

ESTUDO DA EXTRAÇÃO DO FLAVONOIDE QUERCETINA A PARTIR DA CEBOLA ROXA

Nathália Cristina de Sena¹, Luís Fernando Novazzi²

¹ Departamento de Engenharia Química, Centro Universitário FEI
nathaliacristinadesena@gmail.com.br, lnovazzi@fei.edu.br

Resumo: Devido interesse de áreas da indústria, como a cosmética e a alimentícia, pelas propriedades bioativas de compostos como o flavonoide quercetina, buscou-se otimizar sua obtenção via lixiviação da cebola roxa. Analisaram-se cinco variáveis: temperatura de secagem (°C), tipo e composição de solvente, temperatura de lixiviação (°C), agitação (rpm) e relação carga/solvente (g/mL). A análise de variância dos dados de massa de quercetina nos extratos apontou que todas as variáveis influenciam nas condições operacionais.

1. Introdução

Os flavonoides estão presentes na dieta humana por meio de fontes naturais como plantas, frutas e vegetais. Trata-se de um composto fenólico, formado basicamente por um anel pirano ligado a dois anéis benzênicos, classificados conforme sua estrutura. [1] Estão divididos em 14 classes e seus benefícios à saúde humana podem estar relacionados à sua capacidade antioxidante. A quercetina (3,5,7,3'-4'-pentahidroxi flavona), vista na Figura 1, é um flavonoide encontrado, dentre outros vegetais, na cebola roxa e apresenta propriedades anticarcinogênica, anti-inflamatórias, entre outras. [2] Um dos métodos para se obter quercetina é a lixiviação da cebola roxa, onde o sólido é posto em contato com o solvente, resultando na transferência de substâncias da cebola para o solvente. [3]

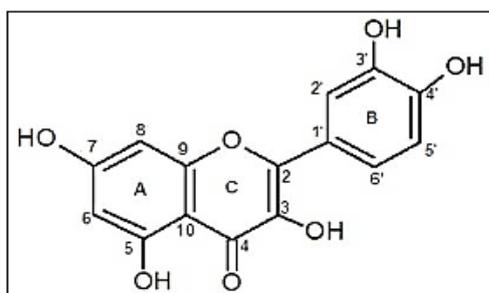


Figura 1 – Estrutura do flavonoide quercetina.

2. Metodologia

2.1. Planejamento Experimental

A cebola-roxa foi obtida num único lote para evitar efeitos de sazonalidade e estocada em freezer para as etapas seguintes. Para estudo das condições operacionais de lixiviação, através da análise de variância via quadrado hiper-grego-latino, foram definidas cinco variáveis: temperatura de secagem (°C), tipo/composição de solvente, temperatura de lixiviação (°C), agitação (rpm) e relação carga/solvente (g/mL). Para cada uma, foram adotadas cinco níveis para testes, descritos na Tabela 1. As variáveis temperatura de secagem e tipo/composição de solvente foram estabelecidas como

linhas e colunas, respectivamente, enquanto temperatura de lixiviação, agitação e relação carga/solvente foram definidas como os tratamentos para elaboração do quadrado hiper-grego-latino, utilizado para determinar os ensaios a serem feitos. Sua construção se deu de modo que não houvesse repetição de nível no mesmo ensaio e nem entre todos os ensaios.

Tabela 1 – Variáveis vistas e seus respectivos níveis.

Variáveis	Níveis das Variáveis
Temperatura de secagem	70, 80, 90, 102 e 110 °C
Tipo e Composição de Solvente	Água, Etanol 60 % (v/v), Etanol 70 % (v/v), Etanol comercial 96 °GL e Etanol absoluto
Temperatura	30, 40, 50, 60 e 70 °C
Agitação	50, 100, 150, 200 e 250 rpm
Relação carga/solvente	1:2,5, 1:5, 1:10, 1:20 e 1:50 (g/mL)

2.2. Lixiviação

A cebola roxa foi submetida à secagem em diferentes temperaturas, realizada em estufa, até se obter massa constante em três pesagens consecutivas. Em seguida, a cebola seca foi triturada e mantida no dessecador selado à vácuo. Para os ensaios, feitos em duplicatas, pesou-se 3g de cebola seca triturada num erlenmeyer e adicionou-se o volume de solvente necessário, de acordo com o design experimental estipulado. O sistema foi submetido à agitação constante com controle de temperatura por cinco horas e, em seguida, à centrifugação. A fase líquida foi recolhida em frasco âmbar, envolto em papel alumínio e estocado em freezer até análise.

2.3. Análise cromatográfica dos extratos

A análise dos extratos, para determinação da concentração de quercetina, foi feita por cromatografia líquida de alta eficiência (CLAE). Com intuito de preservar a coluna, foi realizado um tratamento com hexano para remover eventuais apolares. A fase estacionária de fase reversa foi a coluna blindada Prodigy ODS (3) 100A, de dimensões 250x4,6mm (5 µm). Já a fase móvel foi a mistura binária de metanol (A) e água (B) com eluição à vazão de 1 mL/min feita de forma gradiente de 98 a 80% B em 5 minutos, de 80 a 55% B em 10 minutos, de 55 a 0% B em 25 minutos, isocrático 0 % B por 2 minutos e novamente gradiente de 0 a 98% B em 3 minutos. A detecção foi feita no comprimento de onda de 362 nm, injetando-se 20 µL de amostra.

Soluções de padrão de quercetina, em concentrações conhecidas, também foram analisadas sob o mesmo procedimento, salvo a etapa de tratamento com hexano, para levantar a curva de calibração.

2.4. Teor de quercetina nos extratos

Com a análise das soluções de padrão de quercetina, foi possível chegar na Equação 1, que relaciona a concentração de quercetina em $\mu\text{g/mL}$ com a área abaixo do pico referente à quercetina no cromatograma.

$$[\text{Quercetina}] = 2 \times 10^{-5} \cdot \text{Área} \quad (1)$$

3. Resultados e Discussões

3.1. Massa de quercetina nos extratos

A leitura dos cromatogramas, referentes a cada extrato, forneceu os valores de área, sendo possível determinar a concentração de quercetina. Tendo tomado o volume dos extratos, calculou-se a massa de quercetina presente, em mg. O resultado é visto na Figura 2.

		TIPO E COMPOSIÇÃO DO SOLVENTE				
		Água	Etanol 60% (v/v)	Etanol 70% (v/v)	Etanol comercial 96 °GL	Etanol anidro
TEMPERATURA DE SECAGEM (°C)	70	0,436	10,990	8,825	8,610	8,055
		0,451	11,728	10,028	8,855	8,226
	80	0,664	2,231	0,750	1,731	0,880
		0,651	2,038	0,710	1,717	0,655
	90	0,942	3,489	4,188	5,290	0,493
		1,548	3,762	4,478	3,229	0,921
	102	1,060	0,743	2,528	1,297	2,337
		1,305	1,154	2,324	1,389	1,053
	110	1,099	3,342	4,197	0,703	1,057
		1,186	3,125	3,302	0,642	1,331

Figura 2 – Massa de quercetina nos extratos.

3.2. Análise de variância

Com o uso do *software* Minitab 19, adotou-se o modelo aditivo para o estudo dos dados da Figura 2, admitindo que este fosse linear e que os efeitos de cada uma das cinco variáveis estudadas fossem independentes entre si. Porém, constatou-se uma elevada falta de ajuste, levando a sugestão de não-linearidade do modelo. O próprio *software* sugere outras transformações dos dados e, dentre as opções, a de melhor ajuste foi o inverso da raiz quadrada. A partir dessa suposição, foi obtida a tabela ANOVA vista na Tabela 2.

Tabela 2 – Tabela ANOVA.

Fator de Variação	Graus de Liberdade	Soma dos Quadrados	Mean-Square	Valor F	P-Value
Temperatura de Secagem	4	1,05487	0,263719	31,63	0,000
Solvente	4	1,65499	0,413747	49,62	0,000
Temperatura	4	0,13484	0,033709	4,04	0,010
Relação carga/solvente	4	2,54088	0,635221	76,18	0,000
Agitação	4	0,12969	0,032423	3,89	0,012
Erro	29	0,24182	0,008339	-	-
Falta de Ajuste	4	0,02649	0,006623	0,77	0,556
Erro Puro	25	0,21533	0,008613	-	-
Total	49	5,75709	-	-	-

Para o estudo, adotou-se como hipótese nula: “A variável não interfere na operação”. Para aceitar tal hipótese, o p-value deve ser maior que o nível de significância limite de 0,05, o que, pela última coluna da tabela ANOVA, não ocorre para nenhuma das variáveis, o que ocasiona a rejeição da hipótese nula para todos eles, levando a afirmar que todas as variáveis analisadas influenciam na lixiviação e devem ser consideradas como variáveis de processo.

Ao gerar o histograma dos resíduos, visto na Figura 3, nota-se que eles estão bem distribuídos, o que valida a utilização do modelo.

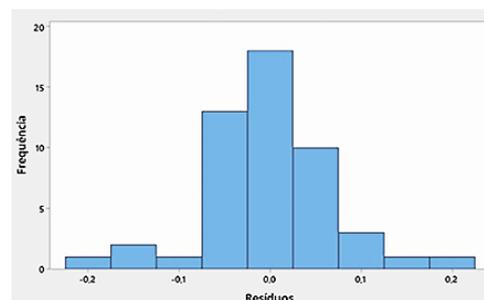


Figura 3 – Histograma dos resíduos.

Já no gráfico da Figura 4, não se observa uma forma afunilada no comportamento dos resíduos frente ao valor estimado pelo modelo não-linear adotado, o que também valida o ajuste a esse modelo.

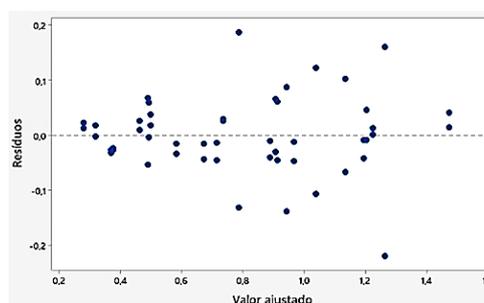


Figura 4 – Comportamento dos resíduos.

4. Conclusões

A análise de variância dos dados de massa da Figura 2 demonstrou que as cinco variáveis estudadas interferem na lixiviação da cebola roxa e no teor de quercetina nos extratos. Apesar disso, o segundo ensaio foi o que gerou a melhor recuperação, com a média de 11,359 mg de quercetina no extrato, obtido a partir de 3g de cebola seca a 70 °C com etanol 60% (v/v) como solvente, o que sugere que esta é uma possível condição ótima de operação. A próxima etapa analisará o grau de interferência destas variáveis, ou seja, como e quanto elas influenciam na recuperação da quercetina.

5. Referências

- [1] E. B. Behling et al., *Alimentos e Nutrição*, 15, 285-292, 2004.
- [2] G. T. Galo et al., *The Journal Of Engineering And Exact Sciences*, [s.l.], 4, 0153-0162, 2018.
- [3] C. J. Geankoplis, *Transport Processes and Unit Operations*, Prentice-hall International, 1993.

Agradecimentos

À instituição Centro Universitário FEI, que garantiu todas as condições para desenvolver este projeto, à Profa. Dra. Maristhela Marin e ao Gustavo Galo por toda base e o apoio ao longo deste trabalho.

¹ Aluna de IC do Centro Universitário FEI. Projeto com vigência de 12/19 a 11/20.