Extração de compostos fenólicos da folha de oliveira (*Olea europaea* L.) com o uso de deep eutectic solvents (DES)

Isabella A. Shiwaku*, Paula V. A. Pontes, Guilherme J. Maximo, Eduardo A. C. Batista

Resumo

A folha de oliveira (*Olea europaea* L.), resíduo proveniente do processamento de azeite, constitui uma potencial fonte de compostos bioativos devido à considerável quantidade de compostos fenólicos que apresenta. Ao mesmo tempo, uma classe emergente de solventes, denominada deep eutectic solvents (DES) e descrita por muitos pesquisadores como green solvents, tem sido cada vez mais estudada dada as suas características de biodegradabilidade, segurança e capacidade de solvatação com diversos compostos orgânicos. O presente trabalho visou identificar os principais compostos fenólicos presentes na amostra através de Cromatografia Líquida de Ultra Eficiência (UPLC), na qual determinou-se a oleuropeína como composto fenólico majoritário, além de comparar a eficiência do uso de DES e de solventes comumente utilizados para a extração de tais compostos. O tempo de extração de compostos fenólicos da folha de oliveira foi avaliado a partir de uma cinética de extração e as condições otimizadas de temperatura e teor de água durante o processo, determinados por delineamento experimental.

Palavras-chave: Folha de oliveira, oleuropeína, deep eutectic solvents.

Introdução

Os *deep eutectic solvents* (DES) tratam-se de uma classe emergente de solventes verdes que consistem na interação de dois ou três compostos orgânicos que são capazes de formar entre si ligações de hidrogênio, resultando em uma mistura eutética com ponto de fusão menor que o de cada um de seus componentes individuais¹. Os DES têm sido cada vez mais estudados dado à sua biodegradabilidade, segurança na manipulação e sua capacidade de solvatação com diversos tipos de compostos orgânicos. Essa última característica lhes atribui maior especificidade de interação, tornando-os potenciais solventes na extração de compostos bioativos. Sua recuperação, por sua vez, tem sido estudada nos últimos anos, entre eles, os polifenóis presentes nas folhas e no bagaço da oliveira (*Olea europaea* L.), resíduos provenientes do processamento de azeite de oliva. Neste âmbito, o presente trabalho visou estudar a eficiência de diferentes tipos de DES na extração de compostos fenólicos presentes na folha de oliveira, em comparação com os solventes comumente utilizados.

Resultados e Discussão

O tempo de extração dos compostos fenólicos da folha de oliveira foi de 1 h, sendo definido a partir de uma cinética de extração convencional (maceração) a 40 °C com agitação de 660 rpm e etanol:água (75:25 m/m). As condições otimizadas de processo foram definidas por meio de um planejamento fatorial 2² com pontos axiais e três pontos centrais (condições iguais às da cinética de extração). Como resposta no planejamento de experimentos, utilizou-se a oleuropeína (mg/kg), fenólico majoritário quantificado nas folhas de oliveira durante a cinética, e as variáveis independentes foram: temperatura de processo e teor de água no solvente. O fator temperatura variou de 25,9 - 54,1 °C, enquanto o fator composição de água no solvente (%) variou de 0,5 até 49,5% (m/m). As curvas de nível obtidas pelo planejamento experimental (**Figura 1**) demonstram que maiores extrações do fenólico definido na matriz extratora ocorrem nas condições de maior temperatura e menor teor de água, resultando em uma maior capacidade

antioxidante nessas condições. A análise de variância (ANOVA) realizada demonstrou ajuste do modelo adotado e permitiu o uso da Equação 1 para as previsões quantitativas na extração de oleuropeína nas condições mencionadas, uma vez que a regressão foi significativa.

$$\text{Oleuropeína (mg/kg)} = 89,58 + 7,219x_1 - 28,762x_2 - 2,132x_1^2 + 37,962x_2^2 - 20,681x_1x_2 \quad (1)$$

Figura 1. Curva de nível para os efeitos de temperatura (°C) e composição de solvente (%).

O planejamento foi validado, repetindo-se o ponto ótimo de extração (etanol:água (99,5:0,5 m/m)) a 40 °C em triplicata. Para a formação dos *deep eutectic solvents* (DES) foram avaliados cinco tipos de ácidos policarboxílicos orgânicos de diferentes tamanhos de cadeia (acético, málico, malônico, succínico e cítrico) em conjunto com cloreto de colina e adição de 20 % de água (m/m) visando diminuir sua viscosidade e aumentar sua capacidade de extração.

Conclusões

A folha de oliveira apresentou relevante conteúdo de compostos antioxidantes, sendo a oleuropeína seu principal composto fenólico. Através do planejamento experimental, foram determinadas as condições otimizadas de extração, dadas em temperaturas mais próximas de 40 °C e menores teores de água no solvente.

Agradecimentos

Os autores agradecem ao CNPq (140702/2017-2, 308924/2017-7, 426913/2018-3, SAE); FAPESP (2014/21252-0, 2016/08566-1). O presente trabalho foi realizado com apoio da Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior - Brasil (CAPES) - Código de Financiamento 001.

† Abbott, A. P.; Capper, G.; Davies, D. L.; Rasheed, R. K.; Tambyrajah, V. Novel solvent properties of choline chloride/urea mixtures. *Chemical Communications*, n. 1, p. 70–71, 2003.