtida através deste processo poderá ser utilizada no ramo industrial nas mais diversas formulações, como agente gelificante, estabilizante, entre outras funções.

REIVINDICAÇÕES

1. “PROCESSO DE ISOLAMENTO DA GOMA *Sterculia foetida*”, correspondente a um processo de obtenção da goma *Sterculia foetida* isolada, **caracterizado por** compreender as etapas de:

A) Remoção de impurezas manualmente e secagem do exsudato em estufa caso ainda estiver pegajoso por 2 a 4 horas na temperatura de 30°C a 35°C;

B) trituração do exsudato seco;

C) Dissolução do exsudato triturado em água destilada, no período de 24 horas, com aquecimento na faixa de 55°C a 60°C;

D) Adição de NaCl à solução;

E) Filtração da solução para remoção de impurezas insolúveis;

F) Verificação de pH e ajuste para 7,0 com NaOH 0,1 M se necessário;

G) Adição de etanol na proporção inicial 4:1, até a precipitação do polímero presente na solução;

H) filtração e lavagem do polímero precipitado em sistema à vácuo com etanol e posteriormente acetona;

I) Secagem do polímero com ar quente;

J) Trituração do polímero isolado até obter um pó.

2. PROCESSO de produção de acordo com a reivindicação 1, caracterizado por obter uma goma isolada de coloração bege a branca, de alta viscosidade.

DESENHOS

Figura 1

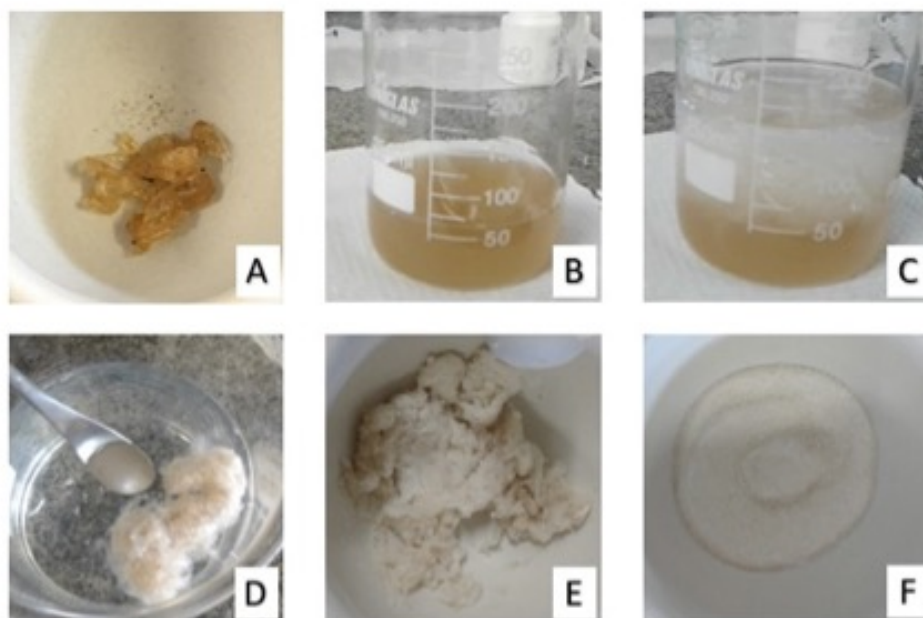


Figura 2

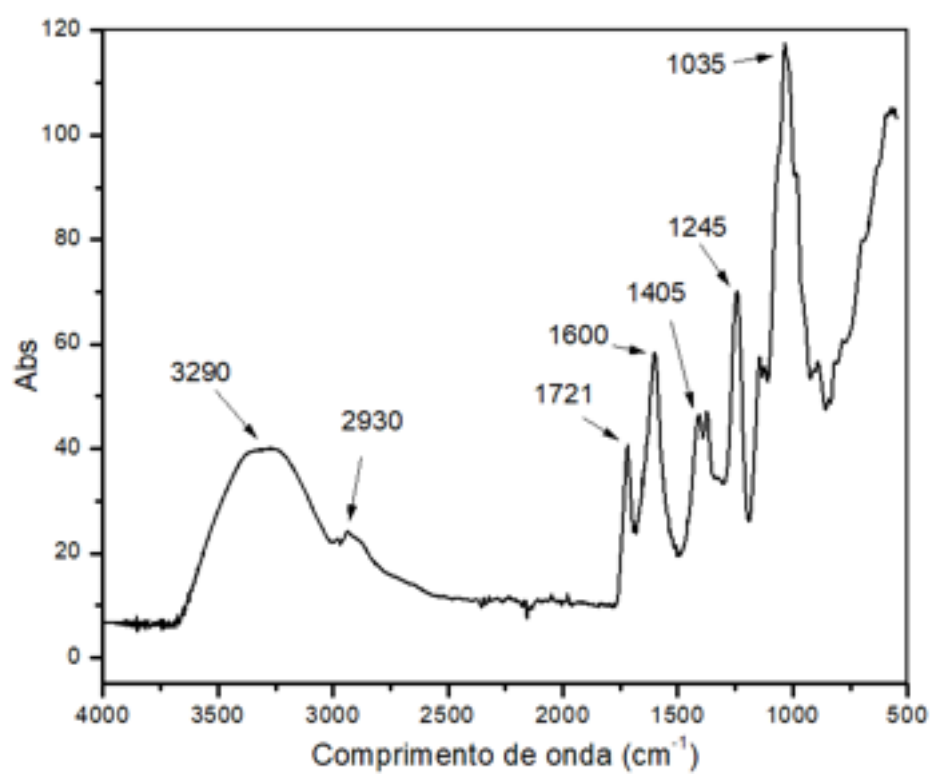


Figura 3

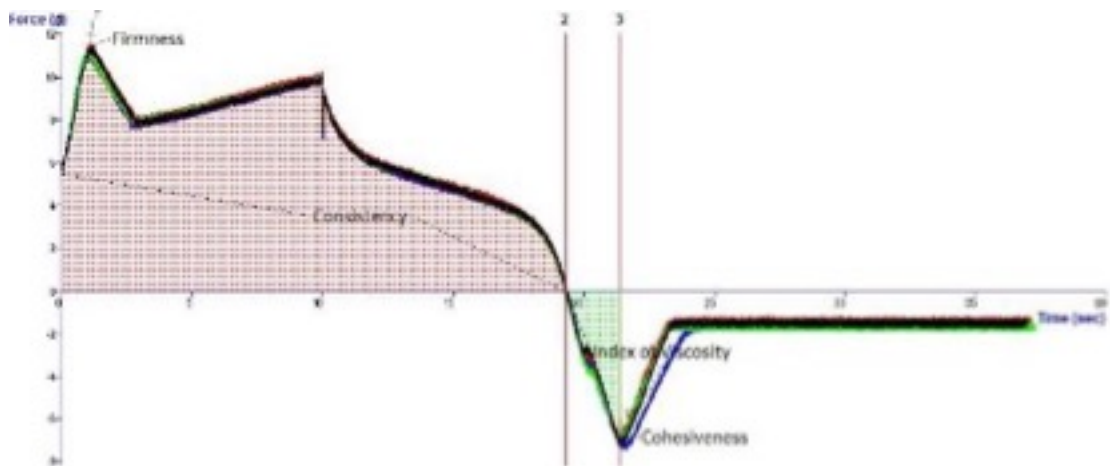


Figura 4

Parâmetro	Resultado
Dureza (g)	$11,43 \pm 0,13$
Consistência (g.s)	$136,43 \pm 1,40$
Coesividade (g)	$-7,18 \pm 0,18$
Índice de viscosidade (g.s)	$-8,13 \pm 0,75$

Figura 5

Metabólito	Resultado
Alcaloides	-
Taninos e fenóis	-
Ácidos orgânicos	+
Açúcares redutores	+
Saponinas	-

(+) presente; (-) ausente

RESUMO**PROCESSO DE ISOLAMENTO DO POLISSACARIDEO GOMA *Sterculia foetida*.**

A presente patente de invenção trata-se do processo de isolamento da goma *Sterculia foetida*, obtida a partir do exsudato do caule destas árvores, com o objetivo de obter a goma isolada livre de impurezas e com um bom rendimento, além de manter as características de interesse do polímero, para ser aplicado em formulações alimentícias, cosméticas ou farmacêuticas. O processo de isolamento envolve etapas de separação de impurezas brutas, trituração, dissolução, agitação, aquecimento, adição de NaCl, filtração, verificação de pH, precipitação, lavagem, evaporação do solvente, secagem e posterior caracterização. Ao término do processo, obtêm-se a goma isolada em pó. Considerando as propriedades de interesse econômico da goma *Sterculia foetida*, como agente gelificante, estabilizante, espessante, excipiente farmacêutico, a aplicação de um método eficaz, de baixo custo e com maior rendimento do polissacarídeo, irá facilitar a disponibilidade deste material promissor.