

PURIFICAÇÃO DE COMPOSTOS BIOATIVOS PRESENTES NO PEQUI (*Caryocar brasiliense* Camb.) POR ULTRAFILTRAÇÃO

M. S. M. SA¹, F. S. MAGALHÃES¹, V. L. CARDOSO¹ e M. R. M. REIS¹

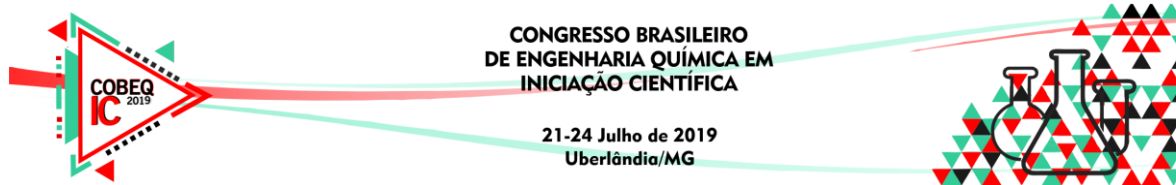
¹ Universidade Federal de Uberlândia, Faculdade de Engenharia Química
E-mail para contato: miria@ufu.br

RESUMO – A busca por maneiras de enriquecer alimentos através de fontes naturais tem crescido nos últimos anos. O pequi é uma fruta do cerrado brasileiro, que apresenta compostos fenólicos substanciais que justificam o processamento dessa fruta. O objetivo deste trabalho é a clarificação e a concentração de compostos bioativos do extrato aquoso de pequi utilizando ultrafiltração. O extrato aquoso de pequi foi preparado a uma concentração de 25 g de polpa em 100 mL de água destilada, filtrado em papel de filtro, centrifugado a 8000 rpm por 10 minutos e em seguida ultrafiltrado a 6 bar de pressão através de uma membrana de polietersulfona plana de 5kDa com área efetiva de filtração de 0,00193 m² (Microdyn-Nadir). O processo de ultrafiltração reduziu o teor de lipídeos (99,07%), sólidos totais (79,13%), sólidos solúveis (55,83%) e concentrou o teor de compostos fenólicos totais (72,86%) que justifica a eficácia do processo na retenção de moléculas maiores, como os compostos fenólicos. Foi possível perceber que a membrana de 5kDa foi eficiente para concentrar compostos bioativos e também para retenção de partículas maiores.

1. INTRODUÇÃO

O Cerrado brasileiro, segundo maior bioma do país (IBGE, 2004), possui diversos frutos nativos com potencial de exploração científica e econômica, como o Pequi (*Caryocar brasiliense* Camb.). Esse fruto é rico em proteínas, vitaminas compostos bioativos e antioxidantes, como os compostos fenólicos, podendo ser utilizados na produção de fármacos e enriquecimento de alimentos (Sarkis, 2014; Roesler *et al.*, 2007; Sa *et al.*, 2017). No entanto, o processamento desta fruta ainda é limitado, que pode ser atribuído à dificuldade no manuseio, por possuir espinhos no seu interior (Lima, 2008). A valorização dos frutos nativos de cada região, aliando seu uso na fruticultura, é uma alternativa de geração de renda para as populações locais (Oliveira *et al.*, 2017) e uma maneira de preservação ambiental em projetos de restauração de áreas degradadas (Beuchle *et al.*, 2015).

De maneira geral, a concentração de extratos oriundos de frutos é frequentemente realizada em processos com aplicação de calor, que podem danificar compostos termolábeis presentes no fruto do pequi. Uma alternativa a esses processos convencionais são os processos físicos, como centrifugação e processos de separação por membranas que são menos agressivos e eficientes (Li e Chase, 2010). Machado *et al.* (2015) concentraram o extrato aquoso de pequi pelo processo de ultrafiltração (UF) e obtiveram 65% e 98% de compostos fenólicos e



carotenoides, respectivamente, no concentrado. Cissé *et al.* (2011) retiveram 80% de antocianina aplicando uma membrana de UF, mostrando a eficiência que esse processo tem em concentrar não só compostos bioativos mas também, açúcares (Alles *et al.*, 2015). Assim, este trabalho propõe a ultrafiltração do tipo *dead-end* para a concentração de compostos bioativos presentes no extrato de pequi.

2. MATERIAIS E MÉTODOS

2.1. Processo de Extração

O extrato aquoso de pequi foi preparado a partir da adição de 25 g de polpa em 100 mL de água destilada, sob agitação magnética durante 1h a 80 °C (Magalhães *et al.*, 2018). Após esse processo, o extrato aquoso foi centrifugado a 8000 rpm por 10 min para a retirada de óleo sólidos.

2.2. Processo de Separação por Membrana

Para o processo de UF, utilizou-se um módulo de filtração de capacidade de 70 mL, onde foi adicionado 60 mL de solução na célula e esta foi pressurizada a 6 bar utilizando-se nitrogênio. Foi utilizada uma membrana de polietersulfona plana de 5kDa com área efetiva de filtração de 0,00193 m² (Microdyn-Nadir). O extrato centrifugado foi ultrafiltrado até atingir um fator de concentração igual a 2 (Fc=2,0).

2.3. Análises Físico-Químicas

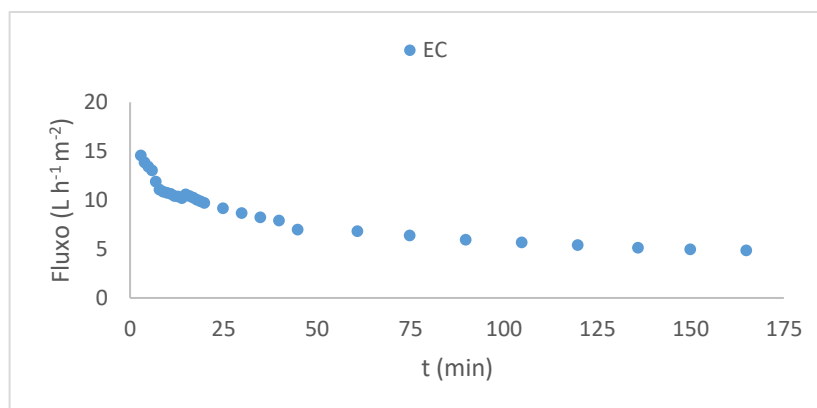
As amostras de extrato centrifugado (EC) e de seu permeado após a ultrafiltração (ECU) foram caracterizadas de acordo com o teor de fenólicos totais (TPC) determinado pelo método de Folin-Ciocalteu, descrito por Swain e Hillis (1959), teor de sólidos totais (TSC) foi encontrado colocando-se 2 mL de amostra em placas de petri e pesadas antes e após secagem em estufa a 105 °C por 24h, sólidos solúveis (SS) estipulados através de um refratômetro digital e o teor de lipídeos determinado pela metodologia sugerida por Bligh and Dyer (1959). Todas as análises foram feitas em triplicata e analisadas estatisticamente através de um Teste de Tukey com significância de 5%.

As diferenças entre médias foram avaliadas pela análise de variância (ANOVA), utilizando o teste de Tukey, com significância de 5% com auxílio do software Sisvar® 5.6.

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

O processo de ultrafiltração teve duração de 165 minutos e o fluxo estabilizado foi de cerca de 5 L h⁻¹ m⁻², o que pode ser verificado na Figura 1. Nota-se que nos primeiros 20 minutos há um decaimento mais acentuado do fluxo que pode ser atribuído à deposição de sólidos na camada superficial da membrana, característica de filtrações do tipo *dead-end* (Bacchin *et al.*, 2005).

Figura 1 - Fluxo de permeado por tempo de filtração do extrato de pequi



As características físico-químicas da polpa de pequi e do extrato aquoso antes e após o processo de ultrafiltração proposto podem ser vistos na Tabela 2.

Tabela 1 - Características físico-químicas do extrato aquoso de pequi centrifugado (EC) e ultrafiltrado (ECU)

Amostra	TPC (mgAG 100g polpa ⁻¹)	TSC (g L ⁻¹)	SS (°Brix)	Teor de Lipídeos (%)
EC	108,56 ^a ± 0,44	20,6 ^a ± 0,39	1,20 ^a ± 0,00	1,07 ^a ± 0,20
ECU	29,46 ^b ± 1,33	4,30 ^b ± 0,25	0,53 ^b ± 0,06	0,01 ^b ± 0,003

*Letras diferentes em uma mesma coluna indicam diferença estatística significativa entre as amostras (p≤0,05).

O extrato permeado apresentou redução no teor de sólidos totais, superior a 79% e uma diminuição dos valores de compostos fenólicos (72,86%), sólidos solúveis (55,83%) e teor de lipídeos (99,07%). Baklouti *et al.* (2012) na ultrafiltração do suco de romã, utilizando uma membrana de 5kDa, notaram uma redução de 55% no teor de compostos fenólicos no permeado, o que mostra que a ultrafiltração em uma membrana de 5 kDa. Machado; Mello e Hubinger, (2015) estudaram a concentração de compostos fenólicos da polpa de pequi e conseguiram reter 65% dos compostos fenólicos utilizando uma membrana de ultrafiltração de 100 kDa. A ultrafiltração foi capaz de remover quase 100% da quantidade de lipídeos presente no extrato, evidenciando a eficácia na clarificação do extrato de pequi, resultados semelhantes foram obtidos por Magalhães *et al.* (2019).

4. CONCLUSÃO

O processo de ultrafiltração através de uma membrana de 5 kDa foi capaz de reter os compostos bioativos presentes no extrato de pequi, haja visto que foi retido no concentrado cerca de 73% de TPC, evidenciando a eficiência da ultrafiltração em concentrar compostos bioativos. Além disso, observou-se também a clarificação do extrato aquoso de pequi, alcançando uma redução no teor de lipídeos superior a 99% e redução do teor de sólidos totais de 79,13%. Tanto a retenção de compostos quanto a clarificação do extrato podem ser atribuídas



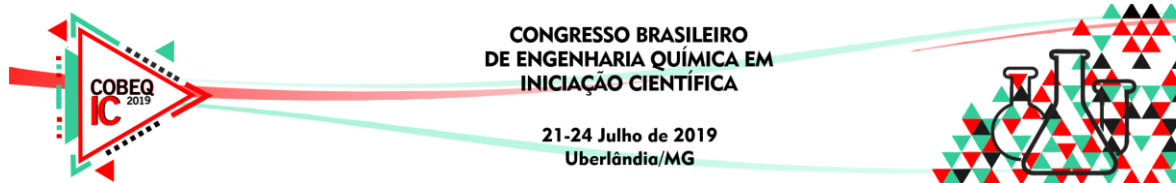
à formação de torna na membrana, que retêm os compostos fenólicos que se ligam a outros sólidos em suspensão e consequentemente a maior parte dos sólidos.

5. REFERÊNCIAS

- ALLES, M.J.L., TESSARO, I.C., NOREÑA, C.P.Z. Concentration and purification of Yacon (*Smallanthus sonchifolius*) root fructooligosaccharides using membrane technology. **Food Technol. Biotechnol.** 53 (2), 190–200. (2015).
- BACCHIN, YOLAINE BESSIERE, BRUCE JEFFERSON. Dead-end filtration of natural organic matter: experimental evidence of critical conditions. **Desalination, Elsevier**, 175 (1), pp.29-36. (2005).
- BAKLOUTI, S., ELLOUZE-GHORBEL, R., MOKNI, A., CHAABOUNI. Clarification of pomegranate juice by ultrafiltration: Study of juice quality and of the fouling mechanism. **Fruits**, 67(3), 215-225. doi:10.1051/fruits/2012010. (2012).
- BEUCHLE, R.; GRECCHI, R.C.; SHIMABUKURO, Y.E.; SELIGER, R.; EVA, H.D.; SANO, E.; ACHARD, F. Land cover changes in the Brazilian Cerrado and Caatinga biomes from 1990 to 2010 based on a systematic remote sensing sampling approach. **Applied Geography**, Amsterdam, v. 58, p.116-127, mar. (2015).
- BISWAS, P. P., MONDAL, M. AND DE, S. Primary Clarification of Bottle Gourd Juice. **Journal of Food Processing and Preservation**, 40: 226-238. doi:10.1111/jfpp.12599. (2016).
- BLIGH, E. G.; DYER, W. J. A rapid method of total lipid extration and purification. **Canadian Journal of Biochemistry and Physiology**, v. 37, n. 8, p. 911–917. (1959).
- BRIAO, V. B.; TAVARES, C. R. G. Nota Científica: ultrafiltração de efluente da indústria de laticínios para recuperação de nutrientes: efeito da pressão e da velocidade tangencial. **Braz. J. Food Technol.**, Campinas, v. 15, n. 4, p. 352-362, dez. (2012).
- CISSÉ, M., VAILLANT, F., PALLET, D., DORNIER, M. Selecting ultrafiltration and nanofiltration membranes to concentrate anthocyanins from roselle extract (*Hibiscus sabdariffa* L.), **Food Research International**, Volume 44, Issue 9, 2011, Pages 2607-2614, ISSN 0963-9969. (2011).
- IBGE. Disponível em: <<http://mapas.ibge.gov.br/biomas2/viewer.htm>>. Acesso em: 23/03/2019. (2004).
- LI, J.; CHASE, H. A. Applications of membrane techniques for purification of natural products. **Biotechnology Letters**, 32, 601-608. (2010).
- LIMA, A. Caracterização química, avaliação da atividade antioxidante in vitro e in vivo, e identificação dos compostos fenólicos presentes no Pequi (*Caryocar brasiliense*, Camb.).



- Tese (Doutorado em Bromatologia)** - Faculdade de Ciências Farmacêuticas, University of São Paulo, São Paulo, 2008. (2008).
- MACHADO, M.T.C., MELLO, B.C., HUBINGER, M.D. Evaluation of pequi (*Caryocar brasiliense* Camb.) aqueous extract quality processed by membranes. **Food and Bioproducts Processing**, 95, 304-312. (2015).
- MACHADO, M.T.C., TREVISAN, S., PIMENTEL-SOUZA, J.D.R., PASTORE, G.M., HUBINGER, M.D. Clarification and concentration of oligosaccharides from artichoke extract by a sequential process with microfiltration and nanofiltration membranes. **Journal of Food Engineering**, 180, 120-128. (2016).
- MAGALHÃES, F.S. Purificação de extrato de pequi (*Caryocar brasiliense* Camb.) utilizando coagulantes naturais e processo de separação por membranas - Uberlândia. 2018. 109 f. **Dissertação (Mestrado em Engenharia Química)** - Universidade Federal de Uberlândia, Uberlândia. (2018).
- MAGALHÃES, F.S., CARDOSO, V.L., REIS, M. H. M. Sequential process with bioadsorbents and microfiltration for clarification of pequi (*Caryocar brasiliense* Camb.) fruit extract. **Food and Bioproducts Processing**, 108, 105-116. (2018).
- MAGALHÃES, F.S.; SÁ, M.S.M.; CARDOSO, V.L.; REIS, M.H.M. Recovery of phenolic compounds from pequi (*Caryocar brasiliense* Camb.) fruit extract by membrane filtrations: Comparison of direct and sequential processes. **JOURNAL OF FOOD ENGINEERING**, v. 257, p. 26-33, 2019.
- OLIVEIRA, C.S.; GONÇALVES, L.E.N.; COUTINHO, M.P.; PEIXOTO, N.; GATTO, A. Aspectos Socioambientais da Comercialização de Pequi em Goiás. **Floresta Ambient., Seropédica**, v. 24, ne00058213. (2017).
- ROESLER, R., MALTA, L.G., CARRASCO, L.C., HOLANDA, R.B, SOUSA, C.A.S., PASTORE, G.M. *Antioxidant activity of cerrado fruits*. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, 27, 53–60 (2007).
- SA, M. S. M.; MAGALHÃES, F. S.; CARDOSO, V. L.; REIS, M. H. M. "Otimização das condições para extração aquosa de compostos fenólicos da polpa de pequi (*Cariocar brasiliense* Camb.)", p. 498-503. (2017).
- SARKIS, J. R. Extração de compostos bioativos de tortas de nozes e sementes e aplicação de tecnologias elétricas no gergelim - **Tese (Doutorado em Engenharia Química)** - Departamento de Engenharia Química – Universidade federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre. (2014).
- SOUSA, L. S. Extração e purificação dos compostos fenólicos presentes nas folhas de *Camellia sinensis*. **Dissertação de mestrado**. Universidade Federal de Uberlândia. Faculdade de Engenharia Química. Uberlândia (2016).



SWAIN, T.; HILLIS, W.E.; The phenolic constituents of *Prunus domestica*. The quantitative analysis of phenolic constituents. **Journal of the Science of Food and Agriculture**, v.10, p.63-68. (1959).