

Efeitos de diferentes técnicas extrativas na obtenção da β -ecdisona proveniente de *Pfaffiaglomerata*: um estudo de revisão

Effects of different extractions techniques in obtaining the β -ecdysone from *Pfaffia glomerata*: a review study

Efectos de diferentes técnicas extractivas en la obtención de β -ecdisona a partir de *Pfaffiaglomerata*: un estudio de revisión

Recebido: 22/03/2021 | Revisado: 28/03/2021 | Aceito: 29/03/2021 | Publicado: 09/04/2021

Fábio Dias Bertoco Júnior

ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-7041-0772>
Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Paraná, Brasil
E-mail: fabiobertocjr@gmail.com

Laura Correia Marquezi

ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-9284-2376>
Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Paraná, Brasil
E-mail: marquezilaura@gmail.com

Otávio Akira Sakai

ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-3502-5107>
Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Paraná, Brasil
E-mail: otavio.sakai@ifpr.edu.br

Marcela Moreira Terhaag

ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-3558-9199>
Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Paraná, Brasil
E-mail: marcela.terhaag@ifpr.edu.br

Resumo

A *Pfaffiaglomerata* é uma planta da família Amaranthaceae, presente naturalmente em inúmeras regiões brasileiras, com propriedades medicinais e usualmente empregada como anti estresse, para o aumento da imunidade e como afrodisíaco. Estas características se devem à presença da β -ecdisona, uma saponina presente exclusivamente nesta espécie e que possui grande valor comercial. Sendo assim, torna-se de interesse industrial e científico metodologias que otimizem a extração da β -ecdisona. Este trabalho objetivou realizar uma revisão de literatura verificando a influência dos métodos extrativos e demais fatores no rendimento da extração da β -ecdisona. Assim, foi elaborado um estudo de levantamento bibliográfico em três plataformas digitais: Google Acadêmico, SciELO e Periódicos Capes, selecionando artigos publicados no período entre 2015-2020. Após adequada seleção de materiais científicos, analisou-se em 12 artigos científicos parâmetros relativos à extração da β -ecdisona, tais como métodos, tipos e concentração de solventes, além de condições de extração, tais como tempo, pressão e temperatura. Em seguida, identificou-se quais os parâmetros extrativos empregados nestas pesquisas resultaram em um maior teor de β -ecdisona. Verificou-se que a maioria dos autores empregaram solventes orgânicos polares devido à alta polaridade da molécula, que ocorre por conta das ligações entre átomos de hidrogênio e oxigênio, e extração por maceração, em função da facilidade e do baixo custo de operação. Pesquisas apontaram que temperaturas entre 333 e 393K aumentaram o rendimento da extração, mas que acima de 393K levam a degradação da molécula. Em relação à pressão da extração, pesquisas indicam que não houve aumento no rendimento em pressões acima de 10MPa.

Palavras-chave: *Pfaffiaglomerata*; β -ecdisona; Métodos extrativos; Ginseng brasileiro; Otimização.

Abstract

The *Pfaffia glomerata* is a plant of the family Amaranthaceae, naturally present in countless Brazilian regions, with medicinal properties and usually employed as anti stress, for increased immunity and as an aphrodisiac. These characteristics are due to the presence of the β -ecdysone, a saponin present exclusively in this species and which has great commercial value. Therefore, it becomes of industrial and scientific interest methodologies that optimize the extraction of β -ecdysone. This work aimed to conduct a literature review checking the influence of extractives methods and other factors in the income of the β -ecdysone. Thus, a bibliographic survey study was developed on three digital platforms: Academic Google, SciELO and Periodicals Capes, selecting articles published in the period between 2015-2020. After adequate selection of scientific materials, parameters related to the extraction of the β -ecdysone were analyzed in 12 scientific articles, such as methods of extraction, types and concentrations of solvents, beyond the extractive conditions, such as time, temperature and pressure. Afterwards, it was identified which extractive

parameters used in these researches resulted in a higher content of β -ecdysone. It was noted that most authors used polar organic solvents due to the high polarity of the molecule, which occurs because of the bonds between hydrogen and oxygen atoms, and extraction by maceration, due to the ease and low cost of operations. Research has shown that temperatures between 333 and 393K increase extraction yield, but that above 393K lead to degradation of the molecule. Regarding the extraction pressure, research indicates that there was no increase in yield at pressures above 10MPa.

Keywords: *Pfaffia glomerata*; β -ecdysone; Extractive methods; Brazilian ginseng; Optimization.

Resumen

La *Pfaffia glomerata* es una planta de la familia Amaranthaceae, presente naturalmente en innumerables regiones brasileñas, con propiedades medicinales y habitualmente utilizada como antiestrés, para aumentar la inmunidad y como afrodisíaco. Estas características se deben a la presencia de β -ecdisona, una saponina presente exclusivamente en esta especie y que tiene un gran valor comercial. Por tanto, es de interés industrial y científico metodologías que optimicen la extracción de β -ecdisona. Este trabajo tuvo como objetivo realizar una revisión de la literatura verificando la influencia de los métodos extractivos y otros factores en el rendimiento de la extracción de β -ecdisona. Así, se elaboró un estudio de relevamiento bibliográfico en tres plataformas digitales: Google académico, SciELO y Periódicos Capes, seleccionando artículos publicados entre 2015-2020. Después de una selección adecuada de materiales científicos, fueron analizados los parámetros relacionados con la extracción de la β -ecdisona en 12 artículos científicos, tales como métodos, tipos y concentraciones de solventes, además de las condiciones de extracción, tales como tiempo, presión y temperatura. Luego, se identificó qué parámetros extractivos utilizados en estos estudios dieron como resultado un mayor contenido de β -ecdisona. Se encontró que la mayoría de los autores utilizan solventes orgánicos polares debido a la alta polaridad de la molécula, que se debe por los enlaces entre los átomos de hidrógeno y oxígeno, y la extracción por maceración, debido a la facilidad y bajo costo de operación. La investigación ha demostrado que las temperaturas entre 333 y 393K aumentaron el rendimiento de extracción, pero que por encima de 393K conducen a la degradación de la molécula. Con respecto a la presión de extracción, las investigaciones indican que no hubo aumento en el rendimiento a presiones superiores a 10MPa.

Palabras clave: *Pfaffia glomerata*; β -ecdisona; Métodos extractivos; Ginseng brasileño; Optimización.

1. Introdução

O gênero *Pfaffia*, também conhecido como ginseng-brasileiro, fáfia ou paratudo, é um gênero de planta pertencente à família Amaranthaceae (Gosmann et al., 2003), que segundo Balastrieri et al. (2018), possui uma ampla distribuição geográfica, incluindo cerca de 170 gêneros e 2000 espécies, sendo que no Brasil ocorrem aproximadamente 20 gêneros nativos e 100 espécies.

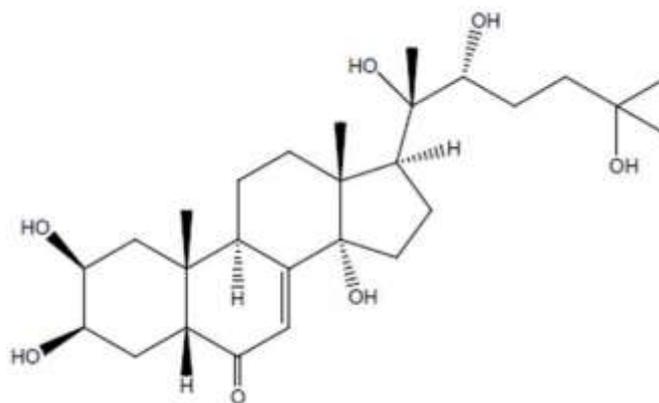
A *P. glomerata* é considerada uma espécie endêmica no Brasil, podendo ser encontrada em cerrados, campos rupestres, campos limpos, orlas de matas, beiras de rios e capoeiras (Salette et al., 2009).

Contudo, comparado a *Panaxginseng*, há pouco estudo sobre a fáfia. Segundo Rates e Gosmann (2002) e Santos, Vardanega e Meireles (2018) a *P. glomerata* tem sido empregada contra o esgotamento físico e mental, falta de memória, para auxiliar no tratamento de irregularidades circulatórias, estresse, anemia, diabetes, e ainda no tratamento da impotência sexual. Tem sido observado, ainda, melhora na memória imediata e remota (Marques, 1998). Além disso, Vasconcelos e Gonçalves (2011) acrescentam que, a ecdisona é extraída no intuito de usos como: atividade analgésica, como feromônio no controle de insetos e como inibitório ao desenvolvimento de microorganismos.

Parte das atividades biológicas relacionadas à *P. glomerata* se deve a presença das saponinas, que são glicosídeos de alta massa molecular e apresentam um núcleo fundamental denominado aglicona ou sapogenina. Dentre as saponinas presentes na fáfia, a β -ecdisona ([2β 3β 5β $22R$] -2,3,14,20,22,25-hexahidroxi-colest-7-en-6-ona) (Figura 1) é a responsável por boa parte dos efeitos farmacológicos relacionados à planta e por ser encontrado apenas na *P. glomerata*, é utilizado como marcador químico desta espécie (Santos et al., 2018).

Apesar deste ginsenosídeo ser extraído apenas das raízes, estudos apontam que o mesmo está presente também nas partes aéreas da planta (inflorescências, folhas e talos) (De Paris et al, 2020; Martins et al., 2000). De acordo com Sanches et al (2001), o extrato bruto da *Pfaffia* possui um efeito anti-hiperglicemiante, porém esse efeito não é responsável pela β -ecdisona, visto que a planta possui outras saponinas com bons benefícios mas com poucos estudos sobre.

Figura 1- Estrutura química da β -ecdisona.



Fonte: adaptado Zimmer et al. (2006).

A extração é uma operação unitária que tem como objetivo a separação de determinadas substâncias a partir de diversas matrizes, sólidas ou líquidas, por processos químicos, físicos ou mecânicos (Debien, 2014). Em um processo de extração, fatores como o tipo de solvente, as condições de processo (temperatura, pH e a razão entre o solvente e a matriz vegetal) e as propriedades do material vegetal (composição e tamanho de partículas) são os fatores mais importantes na determinação da eficiência do processo de extração de saponinas (Majinda, 2012).

As saponinas da *P. glomerata* podem ser extraídas de diversas formas, tanto empregando métodos tradicionais, como a maceração e a extração por soxhlet, quanto empregando tecnologias emergentes como por extração líquida pressurizada, extração assistida por micro-ondas e a extração assistida por ultrassom (Vardanega, 2013; Khoddami, Wilkes, & Roberts, 2013). É importante lembrar que diferentes métodos de extração correspondem em quantidades diferentes da saponina, portanto, se torna de interesse científico e econômico a otimização dos métodos e condições utilizadas para maior obtenção dos compostos de interesse. O objetivo deste trabalho foi realizar uma revisão de literatura verificando a influência dos métodos extrativos e demais fatores no rendimento da extração da β -ecdisona.

2. Metodologia

Este artigo trata-se de um estudo de revisão integrativa da literatura por meio de levantamento bibliográfico em fontes secundárias. Segundo Souza, Silva e Carvalho (2010) a revisão integrativa permite identificar, analisar e comparar assuntos de um mesmo conteúdo, porém de fontes diferentes, assim, torna-se uma forma ideal para iniciar um estudo.

Portanto, realizou-se uma pesquisa utilizando os seguintes critérios de inclusão: artigos publicados entre 2015-2020, com texto completo e linguagem português e/ou inglês. Para a pesquisa, utilizou-se as palavras-chave "*Pfaffia*", "*glomerata*", "*extração*" e "*extraction*", em três bases de dados: Google Acadêmico, SciELO e Periódicos Capes. Os critérios de exclusão foram documentos como dissertações, artigos que não apresentassem relevância para o presente estudo e que não foram publicados nos últimos cinco anos. O levantamento foi realizado entre 9 e 17 de dezembro de 2020.

Já para a seleção dos artigos, realizou-se uma leitura dos títulos e resumos, e caso apresentassem relevância científica para o estudo, a leitura integral. Os selecionados foram organizados em forma de tabela, onde registrou-se as informações de maior relevância, como: tipo de solução extratora, método extrator, temperatura, pressão, tempo, método para quantificação de β -ecdisona e seu teor e por último, o tipo de amostra coletada. Por fim, sintetizou-se os dados extraídos e comparou-os, agregando o conhecimento obtido para o presente estudo.

3. Síntese e Caracterização dos Estudos

A pesquisa realizada nas plataformas Google Acadêmico, SciELO e Periódicos Capes obteve um total de 1611 artigos, sendo 1510, 8 e 93 para cada uma das plataformas, respectivamente. Após acrescentar os critérios de inclusão, sendo eles: artigos publicados entre 2015-2020, texto completo e linguagem português e/ou inglês, obteve-se 688 para o Google Acadêmico, 1 para o Scielo e 57 para o Periódicos Capes. E após a leitura, selecionou-se um total de 12 artigos, demonstrados na Tabela 1.

Tabela 1 - Artigos selecionados com ordem crescente de ano de publicação.

Autor	Ano	Título
Corrêa et al.	2015	In vitro photoautotrophic potential and ex vitro photosynthetic competence of <i>Pfaffia glomerata</i> (Spreng.) Pedersen accessions
Debien, Vardanega, Santos & Meireles.	2015	Pressurized Liquid Extraction as a Promising and Economically Feasible Technique for Obtaining Beta-Ecdysone-Rich Extracts from Brazilian Ginseng (<i>Pfaffia glomerata</i>) Roots
Vardanega et al. ^a	2016	Techno-economic evaluation of obtainig Brazilian ginseng extracts in potential production scenarios
Albarelli et al.	2016	Economical Analysis of a Pressurized Fluid-Based Process Applied for Phytochemicals Recovery in a Sustainable Biorefinery Concept for Brazilian Ginseng Roots
Neves et al.	2016	“Brazilian ginseng” (<i>Pfaffia glomerata</i> Spreng. Pedersen, Amaranthaceae) methanolic extract: cytogenotoxicity in animal and plant assays
Vardanega, Santos & Meireles.	2017	Proposal for fractionating Brazilian ginseng extracts: Process intensification approach
Vardanega, Carvalho, Santos & Meireles.	2017	Obtaining prebiotic carbohydrates and beta-ecdysone from Brazilian ginseng by subcritical water extraction
Balastri et al.	2018	Estudo Comparativo entre Técnicas de Extração Convencional e Limpa e, Caracterização dos Biocompostos do Ginseng Brasileiro <i>Pfaffiaglomerata</i> utilizando o FT-RAMAN e FT-NIR
Vardanega et al. ^b	2019	Obtaining functional powder tea from Brazilian ginseng roots: Effects of freeze and spray drying processes on chemical and nutritional quality, morphological and redispersion properties
Dias et al.	2019	Hydroalcoholic extract of <i>Pfaffia glomerata</i> alters the organization of the seminiferous tubules by modulating the oxidative state and the microstructural reorganization of the mice testes
Felipe et al.	2019	Salinity-induced modifications on growth, physiology and 20-hydroxyecdysone levels in Brazilian-ginseng [<i>Pfaffia glomerata</i> (Spreng.) Pedersen]
Franco et al.	2020	A 20-hydroxyecdysone-enriched fraction from <i>Pfaffia glomerata</i> (Spreng.) pedersen roots alleviates stress, anxiety, and depression in mice

Fonte: Autores (2021).

Um aspecto bastante interessante verificado neste levantamento, foi de que todos os artigos listados nesta pesquisa foram desenvolvidos no Brasil, ressaltando a importância da pesquisa entre as plantas nativas do país, visto que há mais de 55000 espécies catalogadas, porém apenas 8% desse total foram de fato estudadas (Heinzmann& Barros, 2007).

Verificou-se, dentre os trabalhos avaliados nesta pesquisa, que estes possuíam objetivos diferentes uns dos outros, avaliando em alguns os aspectos econômicos relacionados à produção e extração, visando uma otimização de processos e em outros (de forma conjunta ao não) avaliando a aplicação farmacológica. Dentre os artigos 12 selecionados, quatro artigos discutem os gastos e lucros do processo de obtenção de β -ecdisona em escala industrial, dois acerca da aplicação dos extratos em camundongos, analisando os efeitos afrodisíaco e de anti-estresse provenientes do componente bioativo presente nas raízes da *Pfaffiaglomerata*, dois discutem sobre técnicas de extração utilizando tecnologias limpas, emergentes ou verde, um artigo de revisão comparando os avanços na tecnologia de alta pressão e três artigos apresentando os efeitos do tipo de secagem e fatores abióticos em relação ao teor do composto de interesse.

Além disso, apenas dois trabalhos em lugar de utilizar a raiz da *P. glomerata* avaliaram os processos extrativos em folhas e em outras partes da planta (raiz, caule e inflorescências). Ainda, dentre os trabalhos avaliados, onze utilizaram como método de quantificação e qualificação do composto de interesse a cromatografia líquida de alta eficiência (HPLC ou CLAE), enquanto apenas um utilizou a cromatografia líquida acoplada à espectrometria de massas (LC-MS).

Um levantamento do teor de β -ecdisona determinado após a extração, os métodos e parâmetros extrativos empregados (tempo, temperatura, pressão e solventes) em cada pesquisa está apresentado na Tabela 2.

Tabela 2 -Métodos, solventes e condições utilizados para extração da β -ecdisona.

Método de extração	Solução extratora	Temperatura (K)	Pressão (MPa)	Tempo (min)	Teor de B-ecdisona (mg/g)
Maceração dinâmica	Metanol	298	0,1	10080	0,006 ³
Extração líquida pressurizada	Etanol	393	10	130	0,049
Maceração dinâmica ¹	Etanol	298	0,1	200	0,026
Extração líquida pressurizada	Acetato de etila	393	12	15	0,003
Maceração	Metanol	303	0,1	21600	0,024
Maceração dinâmica ¹	Etanol e água ⁶	333	0,1	200 e 240	0,007
Extração líquida pressurizada	Água	373	2-12	5	0,007
Soxhlet	Metanol	298	0,1	300	Não quantificado
Maceração dinâmica ¹	Água	333	0,1	30	0,009
Maceração e percolação ²	Etanol	298	0,1	2880	0,006
Maceração dinâmica	Metanol	303	0,1	10080	0,007 ⁴
Maceração	Diclorometano	298	0,1	10080	Não cita ⁵

¹ Aparato extrator construído pelos autores.

² Extração realizada em duas etapas: maceração por 48h seguida de percolação.

³ Utilização apenas das folhas para a extração.

⁴ Combinação de todas as partes da planta (raiz, caule, flores e inflorescências).

⁵ Utilizou LC-MS.

⁶ Extração realizada em duas etapas: etanol por 200 min seguido de água por 240 min.

Fonte: Autores (2021).

Os diferentes estudos avaliados apresentaram rendimentos distintos nos processos de extração da β -ecdisona. Na Tabela 2 pode-se verificar o uso de distintos métodos e soluções extratoras pelos autores avaliados, confirmando que a forma como que a extração é conduzida pode influenciar no rendimento do processo.

4. Solução Extratora

Dentre os estudos analisados, verificou-se que o tipo da solução extratora foi avaliado tanto em função de buscar maiores eficiências na extração quanto pelo fato de haver uma constante busca por técnicas de extração que empreguem tecnologias menos tóxicas ao ambiente e ao operador.

De acordo com Martins, Lopes e Andrade (2013), a solubilidade de um composto orgânico está diretamente relacionada com sua estrutura molecular, especialmente com a polaridade das ligações e da espécie química como um todo. Geralmente, os compostos apolares ou fracamente polares são solúveis em solventes de mesma polaridade, enquanto os

compostos polares são solúveis também em solvente polares, o que está de acordo com a regra do “semelhante dissolve semelhante”. Portanto, a solubilidade depende diretamente das forças de atração intermoleculares.

Segundo Güçlü-Üstündağ e Mazza (2007), os solventes usualmente empregados para a extração das saponinas normalmente são água, álcoois de cadeia curta (metanol e etanol) e soluções hidro-alcoólicas, apesar de serem também empregados outros solventes, definidos em função da polaridade das distintas frações das saponinas presentes em cada planta.

A β -ecdisona (Figura 1) possui ligações entre átomos de carbono, onde não há diferença de eletronegatividade (EN), resultando em ligações covalentes apolares, pois as diferenças de eletronegatividade são menores que 0,5, onde o carbono possui EN = 2,5 e o hidrogênio EN = 2,1, resultando em uma diferença de EN de 0,4. (McMurry, 2011; Martins, Lopes & de Andrade, 2013; Martins, Silva & de Andrade, 2010). Entretanto, também há ligações entre hidrogênio e oxigênio, que segundo McMurry (2011), são mais fortes por conta da diferença de EN, que é de 1,4 (H = 2,1; O = 3,5).

Como consequência, os elétrons envolvidos na ligação são afastados do átomo de hidrogênio em direção ao átomo de oxigênio, deixando o primeiro com carga positiva e o segundo com carga negativa, gerando a polarização das ligações. Essas ligações são chamadas de ligações de hidrogênio, e ocorre quando há ligação direta entre o átomo de hidrogênio ligado a um de flúor, oxigênio ou nitrogênio (Martins, Lopes & de Andrade, 2013; Brown, LeMay&Bursten, 2007).

De acordo com McMurry (2011), a polaridade das moléculas é resultado dos pares de elétrons solitários e somatório vetorial das polaridades das ligações, medida denominada momento dipolo, representado pela letra grega μ e expressos em debyes (D). Dos compostos químicos, o cloreto de sódio é o que possui maior momento dipolo ($\mu = 9,00D$), por ser um composto iônico. Moléculas como a água ($\mu = 1,85D$) e o metanol ($\mu = 1,70D$) também possuem momentos dipolo consideráveis, devido a presença do átomo de oxigênio (fortemente EN) e pares de elétrons solitários (McMurry, 2011; Martins, Lopes & de Andrade, 2013; Martins, Silva & de Andrade, 2010). Já para a β -ecdisona, Nogueira (2007) relata que seu momento dipolo é de 4,95D, o que configura a molécula uma forte polarização, devido aos vários átomos de oxigênio e seus pares de elétrons solitários.

Portanto, por conta da polaridade da molécula, é necessário o uso de soluções extratoras polares para a extração do bicomponente, partindo do princípio de que polar dissolve polar. Nota-se que o melhor resultado de extração (0,049%) foi proveniente de um solvente não tóxico e polar, o etanol, enquanto o acetato de etila, que é um solvente apolar e tóxico, foi o que resultou menor teor (0,003%).

Outro aspecto verificado é de que 50% dos solventes apresentados na tabela são considerados tóxicos para o organismo humano e/ou para a natureza, deixando de ser uma tecnologia verde. Mas o descarte consciente desses resíduos (tóxicos ou não), previne os futuros problemas causados pelos mesmos, já que a indústria química é uma das que mais polui o ecossistema e contribui para a educação ambiental (Druzzian& Santos, 2006; de Oliveira & Sakai, 2020).

5. Métodos e Condições Extrativas

Metodologias de extração similares, relatadas nas pesquisas, proporcionaram quantificações diferentes de β -ecdisona, em função de pequenas variações de operação. A maceração, por exemplo, proporcionou rendimentos entre 0,006 e 0,026% (Tabela 2), enquanto a extração líquida pressurizada (PLE), proporcionou entre 0,003 e 0,049%. Vale ressaltar que todos autores obtiveram os melhores resultados utilizando solventes polares.

O método de maceração consiste, basicamente, em pôr o material contendo o composto de interesse em contato com a quantidade de solvente preestabelecida, por um certo período de tempo. Nesta metodologia, fatores como tamanho da partícula do material a ser extraído, umidade, tipo de solvente e sua relação entre peso da amostra e volume do mesmo podem interferir no rendimento dos processos de extração (Melecchi, 2015; Brum & Arruda, 2009; Martin & Bustamante, 1993). Algumas desvantagens são relacionadas a esta metodologia, tais como: maior tempo necessário para o processo de extração, dificuldade

de acesso do solvente ao composto de interesse (e conseqüente, menor rendimento), saturação do solvente e/ou equilíbrio entre solvente e interior da célula vegetal além da possibilidade de contaminação (Melecchi, 2005). Vantagens como baixo custo e facilidade de operação são comumente relacionadas a este método extrativo (Pontes et al., 2008).

Uma das formas de aumentar o rendimento nos processos de maceração é adicionando agitadores contínuos ou ocasionais aos extratores, tornando o processo dinâmico (Moreira et al., 2014; Tiwari et al., 2011). Dentre os trabalhos avaliados, a maioria dos autores optaram por maceração sob agitação ou sob fluxo contínuo dos solventes (Tabela 2). Apesar de Moreira et al. (2014) relatarem que os métodos dinâmicos proporcionam maior solubilidade dos bicomponentes, efeito que se deve provavelmente em função do contato mais íntimo e intenso entre a solução extratora e o componente na matriz vegetal., verificou-se (Tabela 2) que a diferença entre o teor de β -ecdisona (0,026 e 0,024%) obtido por meio de processos de maceração do tipo dinâmico e do tipo estático, respectivamente, foi pequena (Vardanega et al., 2016; Neves et al., 2016). Nestes trabalhos foram empregados solventes polares: etanol a 298K e metanol a 303K, respectivamente. Outro aspecto interessante relatado pelos autores é que o tempo de extração não proporcionou diferença significativa no rendimento dos processos, uma vez que o teor de β -ecdisona obtido em extrações realizadas em 200 e 21600 minutos foi similar. (Vardanega et al., 2016; Neves et al., 2016; Franco et al., 2020)

Outro método empregado por um dos referenciais avaliados, foi a extração por soxhlet, citado como vantajoso por poder ser aplicado em tecido animal ou vegetal, com execução simples e barata, não necessitando de treinamento especializado além de proporcionar um maior contato entre a amostra e o solvente (Brum & Arruda, 2009; Pontes et al., 2018; Tiwari et al., 2011). Nesse método de extração usualmente empregam-se solventes apolares, visando a extração de substâncias polaridade similar a estas, o que torna este método menos eficaz na extração da β -ecdisona, considerado um composto polar. Outra desvantagem é a necessidade de grandes porções de solvente em relação a outros métodos (Pontes et al., 2018). No levantamento bibliográfico realizado, os autores que utilizaram o soxhlet para extração não realizaram a quantização da β -ecdisona.

Um aspecto ressaltado pelos autores é a necessidade de emprego de alternativas sustentáveis e menos agressivas ao processo de extração, tais como uso da PLE, extração por ultrassom, extração micro-ondas, por fluidos supercríticos, entre outros (de Oliveira & Sakai, 2020).

Segundo Nunes (2013), na PLE são empregadas temperaturas de extração maiores do que as do ponto de ebulição do solvente, com elevação da pressão no interior da célula vegetal para que o solvente se mantenha em estado líquido. Com a condução do processo em maiores temperaturas observa-se aumento na solubilidade e na difusão dos bicomponentes, o que proporciona enfraquecimento e/ou rompimento da interação dos compostos de interesse com a matriz vegetal, além de diminuir a viscosidade e a tensão superficial do solvente, e conseqüentemente, maior taxa de penetração nos poros da matriz vegetal (Freitas, 2007).

Entretanto, segundo Debien (2014), temperaturas mais elevadas na indústria alimentar podem ser inviáveis, pois é possível causar a degradação de compostos termolábeis. Algumas das desvantagens do uso desse método é o alto custo do equipamento, que o torna impopular e menos utilizado em pesquisas (Melecchi, 2005).

No levantamento bibliográfico realizado, o melhor resultado de extração por PLE obteve uma quantificação de 0,049%, em temperatura de 393K, pressão de 10MPa e processo de 130min. Esse rendimento foi maior, quando comparado a outros resultados, o que permite considerar um método viável. Porém, operações conduzidas com aumento excessivo da pressão e temperatura de trabalho diminuem o rendimento da extração.

Em pressões ancoradas a 12 MPa, temperaturas de 373 e 393 K e tempo de extração de 5 e 15 min. foram obtidos 0,003 e 0,007% de β -ecdisona, respectivamente. Observa-se assim, que além de avaliar a pressão e temperatura adequada para

o processo de extração torna-se importante determinar qual o tempo adequado pois, segundo Veggi (2006), ao contrário do observado na extração por maceração, o tempo pode ser um parâmetro de grande influência na PLE.

Técnicas emergentes, conhecidas como técnicas limpas ou verdes também são empregadas para a obtenção de biocompósitos de *P. glomerata*, e têm se mostrado muito eficientes (de Oliveira e Sakai, 2020). Elas se destacam por não serem prejudiciais ao meio ambiente, evitando o uso de solventes tóxicos e geração de resíduos, além de sua rapidez de processo (de Oliveira & Sakai, 2010; Veggi, 2003). Entre elas, podemos citar a extração por fluido supercrítico (SFE), a extração assistida por ultrassom (UAE) e a extração assistida por micro-ondas (MAE).

A SFE oferece várias vantagens em relação aos métodos convencionais, como maior seletividade, rapidez, automaticidade, segurança ambiental e redução drástica do uso de solventes orgânicos, entretanto, apresenta alto custo financeiro, pequena capacidade de extração e dificuldade em extrair compostos polares (Rostagno, Araújo & Sandi, 2001; de Oliveira & Sakai, 2020; Leal et al., 2010).

A técnica consiste em submeter o solvente em altas temperaturas e pressões até que atinja seu ponto supercrítico, onde possui características intermediárias entre um líquido e um gás, adquirindo a viscosidade de um gás mas capacidade de dissolução como um líquido (Rostagno, Araújo & Sandi, 2001; Filippis, 2001; de Oliveira & Sakai, 2010). Segundo Rostagno, Araújo e Sandi (2001), o solvente comumente utilizado é o dióxido de carbono (CO₂), por ser inerte, não inflamável e de fácil obtenção. Entretanto, limitado devido à sua baixa polaridade, impossibilitando a extração de compostos polares (Leal et al., 2010; Filippis, 2001; Rostagno, Araújo & Sandi, 2001).

Leal et al. (2010) realizaram a extração da β-ecdisona proveniente das raízes de *P. glomerata* através da SFE, utilizando como solvente CO₂ e etanol (90:10, v/v), em condições de 20MPa e 303K, obtendo um baixo teor de β-ecdisona de 0,0046 (mg/g), além disso, registrou considerável queda na atividade antioxidante da planta quando comparado à extração realizada por maceração em condições ambientes, utilizando metanol como solvente. O baixo teor pode estar relacionado com o uso do CO₂ em maior concentração, portanto, menor afinidade com o composto de interesse, devido a diferença de polaridade entre ambos (Filippis, 2001; Rostagno, Araújo & Sandi, 2001).

A UAE ou banho ultrassônico é considerado um método vantajoso por ser rápido, não prejudicial ao meio ambiente, possuir automaticidade e capacidade de extrair grande número de compostos (de Oliveira & Sakai, 2010; Dolatowski, Stadnik & Stasiak, 2007). Tem sido amplamente utilizada para a extração de compostos antioxidantes em alimentos e produtos naturais, destacando-se na indústria alimentícia devido sua ampla aplicação (Dolatowski, Stadnik & Stasiak, 2007; Chung et al., 2010).

O método consiste na ação de ondas mecânicas em frequência que variam de 20kHz à 2000kHz, que agem na quebra de células vegetais através da formação e colapso de microbolhas dentro delas, assim, facilitando a extração dos compostos (Tiwari et al., 2010; Dolatowski, Stadnik & Stasiak, 2007; Ferreira, Chaves, Vialich & Sauer, 2014; Chung et al., 2010). Entretanto, Tiwari et al. (2011) declaram que a desvantagem do método é sua capacidade de alterar alguns compostos em plantas através de formação de radicais livres, portanto, podendo gerar mudanças indesejáveis no composto de interesse.

O estudo realizado por Vardanega (2013) demonstra um rendimento de 140 mg de β-ecdisona para 1 g de extrato da raiz de *P. glomerata*, quando utilizado a extração por percolação, com isopropanol e água (70:30, v/v), 60°C e auxílio do ultrassom. O resultado demonstrou ser 27% superior comparado ao mesmo método, porém, sem o auxílio do ultrassom.

A MAE tem se destacado por conta de seu tempo de extração pequeno, mas também por sua capacidade de reduzir consideravelmente a quantidade de solvente e amostra utilizados, entretanto, o seu equipamento possui alto custo e não é um método considerado seletivo, devido o alto número de compostos extraídos (de Oliveira & Sakai, 2020; Matallo et al., 2009; Gujar, Wagh & Gaikar, 2010). Tem sido aceita como uma técnica potencial para substituir as convencionais na extração de compostos orgânicos de materiais vegetais (Li et al., 2010).

A técnica consiste na quebra das ligações de hidrogênio através das microondas, rompendo as paredes celulares, o que aumenta a penetração do solvente na matriz e conseqüentemente, maior dissolução dos componentes a serem extraídos (Li et al., 2010; Chen, Xie & Gong, 2007; Matallo et al., 2009; Gujar, Wagh&Gaikar, 2010). Não foram encontrados estudos que envolvam a extração dos compostos da *P. glomerata* pela MAE, indicando que ainda é necessário maiores estudos sobre.

6. Considerações Finais

Este estudo de literatura permitiu analisar os métodos, solventes e condições de extração utilizados por doze trabalhos para a obtenção do composto bioativo β -ecdisona, proveniente da planta *Pfaffiaglomerata*. Os artigos selecionados demonstraram grande variedade de métodos e resultados, entretanto, foi possível identificar os melhores parâmetros para a realização da extração. Em relação a utilização do solvente, os melhores resultados foram obtidos quando utilizados solventes de mesma polaridade da molécula, como o metanol ou etanol.

Apesar dos autores avaliados declararem que os métodos de extração dinâmicos são mais eficazes, não foi observado neste levantamento que estes proporcionem significativamente maiores rendimentos. De forma unânime os trabalhos pesquisados recomendam que estudos sejam conduzidos em busca de otimização para métodos de extração sustentáveis, com menor impacto ao meio ambiente e de operação mais segura.

Quanto às condições de processo utilizadas, conclui-se que a temperatura é um dos parâmetros de maior importância, uma vez que em níveis adequados pode auxiliar na solubilização do composto. Pesquisas indicam que em temperaturas excessivas pode ocorrer destruição da molécula de interesse.

Em relação a pressão da extração, pesquisas indicam que este parâmetro depende do método utilizado. O tempo de extração não influenciou no rendimento para os métodos macerativos. Na extração líquida pressurizada verificou-se que em maiores tempos de extração obteve-se maior rendimento de processo.

Além dos métodos tradicionalmente utilizados, nota-se que tanto a extração assistida por ultrassom quanto a extração assistida por microondas podem ser promissoras na extração das saponinas da *P. glomerata*, ao contrário da extração por fluido supercrítico, que não demonstrou bons rendimentos de β -ecdisona, devido ao solvente comumente utilizado (CO_2).

Referências

- Albarelli, J. et al. (2016). Economical analysis of a pressurized fluid-based process applied for phytochemicals recovery in a sustainable biorefinery concept for Brazilian ginseng roots. *Chemical Engineering Transactions*, 50.
- Balastri, C. et al. (2018). Estudo Comparativo entre Técnicas de Extração Convencional e Limpa e, Caracterização dos Biocompostos do Ginseng Brasileiro *Pfaffiaglomerata* utilizando FT-RAMAN e FT-NIR. *International Workshop Advances in Cleaner Production*.
- Brown, L. S., LeMay, H. E., & Bursten, B. E. Química: A Ciência Central, (9a ed.), Pearson Education do Brasil.
- Brum, A. A. S., & Arruda, L. F. D. (2009). Métodos de extração e qualidade da fração lipídica de matérias-primas de origem vegetal e animal. *Química Nova*, 32(4), 849-854.
- Cavalcanti, R. N. (2013). Extração de antocianinas de resíduo de jabuticaba (*Myrciaria cauliflora*) utilizando líquido pressurizado e fluido supercrítico: caracterização química, avaliação econômica e modelagem matemática (Tese de Doutorado). Universidade de Campinas (UNICAMP).
- Chen, Y., Xie, M., & Gong, X. (2007). Microwave-assisted extraction used for the isolation of total triterpenoid saponins from *Ganoderma atrum*. *Journal of Food Engineering*, 81(1), 162-170.
- Chung, H. et al. (2010). Comparison of Different Strategies for Soybean Antioxidant Extraction. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 58, 4508-4512.
- Corrêa, J. P. O. et al. (2015). In vitro photoautotrophic potential and ex vitro photosynthetic competence of *Pfaffia glomerata* (Spreng.) Pedersen accessions. *Plant Cell, Tissue and Organ Culture (PCTOC)*, 121, 289-300.
- Debien, I. C. N., Vardanega, R., Santos, D. T., & Meireles, M. A. A. (2015). Pressurized Liquid Extraction as a Promising and Economically Feasible Technique for Obtaining Beta-Ecdysone-Rich Extracts from Brazilian Ginseng (*Pfaffia glomerata*) Roots. *Separation Science and Technology*, 50(11).

- Debien, I. C. N. Estudo de processos de extração e equilíbrio de fases a altas pressões: obtenção de beta-ecdisona do Ginseng brasileiro (*Pfaffia glomerata*) e equilíbrio de fases de sistemas contendo L-ácido láctico, CO₂, propano e etanol. 2014. 203 p. (Tese de doutorado) - Universidade Estadual de Campinas, Faculdade de Engenharia de Alimentos, Campinas, SP.
- De Oliveira, C. B. D., & Sakai, O. A. (2020). Clean technologies for obtaining biocomposites of brazilian ginseng *Pfaffia glomerata* (Spreng.) Pederson: A Review. *European Journal of Medicinal Plants*, 31 (14), 18-31.
- De Paris, F., Neves G., Salgueiro J. B., Quevedo J., Izquierdo I., & Rates S. M. K. (2000). Psychopharmacological screening of *Pfaffia glomerata* Spreng. (Amaranthaceae) in rodents. *Journal of Ethnopharmacology*, 73 (1-1), 261-269.
- Dias, F. C. R. et al. (2019). Hydroalcoholic extract of *Pfaffia glomerata* alters the organization of the seminiferous tubules by modulating the oxidative state and the microstructural reorganization of the mice testes. *Journal of Ethnopharmacology*, 233, 179-189.
- Dolatowski, Z. J., Stadnik, J., & Stasiak, D. (2007). Applications of ultrasound in food technology. *Acta Scientiarum Polonorum Technologia Alimentaria*, 6(3), 89-99.
- Druzzian, E., & Santos, R. (2006). Sistema de gerenciamento ambiental (SGA): Buscando uma resposta para os resíduos de laboratórios das instituições de ensino médio e profissionalizante. *Revista Liberato*, 7(7).
- Felipe, S. H. et al. (2019). Salinity-induced modifications on growth, physiology and 20-hydroxyecdysone levels in Brazilian-ginseng. *Plant Physiology and Biochemistry*, 140, 43-54.
- Ferreira, B. L., Chaves, E. S., Vialich, J., & Sauer, E. (2014). Extração assistida por ultrassom para determinação de Fe, K e Na em amostras de achocolatado em pó. *Brazilian Journal of Food Technology*, 17(3).
- Filippis, F. M. (2001). Extração com (CO₂) supercrítico de óleos essenciais de Hon-sho e Ho-sho - experimentos e modelagem. (Dissertação de mestrado), Universidade Federal do Rio Grande do Sul. Porto Alegre, RS.
- Franco, R. R. et al. (2020). A 20-hydroxyecdysone-enriched fraction from *Pfaffia glomerata* (Spreng.) pedersen roots alleviates stress, anxiety, and depression in mice. *Journal of Ethnopharmacology*, 267.
- Freitas, C. S., et al. (2004). Involvement of nitric oxide in the gastroprotective effects of an aqueous extract of *Pfaffia glomerata* (Spreng.) Pedersen, Amaranthaceae, in rats. *Life Sciences*, 7 (9), 1167-1179.
- Freitas, L. D. S. (2007). Desenvolvimento de procedimentos de extração do óleo de semente de uva e caracterização química dos compostos extraídos (Tese de Doutorado). Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, RS.
- Gosmann, G. et al. (2003). Botanical (morphological, micrographic), chemical and pharmacological characteristics of *Pfaffia* species (Amaranthaceae) native to South Brazil. *Revista Brasileira de Ciências Farmacêuticas*, 39(2), 141-147.
- Güçlü-Üstündağ, O., & Mazza, G. (2007). Saponins: Properties, Applications and Processing. *Critical Reviews in Food Science and Nutrition*, 47, 231-258.
- Gujar, J. G., Wagh, S. J., & Gaikar, V. G. (2010). Experimental and modeling studies on microwave-assisted extraction of thymol from seeds of *Trachyspermum ammi* (TA). *Separation and Purification Technology*, 70, 257-264.
- Heinzmann, B., & Barros, F. (2007). Potencial das plantas nativas brasileiras para o desenvolvimento de fitomedicamentos tendo como exemplo *Lippia Alba* (Mill.) N. E. Brown (Verbenaceae). *Saúde*, 33(1), 43-48.
- Khoddami, A., Wilkes, M. A. & Roberts, T. H. (2013). Techniques for analysis of plant phenolic compounds, *Molecules*, 18, 2328 – 2375.
- Leal, et al. (2010). Brazilian Ginseng extraction via LPSE and SFE: Global yields, extraction kinetics, chemical composition and antioxidant activity. *The Journal of Supercritical Fluids*, 54, 38-45.
- Li, et al. (2010). Optimization of microwave-assisted extraction of triterpene saponins from defatted residue of yellow horn (*Xanthoceras orbifolia* Bunge.) kernel and evaluation of its antioxidant activity. *Innovative Food Science & Emerging Technologies*, 11(4), 637-643.
- Majinda, R. R. T. (2012). *Extraction and isolation of saponins*. In: S. D. Sarker and L. Nahar (Eds.), *Natural Products Isolation, Methods in Molecular Biology* (v. 864, cap. 16, pp. 415-426). Berlin: Springer Science+Business Media.
- Marchioretto, M. S., Miotto, S. T. S., & Siqueira, J. C. (2009). Padrões de distribuição geográfica das espécies brasileiras de *Pfaffia* (Amaranthaceae). *Rodriguésia (Rio de Janeiro)*, 60(3), 667-680.
- Marques, L. C. (1998). Avaliação da ação adaptógena das raízes de *Pfaffia glomerata* (Sprengel) Pedersen-Amaranthaceae. São Paulo. (Tese de Doutorado). Universidade Federal de São Paulo. 1998.145.
- Martin, A., & Bustamante, P. *Physical pharmacy*. (4a ed.), Lea e Febiger, 1993.
- Martins, C. R., Lopes, W. A., & de Andrade, J. B. (2013). Organic compounds solubility. *Química Nova*, 36(8).
- Martins, C. R., Silva, L. A., & de Andrade, J. B., *Quim. Nova* 2010, 33, 2283.
- Martins, N. M., Andrich, F., Martins, D. A., & Sakai, O. A. (2000). Determination of β -ecdysone in infusions of different organs of Brazilian ginseng (*Pfaffia glomerata*) by high-performance liquid chromatography. *Revista Mundi Engenharia Tecnologia e Gestão*, 5 (7), 290/01- 290/14.
- Matallo, M. B. et al. (2009). Microwave-assisted solvent extraction and analysis of shikimic acid from plant tissues. *Planta Daninha*, 27, 987-994.

Mattos P.P. & Salis S.M. (2004). Características de *Pfaffiaglomerata*(Sprengel) Pedersen cultivada no Pantanal, sub-região do Paraguai, Corumbá, Mato Grosso do Sul. In: *Simpósio Sobre Recursos Naturais E Sócioeconômicos Do Pantanal*, 4. Anais...Corumbá: SIMPAN. p. 1-7.

McMurry, J. (2011). *Química Orgânica*, (7a ed.), Cengage Learning.

Neves, C. S. et al. (2016). "Brazilian ginseng" (*Pfaffia glomerata*Spreng. Pedersen, Amaranthaceae) methanolic extract: cytogenotoxicity in animal and plant assays. *South African Journal of Botany*, 106, 174-180.

Nogueira, C. D. R. (2007). Estudo da atividade biológica de uma lignanetetraidrofurânica isolada de *Piper solmsianum* C.DC. sobre a mosca varejeira *Chrysomyamegacephala* (Fabricius 1794) (Diptera: Calliphoridae). (Dissertação de mestrado), Instituto Oswaldo Cruz.

Peruzzo, F. M., & Canto, E. L. (2009). *Química na abordagem do cotidiano*. Moderna.

Pontes, E. D. S., et al. (2018). Diferentes métodos de extração de compostos bioativos de vegetais. *International Journal of Nutrology*, 11(S 01), Trab312.

Rattes, S. M. K., & Gosmann, G. (2002). Gênero *Pfaffia*: aspectos químicos, farmacológicos e implicações para o seu emprego terapêutico. *Revista Brasileira de Farmacognosia*, 12(2), 85-93.

Rostagno, M. A., Araújo, J. M. A., & Sandi, D. (2002). Supercritical fluid extraction of isoflavones from soybean flour. *Analytical, Nutritional and Clinical Methods Section*, 78, 111-117.

Sanches, N. R., Galleto, R., Oliveira, C. E. de, Bazotte, R. B., & Cortez, D. A. G. (2008). Avaliação do potencial anti-hiperglicemiante da em *Pfaffiaglomerata* (Spreng.) Pedersen (Amaranthaceae). *Acta Scientiarum. Biological Sciences*, 23, 613-617.

Santos, D., Vardanega, R., & Meireles, M. A. A. (2014). Avaliação do potencial dos resíduos do cultivo de Ginseng Brasileiro como fonte de compostos bioativos In: *Anais do Simpósio Brasileiro de Compostos Bioativos*, 2014.

Souza, M. T., Silva, M. D., & Carvalho, R. (2010). Integrative review: what is it? How to do it? *Einstein.*, 8 (1), 102-106.

Tiwari, P., Kumar, B., Kaur, M., Kaur, G., & Kaur, H. (2011). Phytochemical screening and Extraction: A Review. *International e Pharmaceutica Scientia*, 1 (1), 98-106.

Vardanega, R. (2013). Obtenção de saponinas de raízes de ginseng brasileiro (*Pfaffiaglomerata*) por extração dinâmica a baixa pressão assistida por ultrassom. (Dissertação de mestrado) - Universidade Estadual de Campinas, Faculdade de Engenharia de Alimentos, Campinas, SP.

Vardanega, R., Carvalho, P. I., Santos, D. T., & Meireles, M. A. A. (2017). Obtaining prebiotic carbohydrates and beta-ecdysone from Brazilian ginseng by subcritical water extraction. *Innovative Food Science & Emerging Technologies*, 42, 72-82.

Vardanega, R., Santos, D. T., & Meireles, A. A. (2017). Proposal for fractionating Brazilian ginseng extracts: Process intensification approach. *Journal of Food Engineering*, 196, 73-80.

Vardanega, R. et al. (2016). Techno-economic evaluation of obtaining Brazilian ginseng extracts in potential production scenarios. *Food and Bioprocess Processing*, 101, 45-55.

Vardanega, R. et al.^b (2019). Obtaining functional powder tea from Brazilian ginseng roots: Effects of freeze and spray drying processes on chemical and nutritional quality, morphological and redispersion properties. *Food Research International*, 116, 932-941.

Veggi, P. C. (2006). Obtenção de extratos vegetais por diferentes métodos de extração: estudo experimental e simulação dos processos. (Dissertação de mestrado), Universidade Estadual de Campinas. Campinas, SP.

Vigo, C.L.S., Narita, E., & Marques, L.C. (2003). Validação da metodologia de quantificação espectrofotométrica das saponinas de *Pfaffiaglomerata* (Spreng.) Pedersen - Amaranthaceae. *Revista Brasileira de Farmacognosia*, 13(2), 46-49.

Zimmer, A. R., Bruxel, F., Bassani, V. L., & Gosmann, G. (2006). HPLC method for the determination of ecdysterone in extractive solution from *Pfaffia glomerata*. *Journal of Pharmaceutical and Biomedical Analysis*, 40 (2), 450-453.