

# **EXTRAÇÃO DE PIMENTA MALAGUETA (*Capsicum frutescens* L.) A BAIXA PRESSÃO ASSISTIDA POR ULTRASSOM**

A. L. B. DIAS<sup>1</sup>, P. SANTOS<sup>1</sup>, A. C. AGUIAR<sup>1</sup>, G. F. BARBERO<sup>2</sup> e J. MARTÍNEZ<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Departamento de Engenharia de Alimentos, Faculdade de Engenharia de Alimentos, Universidade Estadual de Campinas (UNICAMP), Campinas, SP, Brasil  
E-mail para contato: julian@fea.unicamp.br

<sup>2</sup>Departamento de Química Analítica, Faculdade de Ciências, Universidade de Cadiz, Campus Excelencia Internacional Agroalimentario, Puerto Real, Cádiz, Espanha

**RESUMO** - A técnica de ultrassom baseia-se na formação de ondas ultrassônicas de alta frequência, capazes de provocar cavitação e causar ruptura na parede celular da matriz vegetal. Isto favorece a penetração do solvente, a transferência de massa e, consequentemente, o aumento do rendimento de extrato. Neste contexto, o objetivo principal do presente trabalho foi obter extratos de pimenta malagueta através da utilização do processo de extração a baixa pressão assistido por ultrassom. A matéria prima utilizada foi a pimenta malagueta desidratada e triturada. Para estudar a influência das variáveis do processo na extração, foram realizados experimentos com e sem ultrassom, nas potências e temperaturas variando de 200 a 600 W e 40 a 60 °C, respectivamente. Em todos os ensaios os parâmetros razão entre matéria prima e solvente e tempo de extração (20 minutos) foram mantidos constantes. A partir dos resultados obtidos pôde-se observar um aumento no rendimento global, na presença de ondas ultrassônicas.

## **1. INTRODUÇÃO**

As pimentas vermelhas (*Capsicum* sp.) são vegetais ricos em capsaicinoides, substâncias responsáveis pela pungência dos frutos, tendo a capsaicina como sua maior representante (DAMODARAN, PARKIN e FENNEMA, 2008). Atualmente a capsaicina é empregada no desenvolvimento de novos fármacos por possuir várias propriedades benéficas, tais como poder antioxidante, antimicrobiano, anti-inflamatório e antitumoral, além de contribuir com o controle de diabetes e alívio de dores (REYES-ESCOGIDO, GONZALEZ-MONDRAGON e VAZQUEZ-TZOMPANTZI, 2011). Tendo em vista o poder benéfico da capsaicina, existe um grande interesse no desenvolvimento de novas tecnologias para a obtenção de extratos concentrados dessa substância.

A extração de compostos ativos de matérias-primas de origem vegetal é um campo promissor na indústria de alimentos. Por outro lado, é uma tarefa complexa, pois na maioria das vezes esses compostos são substâncias termolábeis e susceptíveis a oxidação. Além disso, restrições legais estão propondo a eliminação do uso geral de solventes orgânicos em plantas industriais de extração. Portanto, há um interesse considerável em substituir processos como destilação a vapor e extrações com solventes orgânicos, tradicionalmente utilizados para obter estes compostos ativos (MARTINEZ, 2008).

A técnica de ultrassom baseia-se na formação de ondas ultrassônicas de alta frequência capazes de provocar cavitação devido aos ciclos de expansão e contração sofridos pela matéria. Tais ciclos causam ruptura na parede celular da matriz vegetal, favorecendo a penetração do solvente e a transferência de massa, consequentemente, o aumento do rendimento de extrato (TOMA *et al.*, 2001). Além disso, a utilização da técnica de ultrassom resulta em um novo arranjo na microestrutura da matéria. (UQUICHE, VALLE e ORTIZ, 2004).

Devido ao exposto, o objetivo principal do trabalho foi obter extratos de pimenta malagueta, visando ao maior rendimento global, através de diferentes técnicas de extração a baixa pressão. Adicionalmente, pretendeu-se avaliar as variáveis do processo da técnica de extração assistida por ultrassom, temperatura e potência, bem como comparar os teores de capsaicinoides obtidos por tal técnica com a metodologia convencional de obtenção desses compostos.

## 2. MATERIAL E MÉTODOS

O presente trabalho foi realizado no Laboratório de Alta Pressão em Engenharia de Alimentos (LAPEA), Faculdade de Engenharia de Alimentos (DEA/UNICAMP), em Campinas-SP. A matéria-prima utilizada foi a pimenta da variedade malagueta (*Capsicum frutescens* L.) adquirida na Central de Abastecimento de Campinas S.A. (CEASA, Campinas-SP). Os frutos foram selecionados quanto à sua integridade física e, posteriormente, higienizados através da imersão em uma solução de 100 ml/L de hipoclorito de sódio durante 20 minutos. Após esse período, os frutos foram enxaguados com água corrente para a retirada do excesso da solução higienizadora e finalmente armazenados em freezer (-18 °C) para futura utilização.

A matéria-prima foi submetida ao processo de secagem em estufa com circulação de ar forçada por 70±2 °C durante 20 horas, conforme a metodologia utilizada por Aguiar *et al.* (2013). Após a secagem, as amostras foram moídas em moinho de facas (Marconi, modelo MA 340, Piracicaba-SP) com o objetivo de homogeneizá-las e diminuir a resistência à transferência de massa durante as etapas de extração. A classificação do material moído foi realizada conforme o tamanho de partículas em um sistema vibratório (Bertel, modelo 1868, Caieiras-SP) com peneiras de abertura de 16 a 80 mesh (série Tyler, Wheeling, EUA). As massas retidas sobre cada peneira foram pesadas em balança analítica (Radwag, modelo AS 220/C/2, São Paulo-SP). O diâmetro médio das partículas foi determinado através do modelo proposto por A.S.A.E. (1998) com um valor de aproximadamente 0,94±0,03 mm.

A extração a baixa pressão assistida por ultrassom foi realizada em um sistema composto por um célula encamisada de vidro de 100 ml, banho de aquecimento, e um sistema de ultrassom composto por um transdutor, controlador e sonda ultrassônica com diâmetro (D) de aproximadamente 1 cm, conforme ilustra a Figura 1. A altura da sonda ultrassônica em relação ao becker encamisado (h) foi mantida constante em 5 cm para todos os experimentos com ultrassom. As extrações com e sem ultrassom foram realizadas com aproximadamente 3 g de matéria-prima e 60 ml solvente (etanol (Êxodo Científica/Hortolândia-SP, Brasil)), com uma razão mássica de 1:20. Além disso, o tempo de extração foi mantido constante em 20 minutos. As variáveis estudadas foram potência ultrassônica e temperatura de processo tendo como resposta o rendimento global de extrato, calculado pela relação entre massa de extrato (g) por massa de matéria-prima alimentada em cada experimento (g).

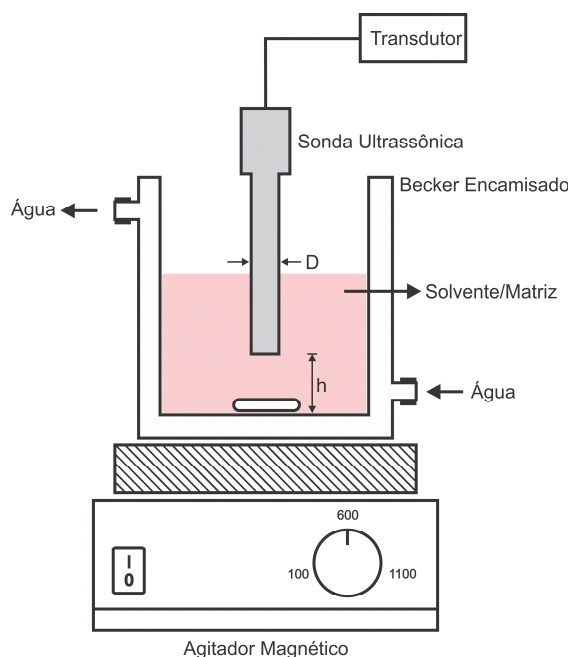


Figura 1 - Sistema de extração a baixa pressão assistido por ultrassom; D – Diâmetro da sonda ultrassônica (cm); h – Posição da sonda ultrassônica (cm).

Para comparar a extração assistida por ultrassom com uma extração convencional usando solvente orgânico, as amostras foram submetidas à técnica convencional de extração Soxhlet. Aproximadamente 5 g de matriz vegetal seca e moída foram pesadas em um cartucho de papel filtro, sendo o mesmo inserido em um extrator tipo Soxhlet. A razão mássica entre solvente e matéria-prima foi de 1:20 e o tempo de extração foi de seis horas. Foram utilizados quatro solventes diferentes: hexano P.A. (Êxodo Científica/Hortolândia-SP, Brazil), álcool etílico P.A. (Êxodo Científica), éter etílico P.A. (Êxodo Científica) e acetato de etila P.A. (Êxodo Científica). Ao final de seis horas o extrato foi recolhido e o solvente residual evaporado sob vácuo em um evaporador rotativo (Heildoph Instruments modelo Laborota 4001, Viertrieb).

As condições de processo extremas, 600 W a 60 °C e 200 W a 40 °C respectivamente, foram comparadas com a técnica convencional de obtenção de capsaicinoides (BARBERO *et al.*, 2008). Aproximadamente 1 g dos extratos obtidos foi pesado, diluído em metanol (Êxodo Científica), ajustado a um volume de 25 mL, e filtrado com o auxílio de filtros millex PVDF 0.22 µm (Millipore). Por fim, as amostras foram submetidas a um banho ultrassônico (135 W/25 KHZ - Unique ultracleaner 1450) durante 20 minutos com a finalidade de homogeneizar os extratos. As amostras da matriz vegetal desidratada foram submetidas ao mesmo processo em banho ultrassônico, conforme a metodologia de Barbero *et al.*, (2008). Uma alíquota de 1,5 mL da solução metanol/extrato foi acondicionada em um frasco âmbar para análise cromatográfica (HPLC).

Todos os ensaios foram realizados em duplicata e os resultados obtidos para rendimento global foram submetidos à análise de variância (ANOVA) e teste de Tukey, a 5% de significância, utilizando o software Statistica 6.0.

### 3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

A Tabela 1 apresenta os rendimentos globais obtidos para todos os experimentos realizados na obtenção de extratos de pimenta malagueta.

Tabela 1 – Rendimentos globais obtidos para diferentes técnicas de extração em diferentes condições de processo.

Método	Solvente	Rendimento (%)	
Soxhlet	Hexano	7,98±0,27 <sup>cde</sup>	
	Álcool Etílico	14,0±0,34 <sup>a</sup>	
	Acetato de Etila	9,20±0,20 <sup>bc</sup>	
	Diclorometano	9,30±0,30 <sup>b</sup>	
	Éter Etílico	8,60±0,40 <sup>bcd</sup>	
Extração US	Temperatura (°C)	Potência (W)	Rendimento (%)
Sem US	40	-	5,04±0,42 <sup>h</sup>
	50	-	5,93±0,17 <sup>gh</sup>
	60	-	6,71±0,07 <sup>fg</sup>
Com US	40	200	6,19±0,24 <sup>gh</sup>
		440	7,09±0,33 <sup>efg</sup>
		600	7,08±0,22 <sup>efg</sup>
	50	200	6,53±0,06 <sup>fg</sup>
		440	7,67±0,26 <sup>def</sup>
		600	7,51±0,13 <sup>def</sup>
	60	200	7,48±0,01 <sup>def</sup>
		440	8,19±0,15 <sup>bcd</sup>
		600	8,37±0,40 <sup>bcd</sup>

US – Ultrassom; Médias seguidas das mesmas letras não diferem entre si ao nível de significância de 5% pelo teste de Tukey.

Pode-se verificar na Tabela 1 que os rendimentos globais obtidos pelo método de Soxhlet, exceto utilizando hexano e éter etílico como solvente, diferenciaram-se dos valores de rendimento global obtidos nas extrações a baixa pressão com e sem ultrassom utilizando etanol como solvente, em todas as condições estudadas. Tal comportamento é explicado devido às condições de temperatura, reciclo do solvente e interações solvente/soluto do método de Soxhlet, que contribuem para a maior solubilização dos solutos da matéria-prima (MARKOM *et al.*, 2007; MAZZUTTI *et al.*, 2012). O baixo rendimento obtido para os experimentos com hexano e éter etílico pode ser explicado devido à polaridade do solvente, uma vez que o hexano tem polaridade menor que a do etanol, que por sua vez teve o maior rendimento entre os solventes testados.

As extrações a baixa pressão sem ultrassom obtiveram um rendimento global de 5,04 a 6,71 gramas de extrato por grama de matriz vegetal, ou seja, observa-se que tal variação ocorreu devido ao aumento da temperatura de processo, que possivelmente é a responsável por afetar diferentes propriedades do sistema, como viscosidade, difusividade, solubilidade, pressão de vapor e tensão superficial (BOONKIRD, PHISALAPHONG e PHISALAPHONG, 2008). Quando aplicadas ondas ultrassônicas

a tal processo o rendimento na menor condição (40 °C e 200 W) foi de aproximadamente 6,2%, valor este próximo ao rendimento obtido a 60 °C sem ultrassom. Por sua vez, quando aumentadas a temperatura e a potência, o rendimento global atingiu um valor de aproximadamente 8,37%, um aumento de 80% em relação à extração sem ultrassom na mesma condição (60 °C e 600 W).

A Tabela 2 apresenta a análise de variância dos efeitos da temperatura e potência ultrassônica sobre o rendimento.

Tabela 2 – Análise de variância (ANOVA) dos efeitos da temperatura de processo e a potência ultrassônica aplicada para o rendimento global de extrato de pimenta malagueta.

	Fator	GL	SQ	MQ	F <sub>calc</sub>	p-valor
1	Temperatura	2	3,3882	1,6941	55,07	0,0001
2	Potência	2	4,6016	2,3008	74,79	0,0001
	1*2	4	0,1049	0,0262	0,85	0,527
	Erro	9	0,2769	0,0308		
	Total	17	8,3715			

onde: SQ – soma dos quadrados; GL - graus de liberdade; MQ – quadrado médio.  $F_{tab}(8;9;0,05) = 3,23$ .

Pode-se verificar na Tabela 2 e na Figura 2, que mostra as isotermas de rendimento global, que os efeitos da temperatura e potência foram significativos ao nível de 5%, ou seja, houve um aumento no rendimento quando os níveis de tais variáveis foram aumentados. Por outro lado, pôde-se verificar que a interação entre os dois fatores não foi significativa ao nível de 5%. Observa-se tal comportamento na Figura 2, onde não ocorreu o cruzamento das isotermas de rendimentos global.

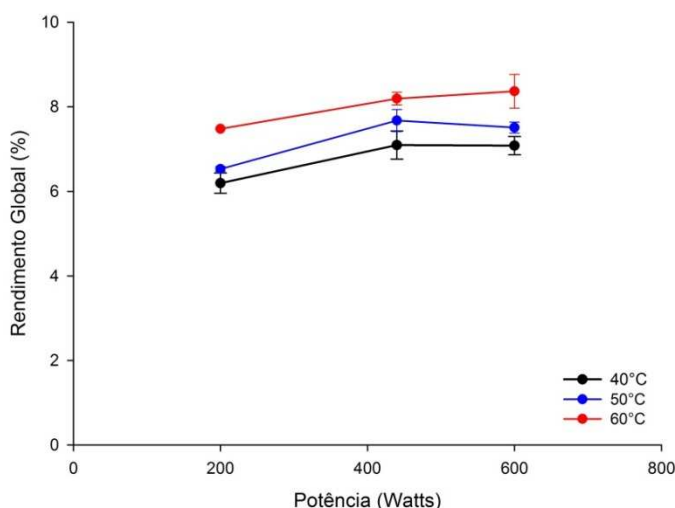


Figura 2 - Efeito da potência de ultrassom em função da temperatura de processo para o rendimento global de extrato de pimenta malagueta.

A potência ultrassônica foi responsável pelo maior efeito sobre o rendimento global ( $F_{cal} = 74,79$ ). Tal comportamento pode ser explicado pelas cavitações sobre o

sistema solvente/matriz vegetal. Tais cavitações são geradas a partir da implosão de bolhas formadas pelas ondas ultrassônicas, e caso essas bolhas se rompam próximas à matriz vegetal poderá ocorrer a quebra da parede celular, aumentando assim a área de contato entre o solvente e a matriz vegetal, e consequentemente intensificando a transferência de massa do processo (CASTRO e CAPOTE, 2007; ESCLAPEZ *et al.*, 2011). Além disso, foi observado que, quanto maior o nível da potência ultrassônica, maior foi o rendimento global, ou seja, maior potência significa maior energia por unidade de tempo, o que possivelmente intensificou o efeito de cavitação.

A Tabela 3 apresenta o teor de capsaicinoides obtidos através da técnica convencional e os teores obtidos na maior e menor condição de processo de extração assistida por ultrassom.

Tabela 3 – Comparação entre a técnica convencional de extração de capsaicinoides e a técnica de ultrassom em diferentes condições de processo.

Capsaicinoides	Técnica Convencional	600 W/60°C	200 W/40°C
Capsaicina (C)	1,89±0,06 <sup>b</sup>	3,32±0,09 <sup>a</sup>	3,16±0,26 <sup>a</sup>
Dihidrocapsaicina (DHC)	0,84±0,04 <sup>b</sup>	1,44±0,05 <sup>a</sup>	1,36±0,12 <sup>a</sup>
Nordihidrocapsaicina (n-DHC)	0,19±0,01 <sup>b</sup>	0,33±0,01 <sup>a</sup>	0,31±0,02 <sup>a</sup>
Homodihidrocapsaicina (h-DHC)	0,09±0,01 <sup>b</sup>	0,15±0,01 <sup>a</sup>	0,15±0,01 <sup>a</sup>
Homocapsaicina (h-C)	0,14±0,01 <sup>b</sup>	0,25±0,01 <sup>a</sup>	0,24±0,02 <sup>a</sup>
Total	3,14±0,11 <sup>b</sup>	5,50±0,16 <sup>a</sup>	5,22±0,43 <sup>a</sup>

Médias seguidas das mesmas letras na mesma linha não diferem entre si ao nível de significância de 5% pelo teste de Tukey.

Os resultados obtidos na análise cromatográfica demonstraram que a técnica de ultrassom a baixa pressão foi eficaz na extração dos capsaicinoides da pimenta malagueta, em comparação com a técnica convencional de extração. O total de capsaicinoides para a técnica convencional foi de 3,14 mg de capsaicinoides por grama de matéria-prima, valor próximo ao obtido por Aguiar *et al.* (2013), enquanto para a técnica aplicada de ultrassom na maior condição de processo obteve um média de aproximadamente 5,5 mg/g, um aumento de aproximadamente 75%. Tal comportamento pode ser explicado devido as diferentes condições entre tais técnicas. A técnica convencional utiliza metanol e um banho ultrassônico, enquanto nas extrações com ultrassom foi utilizado um solvente menos polar, etanol, que aumenta a solubilização dos capsaicinoides, e uma sonda ultrassônica (*probe*) que fornece uma melhor distribuição das ondas ultrassônicas no sistema solvente-matriz vegetal. Tais fatores acarretaram em um efeito positivo sobre o rendimento global e o teor de capsaicinoides.

## 4. CONCLUSÃO

As extrações de pimenta malagueta com etanol como solvente obtiveram maiores rendimentos em comparação a outros solventes testados. A técnica de extração assistida



por ultrassom obteve maiores rendimentos globais que as extrações sem ultrassom, com um aumento de 75%. O maior rendimento global obtido para tal técnica foi de 8,37%, sendo que foi possível obter um extrato mais concentrado de capsaicinoides do que a técnica convencional de extração de tais compostos. De maneira geral, a técnica de ultrassom se mostrou eficaz na obtenção de extratos de pimenta malagueta.

## 5. AGRADECIMENTOS

Os autores gostariam de agradecer a CAPES, CNPq (147260/2013-2 e 142373/2013-3) e FAPESP (2013/02203-6) pelo suporte financeiro.

## 6. REFERÊNCIAS

A.S.A.E. **Method of Determining and Expressing Fineness of Feed Materials by Sieving.** American Society of Agricultural Engineers Standards. S319.3: 447-550 p. 1998.

AGUIAR, A. C., SALES L. P., COUTINHO, J.P., BARBERO, G.F., GODOY, H.T., MARTINEZ, J., **Supercritical carbon dioxide extraction of *Capsicum* peppers: Global yield and capsaicinoid content**, The Journal of Supercritical Fluids, 81, 2013, 210-216.

BARBERO, G. F. et al. Ultrasound-assisted extraction of capsaicinoids from peppers. **Talanta**, v. 75, n. 5, p. 1332-1337, 2008.

BOONKIRD, S.; PHISALAPHONG, C.; PHISALAPHONG, M. Ultrasound-assisted extraction of capsaicinoids from *Capsicum frutescens* on a lab- and pilot-plant scale. **Ultrasonics Sonochemistry**, v. 15, n. 6, p. 1075-1079, 2008.

CASTRO, L.; CAPOTE, F. P. **Analytical Applications of Ultrasound.** Elsevier, 2007. 1-298.

DAMODARAN, S.; PARKIN, K. L.; FENNEMA, O. R. **Fennema's food chemistry.** Boca Raton :: CRC Press/Taylor & Francis 2008.

DE AGUIAR, A. C. et al. Supercritical carbon dioxide extraction of *Capsicum* peppers: Global yield and capsaicinoid content. **The Journal of Supercritical Fluids**, v. 81, n. 0, p. 210-216, 2013.

ESCLAPEZ, M. D. et al. Ultrasound-Assisted Extraction of Natural Products. **Food Engineering Reviews**, v. 3, n. 2, p. 108-120, 2011.

MARKOM, M. et al. Extraction of hydrolysable tannins from *Phyllanthus niruri* Linn.: Effects of solvents and extraction methods. **Separation and Purification Technology**, v. 52, n. 3, p. 487-496, 2007.

MARTINEZ, J. L. **Supercritical fluid extraction of nutraceuticals and bioactive compounds.** . Boca Raton-FL: CRC Press, 2008.

MAZZUTTI, S. et al. Supercritical fluid extraction of *Agaricus brasiliensis*: Antioxidant and antimicrobial activities. **The Journal of Supercritical Fluids**, v. 70, n. 0, p. 48-56, 2012.

REYES-ESCOGIDO, M.; GONZALEZ-MONDRAGON, E. G.; VAZQUEZ-TZOMPANTZI, E. Chemical and Pharmacological Aspects of Capsaicin. **Molecules**, v. 16, n. 2, p. 1253-1270, 2011.

TOMA, M. et al. Investigation of the effects of ultrasound on vegetal tissues during solvent extraction. **Ultrasonics Sonochemistry**, v. 8, n. 2, p. 137-142, 2001.

UQUICHE, E.; VALLE, J.; ORTIZ, J. Supercritical carbon dioxide extraction of red pepper (*Capsicum annuum* L.) oleoresin. **Journal of food engineering.**, v. 65, n. 1, p. 55-66, 2004.