

## AVALIAÇÃO DE MÉTODOS DE SECAGEM NA RECUPERAÇÃO DE COMPOSTOS BIOATIVOS DE DIFERENTES BIOMASSAS DO BIOMA PAMPA

Douglas Hardt Lacorte<sup>1</sup>, Luisa Bataglin Ávila<sup>2</sup>, Alaor Valério Filho<sup>3</sup>, Márcio Carvalho Dantas<sup>4</sup>, Neftalí Lenin Vilarreal Carreño<sup>5</sup>, Guilherme Luiz Dotto<sup>6</sup>, Gabriela Silveira da Rosa<sup>7</sup>

123

### EVALUATION OF DRYING METHODS IN THE RECOVERY OF BIOACTIVE COMPOUNDS FROM DIFFERENT BIOMASSES OF THE PAMPA BIOME

**Resumo:** Este trabalho teve por objetivo determinar o potencial de utilização de biomassas encontradas na região do pampa gaúcho como matéria-prima para a obtenção de extratos ricos em compostos bioativos. Foram analisadas biomassas encontradas nessa região, como: folha de oliveira, casca da jabuticaba, casca de nozes e a casca do araçá-vermelho. Essas são consideradas subprodutos agroindustriais, não apresentando interesse comercial e geralmente sendo descartadas. Para a realização do estudo, as biomassas foram secas utilizando dois métodos: secagem convectiva (40 °C por 24 h) e liofilização (-50 °C por 48 h). Após, foram obtidos extratos aquosos através da técnica de maceração empregando condições de operação de 88 °C e 2 h. Os extratos foram então caracterizados quanto ao teor de compostos fenólicos totais (CFT) e atividade antioxidante (AA). Através dos resultados obtidos foi possível observar que os métodos de secagem apresentaram valores similares para CFT e AA. Além disso, o extrato da casca de nozes destacou-se com maior CFT e AA. Assim, o presente estudo configura-se como uma etapa inicial e de suma importância para o emprego destes extratos como aditivos naturais na formulação de novos produtos.

**Palavras-chave:** Atividade antioxidante, compostos fenólicos totais, extração.

**Abstract:** This work aimed to determine the potential use of biomass found in the pampa region of Rio Grande do Sul as raw material to obtain extracts rich in bioactive compounds. Biomass found in this region were analyzed, such as the olive leaf, jabuticaba peel, pecan nut bark, and red araçá peel. These are considered agro-industrial by-products, not of commercial interest and generally being discarded. To carry out the study, the biomasses were dried using two methods: convective drying (40 °C for 24 h) and freeze-dried (-50 °C for 48 h). Afterward, aqueous extracts were obtained through the maceration technique using operating conditions of 88 °C and 2 h. The extracts were then characterized for the content of total phenolic compounds (TPC) and antioxidant activity (AA). Through the obtained results it was possible to observe that the drying methods presented similar values for TPC and AA. In addition, the pecan nut bark extract stood out with higher TPC and AA. Thus, the present study is configured as an initial and extremely important step for the use of these extracts as natural additives in the formulation of new products.

**Keyword:** Antioxidant Activity; total phenolic compounds; extraction.

## INTRODUÇÃO

O pampa gaúcho, localizado na região sul do estado do Rio Grande do Sul ocupa uma área de 176.496 km<sup>2</sup> (IBGE, 2004), que corresponde a cerca de 2% do território brasileiro. É um dos biomas mais exóticos em comparação ao demais biomas brasileiros, de clima temperado em que as estações do ano são bem definidas, com temperaturas altas no verão e com um inverno bem rigoroso. Sua vegetação é composta de plantas herbáceas, arbusto, gramíneas e árvores de pequeno porte. Dentre as espécies cultivadas encontram-se a oliveira, a jabuticaba, a noz-pecã e o araçá-vermelho (BENCKE; CHOMENKO; SANTANNA, 2016).

Nesse contexto, as espécies mencionadas geram subprodutos durante o seu processo, os quais são reportados na literatura como possíveis fontes de compostos bioativos, como os compostos fenólicos, por exemplo. Esses compostos têm despertado interesse por apresentarem, dentre outras funcionalidades, potencial antioxidante. Segundo Moreira e Shami (2004), os antioxidantes podem ser entendidos como qualquer substância capaz de inibir processos oxidativos.

Os compostos bioativos de origem vegetal, surgem naturalmente em plantas como sistema de defesa e são capazes de atuar no metabolismo humano, postergando o surgimento de doenças crônico-degenerativas, como o câncer e doenças relacionadas ao envelhecimento, exercem função antioxidante e atividade antibacteriana, entre outros benefícios que podem aumentar a expectativa de vida (PARRY *et al.*, 2005).

Para que esses compostos bioativos sejam isolados, recorre-se ao processo de extração, onde ocorre a separação dos compostos da matriz sólida, previamente seca, através da aplicação de um solvente orgânico, como etanol ou metanol, ou água destilada. Durante o procedimento é usual a aplicação de calor e agitação, de modo a beneficiar a transferência de massa dos bioativos para o meio líquido (VIEIRA, 2015).

Visando a aplicação desses compostos na formulação de novos materiais torna-se importante a realização de estudos de secagem que reduzam a atividade de água das matérias-primas evitando ou diminuindo processos de degradação. Esses processos geralmente ocorrem pela ação de micro-organismos e enzimas que utilizam a água para proliferar (ROMERO, 1997). Sendo assim, a secagem convectiva e secagem por liofilização destacam-se na literatura por serem os processos comumente empregados na desidratação de biomassas.

Na secagem convectiva, a remoção de água de uma amostra ocorre por meio da transferência de calor por convecção através do fluxo de ar aquecido. Nesse ponto, o calor vaporiza a amostra partindo da superfície para o centro (FARIAS, 2011).

No método de secagem por liofilização, a amostra precisa ser congelada previamente. A desidratação ocorre por meio da sublimação, onde a água não passa pelo estado líquido. No liofilizador a amostra é submetida a uma câmara de alto vácuo, alterando o ponto de ebulição da água e permitindo a sublimação. Essa técnica permite reter grande parte dos nutrientes originais em comparação a outros métodos de secagem devido as baixas temperaturas envolvidas em seu processo (IBARZ e BARBOSA-CANOVAS, 1999).

Assim, o presente trabalho tem por objetivo utilizar diferentes biomassas para a obtenção de extratos ricos em compostos bioativos. Essa iniciativa, além de fornecer um destino sustentável a esses subprodutos agroindustriais, é capaz de agregar valor aos mesmos, uma vez que podem ser utilizados como aditivos naturais para o desenvolvimento de novos produtos.

## **METODOLOGIA**

### **Coleta e preparo das matérias-primas**

As amostras utilizadas nesse estudo foram gentilmente cedidas por parceiros de diferentes localidades do Rio Grande do Sul. As folhas de Oliveira

foram coletadas em março de 2021, cedidas pela Estância Guarda Velha, localizada no município de Pinheiro Machado – RS. As mostras de jabuticaba e nozes foram coletadas em novembro de 2020 e maio de 2021, respectivamente, por micro produtores rurais no município de Santa Maria – RS. As amostras de araçá foram coletadas em março de 2021, em propriedade particular localizada no município de Candiota – RS.

Primeiramente, foi realizada a separação manual das cascas (remoção da polpa da fruta) das amostras de jabuticaba e araçá-vermelho. Após, foi realizada a higienização de todas as biomassas. Esse processo consistiu, primeiramente, na lavagem das mesmas com solução comercial de hipoclorito de sódio 3000 mg/L seguido de lavagem em água corrente. As amostras higienizadas foram separadas em duas frações. Na primeira, as amostras foram submetidas ao processo de secagem em estufa. Na segunda, o excesso de água foi removido e as amostras foram acondicionadas em sacos herméticos e armazenadas em congelador até o processo de secagem por liofilização.

### **Secagem em Estufa**

A secagem das amostras pelo método convectivo em estufa procedeu-se em condições de operação pré-determinadas por Cagliari (2017) que consiste no emprego de temperatura de 40 °C pelo período de 24 h.

### **Liofilização**

Para a etapa de secagem por liofilização, as amostras congeladas foram submetidas ao liofilizador em condições de temperatura de -50 °C pelo período de 48 h.

### **Obtenção dos Extratos**

As amostras secas pelos dois métodos estudados foram moídas em moinho analítico, com objetivo de reduzir sua área superficial e beneficiar a transferência de massa por difusão. Os pós obtidos nessa etapa foram então



padronizados quanto a sua granulometria através de peneiramento, em que se utiliza a fração passante na peneira de 60 *mesh* fabricada no padrão ABNT/ASTM/TYLER (BERTEL INDÚSTRIA METALÚRGICA LTDA., Brasil).

As amostras moídas foram submetidas ao processo de extração por maceração que ocorreu em banho metabólico *Dubnoff* com agitação constante e temperatura de 88 °C pelo período de 2 h (MARTINY, 2017). Após o processo de extração, os extratos obtidos foram filtrados e armazenados ao abrigo da luz para a realização das análises de compostos fenólicos totais e atividade antioxidante.

### **Compostos Fenólicos Totais**

Os extratos foram caracterizados quanto ao teor de compostos fenólicos totais (CFT) utilizando-se metodologia proposta por Singleton; Rossi (1965). Tal metodologia utiliza o reagente Folin – Ciocalteau para promover uma reação colorimétrica de oxidação/redução dos fenóis presentes na amostra estudada. Para a quantificação desses compostos é realizada a leitura em espectrofotômetro no comprimento de onda de 765 nm. Para que os resultados sejam expressos em mg de GAE/g de amostra seca é realizada, primeiramente, uma calibração do equipamento com o reagente ácido gálico (GAE).

### **Atividade Antioxidante**

Os extratos também foram avaliados quanto ao potencial antioxidante, utilizando-se o método de *Ferric-Reducing Ability of Plasma* (FRAP). Esse método utiliza o reagente 2,4,6- tripiridil-s-triazina (TPTZ) para promover uma reação de oxidação/redução, pelos compostos presentes na amostra analisada, de Fe<sup>3</sup> para Fe<sup>2+</sup>. Após ocorrer a reação há uma alteração na tonalidade da mistura, a mudança de cor está diretamente ligada à capacidade antioxidante, ou seja, quanto mais escura for a tonalidade mais será seu potencial

antioxidante. Tal alteração é mensurada utilizando-se um espectrofotômetro e as absorvâncias são lidas em comprimento de onda de 595 nm.

### Análise Estatística

Os resultados obtidos nas análises anteriormente mencionadas foram analisados estatisticamente através de teste de Tukey a fim de verificar diferenças significativas entre as médias dos resultados. Tal análise foi realizada com nível de significância de 95% em software Statistica®, versão 10.0.

## RESULTADOS E DISCUSSÃO

Os resultados obtidos nas análises de compostos fenólicos totais e atividade antioxidante, das diferentes biomassas utilizadas e com os diferentes métodos de secagem empregados, estão sumarizados nas Tabelas 1, 2, 3 e 4.

Tabela 1 – Atividade antioxidante e compostos fenólicos totais para folha da oliveira.

Método de secagem	AA ( $\mu\text{mol FeSO}_4 \cdot \text{g}^{-1}$ )	CFT ( $\text{mg GAE} \cdot \text{g}^{-1}$ )
Secagem convectiva	451,81 $\pm$ 3,81 <sup>a</sup>	149,16 $\pm$ 1,45 <sup>b</sup>
Liofilização	623,81 $\pm$ 36,81 <sup>b</sup>	134,42 $\pm$ 0,18 <sup>a</sup>

\*média  $\pm$  desvio médio (n=2). Letras minúsculas sobrescritas diferentes na mesma coluna indicam diferenças significativas entre os resultados (P > 0,05). Fonte: Autores (2021).

Tabela 2 – Atividade antioxidante e compostos fenólicos totais para casca de jabuticaba.

Método de secagem	AA ( $\mu\text{mol FeSO}_4 \cdot \text{g}^{-1}$ )	CFT ( $\text{mg GAE} \cdot \text{g}^{-1}$ )
Secagem convectiva	1402,35 $\pm$ 144,65 <sup>a</sup>	148,28 $\pm$ 5,76 <sup>b</sup>
Liofilização	1342,84 $\pm$ 2,84 <sup>a</sup>	280,61 $\pm$ 0,22 <sup>a</sup>

\*média  $\pm$  desvio médio (n=2). Letras minúsculas sobrescritas diferentes na mesma coluna indicam diferenças significativas entre os resultados (P > 0,05). Fonte: Autores (2021).

Tabela 3 – Atividade antioxidante e compostos fenólicos totais para casca de nozes.

Método de secagem	AA ( $\mu\text{mol FeSO}_4 \cdot \text{g}^{-1}$ )	CFT ( $\text{mg GAE} \cdot \text{g}^{-1}$ )
Secagem convectiva	2621,30 $\pm$ 100,69 <sup>a</sup>	485,06 $\pm$ 3,34 <sup>a</sup>
Liofilização	3449,59 $\pm$ 409,41 <sup>a</sup>	486,70 $\pm$ 18,38 <sup>a</sup>

\*média  $\pm$  desvio médio (n=2). Letras minúsculas sobrescritas diferentes na mesma coluna indicam diferenças significativas entre os resultados (P > 0,05). Fonte: Autores (2021).

Tabela 4 – Atividade antioxidante e compostos fenólicos totais para casca de araçá-vermelho.

<b>Método de secagem</b>	<b>AA (<math>\mu\text{mol FeSO}_4\cdot\text{g}^{-1}</math>)</b>	<b>CFT (<math>\text{mg GAE}\cdot\text{g}^{-1}</math>)</b>
<b>Secagem convectiva</b>	172,20 $\pm$ 4,79 <sup>a</sup>	44,0 $\pm$ 0,49 <sup>a</sup>
<b>Liofilização</b>	174,09 $\pm$ 54,09 <sup>a</sup>	55,34 $\pm$ 1,22 <sup>b</sup>

\*média  $\pm$  desvio médio (n=2). Letras minúsculas sobrescritas diferentes na mesma coluna indicam diferenças significativas entre os resultados (P > 0,05). Fonte: Autores (2021).

Com base nos resultados apresentados nas tabelas acima, é possível observar que todas as biomassas estudadas apresentaram valores satisfatórios de compostos fenólicos totais e atividade antioxidante com destaque para a casca de nozes que apresentou os melhores valores. Engler Ribeiro *et al.* (2016) reportam valor de 93 mg GAE.g<sup>-1</sup> para o extrato aquoso de casca de casca de nozes secas em estufa a 40 °C. Prado (2008) ao estudar o teor de compostos fenólicos de extrato alcoólico de noz encontrou o valor de 118, mg GAE.g<sup>-1</sup>. A atividade antioxidante do extrato da casca da noz pecan tem despertado interesse e vem sendo reportada por diversos autores (SCHMELING, 2015; ROSA, ALVAREZ-PARRILLHA; SHAHIDI, 2011).

No presente estudo, a secagem por liofilização foi mais favorável ao processo de extração dos compostos bioativos das biomassas. Isso está relacionado à ausência de água no estado líquido e altas temperaturas durante o processo, levando a uma menor perda de compostos bioativos durante o processo de desidratação (BORCHANI *et al.*, 2011). Além disso, a literatura reporta que a exposição de biomassas à altas temperaturas por tempo prolongado provoca o rompimento da parede celular, acarretando na liberação de compostos presentes na matriz vegetal (AKBARI *et al.* 2019).

Ainda que o método de liofilização tenha apresentado melhores resultados, segundo o teste Tukey, a amostra de nozes não apresentou diferença significativa entre os resultados obtidos para os dois métodos de secagem avaliados. Portanto, visando uma aplicação em larga escala dos

extratos, é preferível o uso de secagem convectiva por ser um método mais simples e com menor custo.

## CONCLUSÃO

Observou-se que todas as biomassas apresentaram valores satisfatórios dos bioativos estudados, sendo a casca de nozes a que apresentou os melhores resultados com valores de compostos fenólicos totais e atividade antioxidante de 486,70 mg<sub>GAE</sub>/g de amostra seca e 3449,00 µM sulfato ferroso/g amostra seca, respectivamente.

Além disso, através dos resultados apresentados na seção anterior, foi possível inferir que o processo de secagem é um importante passo para a extração de compostos bioativos de uma matéria-prima, uma vez que está diretamente relacionada a preservação dos mesmos. Nesse estudo, verificou-se que a secagem por convecção apresentou valores similares de compostos fenólicos e atividade antioxidante quando comparado com a secagem por liofilização. Deste modo, buscando a diminuição dos custos energéticos envolvidos no processo de secagem, o método convectivo apresenta-se como uma alternativa promissora para operações em larga escala.

Assim, os resultados obtidos no presente estudo são promissores do ponto de vista ambiental e tecnológico uma vez que além de reduzir o impacto ao meio ambiente gerado por esses subprodutos, também fornece uma alternativa de utilização dos mesmo como aditivos naturais em detrimentos dos sintéticos na formulação de novos produtos.

## AGRADECIMENTOS

Os autores gostariam de agradecer à Universidade Federal do Pampa, Universidade Federal de Pelotas e Universidade Federal de Santa Maria pelo apoio e auxílio técnico. Também gostariam de agradecer à Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES) pelo suporte financeiro



e ao Grupo de Pesquisa Engenharia de Processos em Sistemas Particulados, no qual estão inseridos.

## REFERÊNCIAS

AKBARI, S.; ABDURAHMAN, N.H.; YUNUS, R.M.; FAYAZ, F. Microwave-assisted extraction of saponin, phenolic and flavonoid compounds from *Trigonella foenum-graecum* seed based on two level factorial design. **J. Appl. Res. Med. Aromat. Plants**, v. 14, p.100212, 2019

BENCKE, G.; CHOMENKO, L.; SANTANNA, D. Nosso pampa desconhecido: que é o pampa?. Porto Alegre: Zoobotânica Rio Grande do Sul, 61-75, 2016

BORCHANI, C. BESBES, S.; MASMOUDI, M.; BLECKER, C.; PAQUEUOT, M.; ATTIA, H. Effect of drying methods on physico-chemical and antioxidant properties of date fibre concentrates. **Food Chemistry**, v. 125, p. 1194–1201, 2011.

CAGLIARI, A. **INFLUÊNCIA DA SECAGEM CONVECTIVA EM LEITO FIXO SOBRE AS PROPRIEDADES DA FOLHA DE OLIVEIRA (*Olea europaea* L.)**. [s.l.] Universidade Federal do Pampa, 2017.

DE LA ROSA, L. A.; ALVAREZ-PARRILLA, E.; SHAHIDI, F. Phenolic Compounds and Antioxidant Activity of Kernels and Shells of Mexican Pecan (*Carya illinoensis*). **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v. 59, n. 1, p. 152–162, 12 jan. 2011.

ENGLER RIBEIRO, P. C. *et al.* Impact of pecan nut shell aqueous extract on the oxidative properties of margarines during storage. **Journal of the Science of Food and Agriculture**, v. 97, n. 9, p. 3005–3012, jul. 2017.

FARIAS, V. S. O. **Difusão 3D em sólidos com forma arbitrária usando coordenadas generalizadas**. Tese de Doutorado em Engenharia de Processos. Centro de Ciências e Tecnologia, Universidade Federal de Campina Grande, PB, Brasil. 265 p. 2011.

IBARZ, A.; BARBOSA-CANOVAS, G. V. **Deshidratación y Operaciones Unitarias en la Ingeniería de Alimentos**, Lancaster, Basel, 1999.

MOREIRA, E. A. M.; SHAMI, N. J. I. E. Licopeno como agente antioxidante. **Revista de Nutrição**, Campinas, v. 17, n. 2, p.227-236, 2004.

PARRY, J. *et al.* Fatty acid composition and antioxidant properties of cold-pressed marionberry, boysenberry, red raspberry, and blueberry seed oils. **J Agric Food Chem**, v. 3, p. 566-573, 2005.

PRADO, A. C. P. **Avaliação da Atividade Antioxidante Da Casca E Torta De Nozpecã [*Carya illinoensis* (Wangenh) C. Koch]**. 2008. 131 f. Dissertação, Mestrado em Ciência dos Alimentos – Centro De Ciências Agrárias, Universidade Federal De Santa Catarina, Florianópolis, 2008.

REDE CAMPOS SULINOS. Os Campos do Sul. PILLAR, V. D. P. & Lange O. (eds). 1.ed. Porto Alegre: UFRGS, 2015. 192 p.

ROMERO, J. T. *et al.* Secagem de produtos alimentícios, São José do Rio Preto: UNESP, 1997. p. 58.

SCHMELING, D. M. **Estudo da atividade antioxidante, hipolipidemiante, hipoglicemiante e antiobesidade de extratos de casaca de noz-pecã (*Carya illinoensis* (Wangenh) C. Koch)**. 2015. 118 f. Dissertação, Mestrado em Ciência dos Alimentos – Centro De Ciências Agrárias, Universidade Federal De Santa Catarina, Florianópolis, 2015.

SINGLETON, V. L.; ROSSI, J. A. Colorimetry of total phenolics with phosphomolybdic phosphotungstic acid reagents. **American Journal of Enology and Viticulture**, v. 16, p. 144–158, 1965.

VIEIRA, G. S. **Estudo dos processos de extração de Antocianinas da polpa de juçara (*Euterpe edulis* Mart.) E da concentração do extrato por nanofiltração**. 2015. 249 p. Tese (Doutorado em Engenharia de Alimentos). UNICAMP, Campinas. 2015.