

OTIMIZAÇÃO DAS CONDIÇÕES PARA EXTRAÇÃO AQUOSA DE COMPOSTOS FENÓLICOS DA POLPA DE PEQUI (*Caryocar brasiliense* Camb.)

M. S. M. SA¹, F. S. MAGALHÃES², V. L. CARDOSO³ e M. H. M. REIS⁴

^{1,2,3,4} Universidade Federal de Uberlândia, Faculdade de Engenharia Química
E-mail para contato: samarcelo@outlook.com

RESUMO – Pequi (*Caryocar brasiliense* Camb.) é um fruto originalmente brasileiro e é predominante no Cerrado. O seguinte trabalho visa otimizar a extração de compostos fenólicos totais (TPC) da polpa do pequi. Este estudo foi realizado de acordo com um planejamento composto central, com três réplicas no ponto central, para avaliar os efeitos das variáveis: concentração de polpa (16,67 – 33,33 g 100 mL⁻¹), temperatura (25 – 80 °C) e tempo (30 – 60 min) utilizando água como solvente. Utilizou-se o método de Folin-Ciocalteu a 760 nm para quantificar os TPC, onde os resultados foram expressos em mg de equivalente ácido gálico (mg EAG 100 g⁻¹ de amostra). Observou-se uma influência significativa da temperatura, bem como da concentração da polpa e também da interação entre as duas variáveis a 5% de significância. A variável tempo não foi significativa. Percebeu-se que aumentos na temperatura favorecem um crescimento nos valores de TPC, entretanto, aumentos na concentração da polpa resultaram em um decréscimo nos valores de TPC. De acordo com os resultados a melhor condição para a extração dos compostos fenólicos é com uma temperatura acima de 80°C e concentração de polpa abaixo de 33,33 g L⁻¹. O maior valor de compostos fenólicos (102,58 mg EAG 100 g⁻¹ de polpa) foi para extrações a 80°C (máxima temperatura), 16,67 g L⁻¹ (menor concentração) e 30 min (ponto central).

1. INTRODUÇÃO

O pequi (*Caryocar brasiliense* Camb.) é um fruto do Cerrado brasileiro, com grande importância econômica. A valorização dos frutos nativos de cada região, aliando seu uso na fruticultura, é uma alternativa de geração de renda para as populações locais. O interesse na caracterização das propriedades desses frutos tem crescido a cada dia, ocasionando um aumento no número de pesquisas nessa área (Roesler et al., 2007). Os frutos nativos contêm substâncias antioxidantes distintas, cujas atividades têm sido bem comprovadas nos últimos anos (Lima et al., 2002; Azevedo-Meleiro & Rodriguez-Amaya, 2004; Roesler et al., 2007). A presença de compostos fenólicos, tais como flavonoides, ácidos fenólicos, antocianinas, além dos já conhecidos; vitaminas C, E e carotenoides contribuem para os efeitos benéficos desses alimentos (Silva et al., 2004; Aj Aikumar et al., 2005).

Entretanto o pequi não é amplamente utilizado no Brasil, por ser um fruto bastante precíval e com espinhos em seu interior que torna o manuseio difícil. Usualmente é restrito

ao uso à cozinha regional (Machado et al., 2015). Portanto, há uma necessidade de desenvolver novas formas de utilização do pequi, para melhor explorar seu potencial e agregar valor a este produto brasileiro.

Uma das formas de utilização é a extração de compostos de interesse comercial da polpa do fruto para a fabricação de outros produtos, como fármacos e alimentos enriquecidos.

A extração sólido-líquido utilizando água como solvente é uma alternativa viável, visto que a água é um solvente seguro, abundante na natureza e eficiente na extração de biocompostos (Roesler et al., 2007). Geralmente, o aumento de temperatura, observando um determinado limite, favorece a extração de compostos bioativos (Vedana et al., 2008; Makino et al., 2009; Ping et al., 2011).

Não há muitos estudos para a otimização da extração de biocompostos da polpa de pequi. Então, o objetivo principal deste trabalho foi avaliar como a temperatura, a concentração de solução do extrato e o tempo influenciam na extração dos compostos fenólicos da polpa de pequi.

2. MATERIAIS E MÉTODOS

2.1. Matéria Prima

A polpa de pequi (*Caryocar brasiliense* Camb.) foi comprada em Presidente Olegário, Minas Gerais, Brasil. Esta foi embalada em sacolas de polietileno e congeladas em um freezer a -18°C até o momento da sua utilização.

2.2. Otimização do processo de extração

Um planejamento composto central, com três réplicas no ponto central foi proposto para a otimização dos parâmetros de extração dos compostos fenólicos da polpa do pequi. As variáveis independentes do processo foram concentração de polpa em solução aquosa ($16,67 - 33,33 \text{ g } 100 \text{ mL}^{-1}$), temperatura ($25 - 80^{\circ}\text{C}$) e tempo (30 - 60 min). Estes limites foram escolhidos de acordo com valores sugeridos a partir de testes preliminares. Todas as análises foram realizadas em triplicata e os resultados expressados em valor médio \pm desvio padrão. As diferenças entre as médias foram analisadas por análise de variância (ANOVA com $p < 0,05$) usando o *software* Statistica® 7.1.

2.3. Análise Quantitativa

Determinação dos compostos fenólicos totais (TPC): Os fenólicos totais foram determinados de acordo com Swain & Hills (1995). Os extratos foram diluídos em água destilada a uma proporção de 1:5 v/v, sendo que 0,5 mL da solução foi adicionada a um tubo de ensaio e misturada com 2,5 mL de uma solução a 10% de Folin-Ciocalteu. Após 3 min foram adicionados 2 mL de uma solução a 7,5% de carbonato de cálcio. O branco para calibrar o espectrofotômetro foi feito substituindo a solução de polpa por água destilada. As amostras foram incubadas sem a presença de luz por 1 h a temperatura ambiente. A absorbância foi medida a 760 nm num espectrofotômetro (Shimadzu mini 1240, Japão). Os resultados foram calculados com base na curva de calibração do ácido gálico (AG) e expressos em equivalentes de ácido gálico (mg EAG 100 g de polpa⁻¹).

3. RESULTADOS E DISCUSSÕES

Os teores de fenólicos totais da polpa de pequi foram determinados através da absorbância da reação utilizando o reagente de Folin-Ciocalteu. Os valores obtidos estão apresentados na Tabela 1, assim como o desvio padrão para as análises realizadas no espectrofotômetro.

Tabela 1 – Influência da concentração, temperatura e tempo na extração dos compostos fenólicos totais (TPC) da polpa de pequi.

Ensaio	Concentração de solução (g de polpa 100 mL ⁻¹)	Tempo (min)	Temperatura (°C)	TPC ± Desvio Padrão (mgEAG/100g de polpa)
1	16,67 (-1)	30 (-1)	25 (-1)	81,38 ± 2,04
2	16,67 (-1)	30 (-1)	80 (1)	102,58 ± 2,95
3	16,67 (-1)	60 (1)	25 (-1)	77,68 ± 2,86
4	16,67 (-1)	60 (1)	80 (1)	95,38 ± 0,60
5	33,33 (1)	30 (-1)	25 (-1)	78,66 ± 0,46
6	33,33 (1)	30 (-1)	80 (1)	88,46 ± 0,74
7	33,33 (1)	60 (1)	25 (-1)	76,66 ± 1,45
8	33,33 (1)	60 (1)	80 (1)	79,46 ± 0,83
9	13,7 (-α)	45 (0)	52,5 (0)	94,24 ± 3,77
10	36,3 (+α)	45 (0)	52,5 (0)	78,14 ± 0,00
11	25 (0)	15 (-α)	52,5 (0)	85,53 ± 0,00
12	25 (0)	90 (+α)	52,5 (0)	91,57 ± 0,00
13	25 (0)	45 (0)	24,73 (-α)	78,29 ± 0,00
14	25 (0)	45 (0)	65,27 (+α)	96,75 ± 0,00
15	25 (0)	45 (0)	52,5 (0)	83,87 ± 0,00
16	25 (0)	45 (0)	52,5 (0)	76,30 ± 0,00
17	25 (0)	45 (0)	52,5 (0)	85,30 ± 1,68

Observa-se nessa tabela que os resultados apresentados mostram que o teor de fenólicos totais ficou na faixa de 76,30 – 102,58 mgEAG 100g⁻¹ de polpa. O experimento que forneceu

o maior conteúdo de fenólicos (102,58 mgEAG 100g⁻¹ de polpa) foi o realizado a 80 °C e 16,67 g de polpa por 100 mL de extrato.

A partir da análise de regressão linear dos resultados obtidos para o teor de fenólicos totais foi possível a formulação de um modelo polinomial para descrever a variável resposta. A Equação 1 representa o modelo para as variáveis, considerando os coeficientes de regressão para 95% de confiança.

$$TPC = 85,78 - 9,53C + 13,11T - 6,57CT \quad (1)$$

onde T é a temperatura (°C) e C é a concentração da polpa de pequi (mgEAG 100g⁻¹ de polpa).

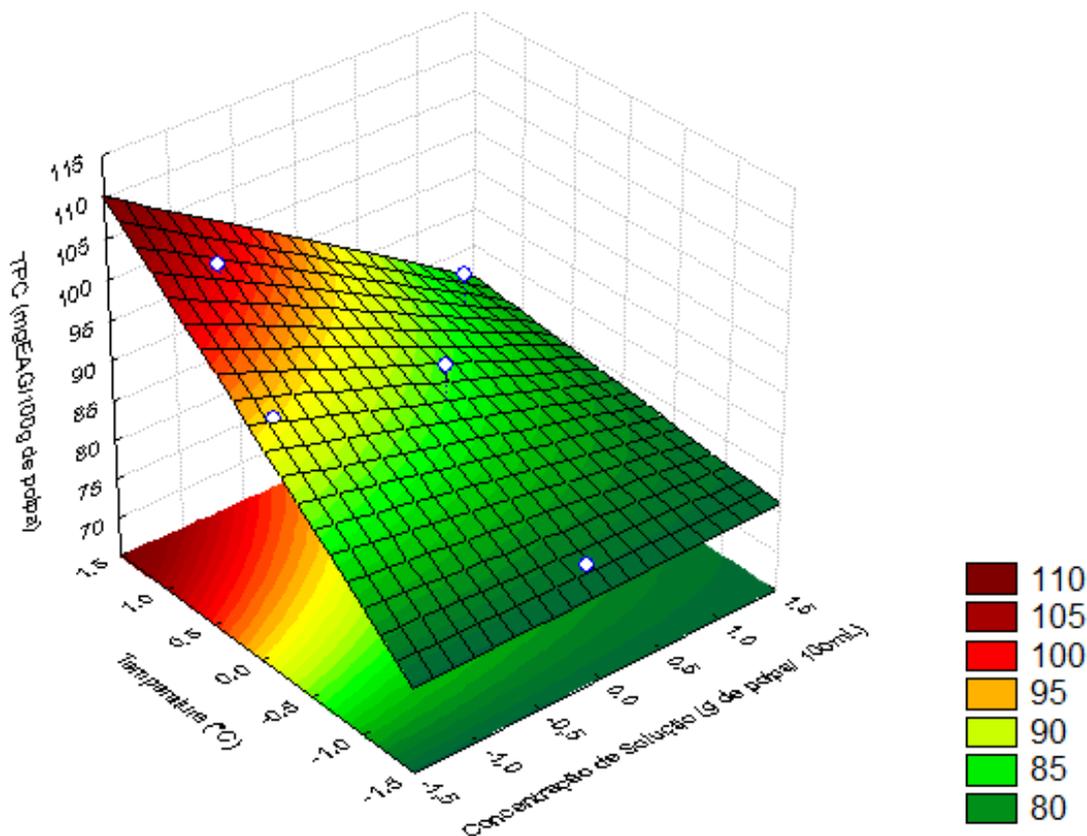
O coeficiente de correlação (R²) para o modelo foi de 0,8645, o que indica que 86,45% da variabilidade dos resultados é explicada pelo modelo.

Na Figura 1 está apresentada superfície de resposta da influência da concentração de solução e da temperatura no valor de compostos fenólicos totais. Baseando-se nos resultados obtidos, nota-se que nas menores concentrações e temperaturas mais altas obtêm-se uma maior quantidade de compostos fenólicos. A concentração de polpa em solução aquosa tem um efeito negativo no modelo, significa que o aumento na concentração da polpa de pequi em solução aquosa diminuiu o conteúdo de compostos fenólicos extraídos. Em contrapartida a temperatura tem um comportamento oposto, afetando o modelo positivamente. Quanto maior a temperatura, maior a quantidade de compostos fenólicos, dentro do intervalo observado. Já o tempo de contato não teve um efeito importante no domínio estudado.

Makino *et al.* (2009) verificaram efeito semelhante na extração de polifenóis da casca de árvores tropicais, usando água como solvente. Segundo Jerez *et al.* (2006), a elevação da temperatura favorece a extração, aumentando a solubilidade do soluto e também o coeficiente de difusão. Anastácio & Carvalho (2013), em um estudo de seleção de fatores chave para a extração de fenólicos da casca de batata doce, observaram que a razão sólido/líquido possui uma forte influência negativa na extração.

Contudo, não foi possível encontrar um ponto ótimo de acordo com o modelo estabelecido, visto que o ponto ótimo de extração não se encontra dentro das faixas de condições de extração estabelecidas. Sugere-se a realização de outro planejamento a fim de determinar as condições ótimas de extração. Porém, algumas condições operacionais limitam tal extrapolação. Por exemplo, a aumento de temperatura acima de 100°C deverá provocar perda do solvente, caso algum processo de condensação não seja executado. O aumento da diluição da polpa deve ainda ocasionar dificuldades na etapa de concentração futura.

Figura 1 – Superfície de resposta para o teor de fenólicos totais em função da temperatura e da concentração de solução.



4. CONCLUSÃO

A capacidade antioxidante do pequi sugere que o fruto pode ser considerado funcional, principalmente os níveis de compostos bioativos versus ação antioxidante. Pode-se concluir que os maiores rendimentos de fenólicos totais foram obtidos nas extrações com maiores temperaturas e menores concentrações de polpa. Os diferentes tempos de extração não influenciaram no índice de fenólicos totais. Há uma relação diretamente proporcional entre a temperatura e os teores de polifenóis totais no processo de extração. A melhor condição para extrair maiores quantidades de fenólicos totais foi usando uma temperatura de 80°C, 30 min e concentração de 16,67 g de polpa 100 mL⁻¹. A utilização de água, como solvente, para as extrações se mostrou viável visto que obteve-se valores satisfatórios em concordância com a literatura.

5. AGRADECIMENTOS

Os autores gostariam de agradecer a FAPEMIG, CAPES e CNPq pelo apoio financeiro.

6. REFERÊNCIAS

- AJAIKUMAR, K. B.; ASHEEF, M.; BABU, B. H.; PADIKKALA, J. *The inhibition of gastric mucosal injury by Punica granatum L. (pomegranate) methanolic extract. J. of Ethnopharmacology*, 2005, 96, p.171-76.
- ANASTÁCIO, A.; CARVALHO, I.S. *Phenolics extraction from sweet potato peels: Key factors screening through a Placket-Burman design. Industrial Crops and Products*, v.43, p. 99-105, 2013.
- AZEVEDO-MELEIRO, C.H.; RODRIGUEZ-AMAYA, D.B. *Confirmation of the identity of the carotenoids of tropical fruits by HPLC-DAD and HPLC-MS. J. Food Com. and Analysis*, v.17, p. 385-396, 2004.
- JEREZ, M.; PINELO, M.; SINEIRO, J.; NÚÑEZ, M.J. *Influence of extraction conditions on phenolic yields from pine bark: Assessment of procyanidins polymerization degree by thiolysis. Food Chemistry*, v.94, n. 3, p. 406-414, 2006.
- LIMA, V. L. A. G.; MÉLO, E. A.; LIMA, D. E. S. *Fenólicos e carotenóides totais em pitanga. Scientia Agricola*, 2002, 59, p. 447-450.
- MACHADO, M.T.C., MELLO, B.C.B.S., HUBINGER, M.D., 2015. *Evaluation of pequi (Caryocar Brasiliense Camb.) aqueous extract quality processed by membranes, Food and Bioproducts Processing*. 95, 304-312.
- MAKINO, R.; OHARA, S.; HASHIDA, K. *Efficient extraction of polyphenolics from the bark of tropical tree species. J. Trop. For. Sci.*, v. 21, n.1, p. 45-49, 2009.
- MICHELS, K.B.; FUCHS, C.S.; GIOVANNUCCI, E.; COLDIT, A.; HUNTER, D. J.; STAMPFER, M.J.; WILLETT, W.C.; *Fiber intake and incidence of colorectal cancer among 76,947 women and 47,279 men. Cancer Epidemiology Biomarkers & Prevention, Philadelphia*, v.14, p. 842-849, 2005.
- MOHAMED, A.S.; CHANG, Y.L., 2009. *Optimization of phenolic and dietary fibre extraction from date seeds. Food Chemistry*, 108, 977-985.
- PING, L.; PIZZI, A.; GUO, Z. D.; BROSSE, N. *Condensed tannins extraction from grape pomace: Characterization and utilization as wood adhesives for wood particleboard. Industrial Crops and Products*. v. 34, n. 1, p. 907-914, 2011.
- popular. Revista planta do cerrado*, 23 p. 2001
- RODRIGUES, J.F.; CARVALHO, G.T. *Efeito fisiológico dos fruto do pequi na medicina*
- ROESLER, R., MALTA, L G., CARRASCO, L.C., HOLANDA, R.B, SOUSA, C.A.S., PASTORE, G.M., 2007. *Antioxidant activity of cerrado fruits. Ciência e Tecnologia de Alimentos*, 27, 53-60.
- SILVA, B. M.; ANDRADE, P. B.; VALENTAO, P.; FERRERES, F.; SEBRA, R. M.; FERREIRA, M. *Quince (Cydonia oblonga Miller) fruit (pulp, peel, and seed) and jam: Antioxidant activity. J. Agric. and Food Chemistry*, 2004, 52, p. 4705-12.
- SWAIN, T., HILLIS, W.E., 1969. *The phenolic constituents of Prunus domestica. J. Sci. Food Agric.* 10. 63-68.
- VEDANA, M. I. S.; ZIEMER, C.; MIGUEL, O.; PORTELLA, A. C.; CANDIDO, L. M. B. *Efeito do processamento na atividade antioxidante de uva. Alimentos e Nutrição, Araraquara*, v. 19, n. 2, p. 159-165, abr./jun.2008.