

## Caracterização físico-química de extrato de própolis verde

Maria Verônica Lins, Osvaldo Soares da Silva, Hugo Vieira

*Universidade Federal de Campina Grande, agrolins@yahoo.com.br, Universidade Federal de Campina*

*Grande/Pombal, Instituto Federal da Paraíba/Sousa, hugoprofessorifpb@yahoo.com.*

**Resumo:** A própolis é um produto apícola de constituição complexa, em virtude de sua origem botânica, as abelhas colhem gotas e partículas expiradas dos brotos e botões florais, que unidas a outras substâncias e secreções transformam-se em rica resina, com várias finalidades de uso pelas abelhas. O objetivo foi analisar a qualidade físico-química dos extratos de própolis verde em meio aquoso. Para os seguintes parâmetros físico-químicos: teor flavonoides, umidade, cinzas, cera. Analisar a qualidade dos extratos da própolis verde obtidos ao armazenamento e não armazenamento, em embalagens de plásticos e vidro. Foram analisadas 10 amostras de própolis verde; dividida em dois grupos A e B, para as 5 amostras do grupo A, foi submetida ao armazenamento a frio, para o grupo B, as 5 amostras foram colhidas e transportadas para o laboratório de físico-química da UFPB/Bananeiras. Que as amostras de Própolis verde bioproduzidas no município do Riachão referente a safra de 2015, 2016 para o parâmetro cera não está em conformidade com a legislação vigente, para os aspectos físico-químicos de umidade, cinzas e teor flavonoides, estão em conformidade com o regulamento vigente no País. Não houve variação técnica de perda de qualidade entre o uso das embalagens de polietileno e as embalagens de vidro, para o tempo de armazenamento não significativamente discrepância importantes, merecendo ainda uma nova avaliação. Concluímos ainda que a produção da própolis verde no município do Riachão, é de qualidade resultando em um extrato também de qualidade para uso diverso.

Palavras chave: Qualidade, própolis, extrato.

### Introdução geral

A própolis é uma mistura complexa de substâncias resinosas, gomosas e também balsâmicas colhidas por abelhas (*Apis mellifera* L.) de brotos, flores e exsudados de plantas, às quais as abelhas acrescentam secreções salivares, além de cera e pólen na elaboração do produto final. (BRASIL, 2001).

Este produto apícola vem sendo amplamente estudado devido sua importância para controle e tratamento de diversos males, utilizado na forma de extratos, podendo ser o alcoólico ou aquoso, existem alguns requisitos mínimos para reconhecer a qualidade do extrato de própolis, sendo um

(83) 3322.3222

contato@conidis.com.br

[www.conidis.com.br](http://www.conidis.com.br)

produto proveniente da extração dos componentes solúveis da própolis em álcool neutro alimentício, por processo tecnológico adequado segundo (BRASIL, 2001)

Certos componentes químicos desta substância tem origem é, advir de fontes botânicas cujo pólen não foi totalmente incorporado à amostra, ou mesmo outros fatores das próprias abelhas, influenciando no perfil químico. (TEIXEIRA et al., 2003).

Sua composição química é complexa e qualitativamente e quantitativamente variável dependendo da localização geográfica e da origem botânica, partes de seus constituintes tem origem animal, outros obtidos das plantas, geralmente a atividade biológica da própolis é atribuída a estas substancias derivadas de plantas. (SALATINO, 2005).

A própolis é composta de 47% de resina, para os demais componentes: Sais minerais, ácidos fenólicos, flavonoides, ácidos graxos, ácidos cinâmicos, cafêicos, aminoácidos, alcoóis aromáticos e ésteres. Para a cera correspondem a 30% %, pólen 5%, e 4 a 15%, para as substancias voláteis e material estranho, 13%, as substâncias não identificadas. (FERNANDES, 2007).

As referencias existentes aponta correlação positiva entre a capacidade antioxidante e o teor de compostos fenólicos na própolis, principalmente com flavonoides, fenilpropanoides, prenilados e outros compostos específicos, como ácido cafeico. (GREGORIS & STEVANATO, 2010).

Há relatos relevantes sobre a própolis vem sendo usada há séculos, para várias finalidades em diferentes povos, como os egípcios, para embalsamar seus mortos e evitar a putrefação dos corpos; pelos Gregos e Romanos, agente antisséptico e cicatrizante; e pelos Incas, como antipirético. (SFORCIN & BANKOVA, 2011).

Embora estudos indiquem a presença de outros compostos da natureza antioxidante na própolis, diferentes métodos analíticos foram usados e experimentados para determinar a capacidade de ação dessas substancias, de modo que a falta de padronização limita a possibilidade da comparação entre os trabalhos já publicados. (FABRIS, et al., 2013).

Nem todas as espécies de abelhas produzem própolis da mesma forma, colônias de *Apis dorsata*, por exemplo, utiliza própolis para reforça a colmeia, já *Apis cerana*, não a utiliza para nenhuma finalidade, sendo *Apis mellifera*, que mais utiliza a própolis para as mais diversas funções dentro da colmeia, quando comparada a outros produtos de origem medicinal, a composição da própolis é muito mais variável, de tal modo que as amostras do mesma localidade possuem composições totalmente distintas. A própolis em proporções variáveis, resinas, cera das abelhas, substancias

voláteis, pólen e outros constituintes minoritários como minerais e vitaminas (WIECKIEWICZ, 2013).

Neste sentido, os conhecimentos da(s) fontes botânicas e da maior procedência da amostra adquirida e, que quando estudada contribuiriam com a desejada padronização, pois poderiam indicar características típicas de própolis de determinada origem, com sua composição química e atividade biológica, aqui no Brasil, por exemplo, são descritas propriedades biológicas e composição distintas para diferentes amostras brasileiras na mesma região (SALATINO, 2015). Objetivo desta pesquisa foi analisar a qualidade físico-química dos extratos de própolis verde em meio aquoso, submetidos ao armazenamento a frio e ao armazenamento em temperatura ambiente.

### **Metodologia**

Foram colhidas 10 amostras de própolis verde produzidas por abelhas (*Apis mellifera* L.), em apiários no município do Riachão PB, na mesorregião do Agreste Paraibano, nos seguintes períodos: 5 amostras foram colhidas em junho de 2015 em embalagens de polietileno, com capacidade para 50g, cada amostra apresentou média de peso de 12g, devidamente acondicionadas em caixa de isopor isoladas com gelo transportada para o Laboratório de bioquímica, na Universidade Federal de Campina Grande. As amostras foram armazenadas em BID modelo COEL/TLZ10, e submetidas às diferentes temperaturas e tempo de armazenamento.

Município do Riachão	Temperatura (°)	Tempo de armazenamento
Própolis verde	10°	6 meses ( jul,ago,set,out,Nov,dez,2015)
Própolis verde	15°	6 meses (jan,fev,mar,abr,mai,jun,2016)

No segundo período foram colhidas mais 5 amostras em julho de 2016, em embalagens de vidro hermeticamente fechada, com capacidade para 50g, cada amostra apresentou média de 12g, em seguida as amostras foram levadas para o laboratório de físico-química da Universidade Federal da Paraíba, no Centro de Ciências Humanas, Sócias e Agrárias em Bananeiras, em temperatura ambiente na média 27°, juntamente com a remessa das amostras armazenadas, trazidas de Campina Grande. Todas as amostras foram colhidas, seguindo o mesmo horário entre às 16H e 17H da tarde em campo. Em laboratório o procedimento das análises foram realizadas em triplicatas. Foi delimitada uma área de 400m para norte, sul, leste oeste no entorno do apiário, sendo ele o ponto

referencial para coordenadas geográficas e observadas e registradas as principais espécies vegetais.

### **Teor de cinzas**

Foram pesados 2g das amostras de própolis bruta triturada em liquidificador, (feito o registro do peso inicial), depois acondicionada em cadinho de porcelana, previamente aquecido em mufla a 600°C, por 24h, resfriado em um dessecador em seguida realizado a pesagem final das cinzas.

### **Teor de cera**

O extrato de própolis verde foi resfriado por 24h em um freezer, (500 ml), em seguida passou por filtragem a frio, com papel de filtro nº 3, seco a 50°C, tarado, recolhido e filtrado em balão volumétrico de 100 ml. Lavado o béquer, o papel de filtro com três porções de 5 ml de álcool cereal (96%), gelado completou-se o volume. Em seguida acomode o extrato. Deixe secar o papel de filtro, em temperatura ambiente, por 24h, na sequência foi realizado a secagem em estufa a 50°C, por apenas 10 minutos, foi reservado em dessecador para esfriar por 10 mais minutos.

### **Processos de preparação para extratos de própolis em meio aquoso**

Para o processo de preparação do extratos aquoso da própolis verde foi usado 20% da amostras das própolis verde in natura , 80% de água deionizada ,misturado e triturada em um liquidificador convencional, a mistura foi mantida em agitação periódica de 12h por 7 dias, em temperatura ambiente. Em seguida foram centrifugada calibragem de 8.800g com temperatura a 20°C por 20 minutos, em Fg. de 7.535 RPM. Em seguida foi realizada a filtragem do sobrenadante em papel de filtro e posto a refrigeração a 4°C. Após o descanso de 3h, o material foi submetido à nova filtragem, e levado para armazenamento sob condições ambiente de temperatura e luz.

### **Determinação de flavonoides**

Para a determinação total de flavonoides foi pelo método de espectrofotométrico utilizado com cloreto de alumínio, usar solução padrão de ácido gálico (2mg de própolis / ml extrato preparado em 80% de álcool cereal), para determinação totais de flavonoides, a partir de uma solução estoque, em balões volumétricos de 100 ml, para observa a curva com no mínimo seis pontos. Foi preparada uma solução diluindo-se em ácido gálico em balão volumétrico de 50 ml (3 mg/ml), e a parti desta solução foi pipetado os volumes em balão volumétricos de 100ml. Para a solução estoque; 2 ml; 4ml; 6ml; 8ml;10ml;20ml; Os reagentes que podem ser usados: **folin-ciocalteau** 0,2N – com água

destilada, com 5ml da solução diluída. O volume final do reagente será calculado de acordo com o número de amostras. O carbonato de sódio 7,5% preparado a partir da diluição  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  (carbonato de sódio).

O experimento foi realizado em Delineamento Inteiramente Casualizado (DIC). Com 10 tratamentos (própolis e 30 avaliações). Os resultados das análises físico-químicas foram plotados em planilhas Excel e realizadas análises de variação e teste de médias Tukey, probabilidade de 5%, com auxílio de software Statistica 7.0

## Resultados e discussão

Segue abaixo em quadro 1. As principais espécies encontradas no entorno do apiário no limite de 400m, para norte, sul, leste, oeste, o apiário foi o ponto de referencia inicial para limitar a posição geográfica e delimitação da área.

Quadro 1. Principais espécies vegetais observadas na área de colheita das amostras de própolis

NOME POPULAR	NOME CIENTIFICO	PERÍODO DE FLORAÇÃO
Amor agarradinho	<i>Antigonon leptopus</i>	Janeiro/dezembro
Amor de velho	<i>Tabernaemantana SP.</i>	Maio/ julho
Algaroba	<i>Prosopis juliflora</i>	Maio/outubro
Angico	<i>Anadenanthera colubrina</i>	Dezembro
Aroeira	<i>Schinus terebinthifolius</i>	Fevereiro/abril/Outubro/novembro
Bredoelga	<i>Portulaca olevacea</i>	
Catingueira	<i>Caesalpinia pyramidalis</i>	Fevereiro/março
Cajueiro	<i>Anacardium occidentale</i>	Agosto/novembro
Cipó balaio	<i>Pyrostagia venusta mires</i>	Março /julho
Chubinho de cuité	<i>Cardiopermum halicacabum</i> l.	Janeiro/dezembro
Cravo de defunto	<i>Tagetes erecta</i>	Março/julho
Fato de piaba	<i>Richardia grantiflora</i>	Março/julho
Favela	<i>Cnidoscolus phyllacantus</i>	Setembro/Outubro
Ipê amarelo	<i>Tabebuia chrysotricaha</i>	Agosto
Ipê roxo	<i>Tabebuia avellanadae</i>	Agosto
Juazeiro	<i>Ziziphus juazeiro</i>	Outubro
Jucazeiro	<i>Caesalpinia ferrea</i>	Outubro
Jurema branca	<i>Mimosa verrugosa</i>	Janeiro/fevereiro
Jurema preta	<i>Mimosa tenuiflora</i>	Fevereiro/abril
Leucena	<i>Leucaena leucocephala</i>	Janeiro/outubro

Mangueira	<i>Mangifera indica</i>	Dezembro
Marmeleiro	<i>Croton sonderianus</i>	Fevereiro/março
Pereiro	<i>Aspidosperma pyrifolium</i>	Fevereiro
Umbuzeiro	<i>Spondias tuberosa</i>	Janeiro
Vassourinha de botão	<i>Borreria verticillata</i>	Janeiro/dezembro
Vassoura amarela plumada	<i>Hypochoeris brasiliensis</i>	Janeiro/dezembro
Velame	<i>Croton campestris</i>	Fevereiro/março
Sucupira	<i>Bowdichia virgiliodes</i>	Janeiro/dezembro

Os escores médios para a composição físico-química da própolis verde do município do Riachão Estado da Paraíba estão descritos na Tabela 1. A seguir os resultados demonstram que a própolis deste município apresenta diferença entre si, de acordo com os parâmetros analisados.

Tabela 1. Características físico-químicas da própolis verde

Própolis Verde	Características físico-químicas			
	Umidade (%)	Cera (%)	Cinzas (%)	Flavonoides (m/m)
<b>PVA</b>				
Grupo A-EP				
Temperatura de 15°	2,66 <sup>bc</sup>	1,17 <sup>b</sup>	1,20 <sup>abc</sup>	0,388 <sup>b</sup>
Temperatura de 10°	2,17 <sup>b</sup>	1,98 <sup>bc</sup>	1,09 <sup>b</sup>	0,442 <sup>bcd</sup>
<b>PVNA</b>				
Grupo B-EV				
Temperatura de 26°	3,71 <sup>a</sup>	1,09 <sup>a</sup>	1,96 <sup>a</sup>	0,521 <sup>a</sup>
Legislação	8%	1%	5,%	>0,25% (m/m)
Valor de P	0,001	0,001	0,0001	0,001

Letras nas colunas diferem pelo teste de Tukey (5%) de probabilidade

**PVA**-propolis verde armazenada

**PVNA**-propolis verde não armazenada

**Grupo A- EP**- embalagens de polietilno

**Grupo B-EV**-embalagens de vidro

O percentual de umidade da própolis para as 30 avaliações amostraram que variou ( $P = 0,001$ ) entre 3,71% e 2,17%, respectivamente, para as amostras: **PVNA** do grupo **B-EV**; e a amostra da **PVA** do grupo **A-EP**. O valor máximo para umidade, previsto pela Normativa nº 03 (BRASIL, 2001), é de 8% para a própolis in natura, estando a em conformidade com a legislação em seguida realizado as demais análises para o extrato da própolis verde. Para o índice de cera analisado da própolis verde referente às safras de 2015 e 2016, não está em conformidade com a legislação vigente que preconiza o valor máximo para cera de 1%, os valores encontrados foram 1,98% e 1,17% respectivamente para **PVA-grupo A-EP**, para o material **PVNA-grupo B-EV**, foi de 1,09%, tecnicamente não houve diferença significativa, entre o material que sofreu armazenamento e o que não sofreu o armazenamento, para as embalagens também não houve discrepância significativa, ainda podemos afirmar que a cera é um produto biogênico que sofre influência pela complexidade da massa vegetal no entorno do apiário. Para Liberato et. al (2011) verificou teores de cera da própolis no Estado do Ceará encontrou valores similares 1,21% a 0,78%, segundo o autor estando estes valores em conformidade com a legislação. Para os valores encontrados para cinzas apresentam-se todos dentro do estabelecido pelo ministério da agricultura, com variação de 1,09% e 1,20% para a **PVA-grupo A-EP**, houve diferença significativa para o material **PVNA-grupo B-EV**, que foi 1,96%, para tanto podemos afirmar que essa diferença entre sim, no mesmo apiário está proporcionalmente ligada a massa vegetal que compõe flora disponível ao apiário, ainda é possível afirmar que essa diferença esteja também ligada ao tipo de solo onde está instalado o apiário. Ainda de acordo com, Liberato et. al (2011), corrobora com essa pesquisa por encontrar dados semelhantes no Estado do Ceará para este parâmetro que variou de 3,2% a 1,2%. A normativa nº 3/ 2001 (Brasil, 2001), preconiza que os valores para flavonoides seja de no mínimo 0,25% (m/m), desta forma os escores descritos pelos dois grupos estão em conformidade com a legislação brasileira, as medias de valores foram: 0,388; 0,442; 0,521 respectivamente, ainda considerando que esses valores em meio etílico são maiores por causa da capacidade mais eficiente do arraste do solvente. Estudo ainda em andamento.

## **Conclusão**

Que as amostras de Própolis verde bioproduzidas no município do Riachão referente a safra de 2015,2016 para o parâmetro cera não está em conformidade com a legislação vigente, para os aspectos físico-químicos de umidade, cinzas e teor flavonoides, estão em conformidade com o regulamento vigente no País. Não houve variação técnica de perda de qualidade entre o uso das

embalagens de polietileno e as embalagens de vidro, para o tempo de armazenamento não significativamente discrepância importantes, merecendo ainda uma nova avaliação. Concluímos ainda que a produção da própolis verde no município do Riachão é de qualidade resultando em um extrato também de qualidade para uso diverso.

## Referências

BRASIL. Ministério da Agricultura. **Instrução Normativa** nº 3: Regulamento técnico para fixação de identidade e qualidade de própolis. Diário Oficial da República Federativa do Brasil. Brasília, 19 jan. 2001.

BRASI. Instrução Normativa nº 3, de 19 de janeiro de 2001: Regulamento de Identidade e Qualidade de Extrato de Própolis, Ministério da Agricultura e do Abastecimento. Diário Oficial da união, Brasília, DF, 23 de jan, seção 1, p. 24-27, 2001b.

FERNANDES, F.F. et al. The “in vitro” Antifungal Activity Evaluation of PropolisG12 Ethanol extract on *Cryptococcus neiforman*. **Rev.Inst.Med.Trop.** S. Paulo, v. 49, n. 2, p. 93-95, 2007.

FABRIS, S. et al. Antioxidant properties and chemical composition relationship of European and Brazilian propolis. **Pharmacology & Pharmacy**, London, v. 4, n. 1, p. 46-51, 2013.

GREGORIS, E.; STEVANATO, R. Correlations between polyphenolic composition and antioxidant activity of Venetian propolis. **Food Chemistry**, London, v. 48, n. 1, p. 76-82, 2010.

SALATINO, Antonio. Application of propolis extract in food products: PROPOLIS RESEARCH AND THE CHEMISTRY OF PLANT PRODUCTS. **Natural Product Reports**, São Paulo, v. 28, p.925-36, 2013.

SALATINO, A. TEIXEIRA, E.W.; NEGRI, G. **Origin and chemical variation of Brazilian própolis**. E CAM v. 2 p.33-38, 2005.

TEIXEIRA et al. Indicadores da origem botânica da própolis: importância e perspectiva. **Boletim Animal de Industria**, Nova Odessa, v. 60, n. 1, p.83-106, 2003.

WIECKIEWICZ. Miernik M., Wieckiewicz M. & Morawiec T.(2013) Does propolis help to maintain oral health? **Evidence-Based Complementary and Alternative Medicine** 8p.DOI: 10.1155/2013/351062, vol. 2013.