

EXTRAÇÃO DE COMPOSTOS FENÓLICOS DA BIOMASSA RESIDUAL DA CASTANHA DO BRASIL (*Bertholletia excelsa*) UTILIZANDO SOLVENTE EUTÉTICO NATURAL PROFUNDO

EXTRACTION OF PHENOLIC COMPOUNDS FROM THE RESIDUAL BIOMASS OF BRAZIL NUT (*Bertholletia excelsa*) USING DEEP EUTECTIC NATURAL SOLVENT

Cecylia Carolina Santos da Silva Souza¹
Brunna Fernanda Zahlouth Ferreira²
Luciana Pereira Damasceno³
Emanuelle da Silva Prudente⁴
Cristian Henrique de Lima Machado⁵
Fagner Sousa de Aguiar⁶

Área Temática III: Engenharia de Alimentos, Tecnologias Agroalimentares e Sistemas Agroindustriais
Modalidade: Artigo Científico

Resumo

A cadeia produtiva da castanha-do-Brasil (*Bertholletia excelsa*) gera resíduos com significativo potencial biotecnológico devido à sua composição rica em lipídios, proteínas, fibras e compostos fenólicos. O objetivo desse trabalho é o aproveitamento dos resíduos para extração fenólica e assim, valorização do subproduto obtido. Além de avaliar a eficiência de Solventes Eutéticos Naturais Profundos (SENP), sendo a base de glicose:glicerol:água, são compostos biodegradáveis e atóxicos, para a extração de compostos fenólicos totais (CFT) e atividade antioxidante (AA) a partir da biomassa residual da castanha-do-Brasil. Para tal, delineamento experimental Box-Behnken foi aplicado para otimização das variáveis independentes temperatura (40,50 e 60 °C), tempo (20, 30 e 40 minutos) e razão solvente-biomassa (1:9, 1:19 e 1:29 m/v). Os extratos foram analisados quanto ao teor de fenólicos totais pelo método de Folin-Ciocalteu, e atividade antioxidante pelos ensaios DPPH e ABTS. A extração com SENP obteve maior rendimento de CFT (até 0,85 g EAG/100g MS) e AA comparado ao solvente convencional. A análise de superfície de resposta indicou influência significativa da razão solvente-biomassa e do tempo, com efeitos quadráticos e interativos relevantes para temperatura e tempo na extração. Temperaturas próximas a 60 °C maximizaram a cinética extrativa sem promover degradação dos compostos fenólicos. Outrossim, os modelos polinomiais ajustados apresentaram coeficientes de determinação elevados (R^2 ajustado > 0,62) e significância estatística ($p < 0,05$), validando a eficiência do processo e gerando dados válidos para replicação dos resultados em campo industrial e laboratorial. Por conseguinte, os resultados confirmam a viabilidade do uso de solventes eutéticos naturais profundos para extração eficiente e sustentável de compostos bioativos em resíduos agroindustriais, potencializando à bioeconomia e sustentabilidade regional.

¹ Bacharel em Ciência e Tecnologia de Alimentos, Universidade Federal Rural da Amazônia: cecyliacarolinassilva@gmail.com

² Discente de Ciência e Tecnologia de Alimentos, Universidade Federal Rural da Amazônia: bz.brunnazahlouth@gmail.com

³ Discente de Ciência e Tecnologia de Alimentos, Universidade Federal Rural da Amazônia: lucianapereira1227@gmail.com

⁴ Discente de Ciência e Tecnologia de Alimentos, Universidade Federal Rural da Amazônia: emanuelleprudente4@gmail.com

⁵ Discente de Ciência e Tecnologia de Alimentos, Universidade Federal Rural da Amazônia: cristianmachado1604@gmail.com

⁶ Docente de Ciência e Tecnologia de Alimentos, Universidade Federal Rural da Amazônia: fagner.aguiar@ufrpa.edu.br

Palavras-Chave: Agroindústria amazônica; Castanha-do-Brasil; Solventes Eutéticos; Compostos fenólicos; Atividade antioxidante.

Abstract

The Brazil nut (*Bertholletia excelsa*) production chain generates residues with significant biotechnological potential due to their rich composition in lipids, proteins, fibers, and phenolic compounds. This study aims to utilize these residues for the extraction of phenolic compounds, thereby adding value to the by-product. Additionally, it evaluates the efficiency of Deep Eutectic Natural Solvents (DENs), composed of glucose:glycerol:water, which are biodegradable and non-toxic, for the extraction of total phenolic compounds (TPC) and antioxidant activity (AA) from Brazil nut biomass residues. A Box-Behnken experimental design was applied to optimize the independent variables: temperature (40, 50, and 60 °C), time (20, 30, and 40 min), and solvent-to-biomass ratio (1:9, 1:19, and 1:29 m/v). The extracts were analyzed for total phenolics using the Folin-Ciocalteu method, and antioxidant activity was assessed via DPPH and ABTS assays. Extraction with DENs yielded higher TPC (up to 0,85g GAE/100g DM) and AA compared to conventional solvents. The response surface analysis indicated a significant influence of solvent-to-biomass ratio and extraction time, with relevant quadratic and interactive effects for temperature and time. Temperatures near 60 °C maximized the extraction kinetics without degrading phenolic compounds. Furthermore, the adjusted polynomial models showed high coefficients of determination (adjusted $R^2 > 0.62$) and statistical significance ($p < 0.05$), validating the process efficiency and generating reproducible data for industrial and laboratory applications. Therefore, the findings confirm the feasibility of using deep eutectic natural solvents for the efficient and sustainable extraction of bioactive compounds from agro-industrial residues, enhancing bioeconomy and regional sustainability.

Key words: Agroindustry; Brazil nut; Eutectic solvents; Phenolic compounds; Antioxidant activity.

1. Introdução

A agroindústria amazônica gera diversos resíduos no decorrer da cadeia produtiva gerando produtos e subprodutos, conforme Barbosa (2021) a biodiversidade da Amazônia gera inúmeras biomassas com grande interesse global por sua potencialidade na pesquisa e aplicações tecnológicas. Dentre as biomassas geradas, a castanha-do-Brasil (*Bertholletia excelsa*), também conhecida como castanha-do-pará, apresenta destaque pelo potencial do resíduo. Sendo uma das sementes oleaginosas mais importantes da Amazônia, obtém reconhecimento por seu elevado valor nutricional, ecológico e socioeconômico (Embrapa, 2020). A castanheira é oriunda das florestas de terra firme, a espécie ocorre em cerca de 32 % da área da Amazônia Legal, especialmente nos estados do Acre, Amazonas, Pará, Rondônia e Amapá, além de regiões de Bolívia, Peru, Colômbia e Venezuela (Melo Filho *et al.*, 2020; Embrapa, 2020), sendo a cadeia produtiva da castanha responsável pelas atividades extrativistas

dessas regiões, promovendo geração de renda e ocupação para milhares de famílias ribeirinhas e povos tradicionais.

A partir do beneficiamento e extração do óleo, estima-se que sejam geradas mais de 60 mil toneladas anuais de resíduos sólidos da castanha-do-Brasil, principalmente na forma de torta (biomassa) e cascas (Lima *et al.*, 2020; Almeida *et al.*, 2022). Os resíduos da casca, apesar de subutilizados, apresentam composição centesimal interessante para aplicações em rotas biotecnológicas como forma de reaproveitamento por apresentarem teores de lipídios variando entre 63,5 % e 66,2 %, proteínas entre 14,5 % e 18,5 %, e fibras alimentares em torno de 7,9 % (Embrapa, 2020; Santos *et al.*, 2011; Souza *et al.*, 2016) e a biomassa, parcialmente desengordurada, mantém elevada concentração de proteínas (37,5 %) e fibras (9,6 %), evidenciando seu potencial como ingredientes funcionais (Dias *et al.*, 2020; Santos, 2021). Ademais, ainda há o uso para extração de compostos fenólicos, promovendo a valorização do resíduo.

Segundo Sartori (2020) a oleaginosa in natura apresenta vasta presença de ácidos fenólicos, como o elágico, vanílico, protocatecuico, p-cumárico, gálico e o flavonoide catequina, ainda, de acordo com Torres (2015), valores como 168 mg/kg⁻¹ para ácido elágico; 70 mg/kg⁻¹ para ácido gálico; 207 mg/kg⁻¹ para ácido protocatecuico; 136 mg/kg⁻¹ para p-cumárico e 407 mg/kg⁻¹ para catequinas foram identificados por método CLAE na torta residual. O ácido gálico representa maior atividade antioxidante, pois, captura e neutraliza radicais livres com maior facilidade por conter três hidroxilas (-OH) ligadas ao anel benzênico (Soares, 2002). Por conseguinte, a presença de hidroxilas na cadeia confere proteção ao processo oxidativo em células além de desempenhar ação antimicrobiana e estabilidade lipídica (Soares, 2007; Lima *et al.*, 2021). Outrossim o ácido vanílico representa grande interesse para indústria alimentícia e cosmética, por ser utilizado como flavorizante importante no processo da produção de vanilina (Silva *et al.*, 2023).

No entanto, o aproveitamento desses compostos ainda é limitado por extração com solventes convencionais orgânicos como metanol, etanol e a acetona, os quais apresentam sérios entraves ambientais, esses solventes são inflamáveis, tóxicos e frequentemente necessitam de etapas adicionais, como a purificação e/ou recuperação, elevando o custo e o impacto ambiental dos processos industriais (Farrán *et al.*, 2023; Ciampi *et al.*, 2024). Além disso, seu uso

contraria os compromissos firmados pelo Brasil nos Objetivos de Desenvolvimento Sustentável, especialmente os ODS 12 (Consumo e Produção Sustentáveis), ODS 13 (Ação contra a Mudança Global do Clima).

Neste viés, os solventes eutéticos naturais profundos SENPs surgem como tecnologias emergentes promissoras para a extração de compostos fenólicos e antioxidantes, podendo ser utilizado em resíduos agroindustriais. Esses solventes são compostos por substâncias naturais, como açúcares, álcoois, ácidos orgânicos e sais (Choi *et al.*, 2011.; Dai *et al.*, 2013), além de apresentarem vantagens como atoxicidade, alta biodegradabilidade, estabilidade térmica, além de seletividade ajustável conforme a matriz-alvo (Ali redha *et al.*, 2024; Bezerra; Koblitz, 2025). Os SENPs são formados por um composto receptor de ligação de hidrogênio, com um composto doador de ligação de hidrogênio, dando origem a uma mistura que forma um sistema eutético, com ponto de fusão abaixo do apresentado por cada precursor individualmente (Abbot, 2003). Ainda, sua aplicação corrobora com os preceitos da bioeconomia amazônica e com o fortalecimento de cadeias produtivas mais limpas e eficientes (Ferreira *et al.*, 2020).

Dessa forma, investigar a extração de compostos fenólicos a partir dos resíduos da cadeia produtiva da Castanha-do-Brasil utilizando SENPs representa inovação ambientalmente responsável, contribuindo para a redução de impactos ecológicos, a valorização de subprodutos regionais e o desenvolvimento de tecnologias alinhadas às demandas globais por sustentabilidade. Logo, o estudo tem por objetivo investigar a eficiência dos SENPs para a extração de compostos fenólicos da torta da Castanha-do-Brasil, aplicando delineamento experimental Box-Behnken para otimizar as variáveis do processo e avaliar a atividade antioxidante dos extratos obtidos. Este enfoque potencializa o desenvolvimento de produtos com valor agregado para as indústrias farmacêutica, cosmética e alimentícia, alinhando-se com os princípios da economia circular e da sustentabilidade regional (Oliveira *et al.*, 2021; Vieira *et al.*, 2023).

2. Metodologia

2.1. Obtenção e preparo das amostras

A biomassa residual da castanha-do-Brasil foi adquirida das empresas Amazon Oil (Ananindeua PA) e Para Oil (Acará-PA), recebidas e armazenadas a -20°C no Centro de

Valorização de Compostos Bioativos da Amazônia (CVACBA), localizado no Parque de Ciência e Tecnologia do Guamá. Posteriormente, as amostras in natura das duas empresas foram misturadas, na proporção 1:1 (m:m) e peneiradas para obter homogeneidade nas amostras em peneira Endecotts de 16mesh (1mm de espessura da malha). Ainda, para expressar os resultados de compostos fenólicos e atividade antioxidante da extração em matéria seca (MS), a determinação de umidade foi realizada conforme a metodologia AOAC (2023), por gravimetria a 105°C.

2.2. Solução solvente convencional

Para obter comparação entre método convencional de extração e extração com solvente eutético, foram preparadas duas soluções. A solução extratora convencional foi composta de água destilada, acetona P.A. e ácido acético P.A., nas proporções de 29,5%, 70% e 0,5% (v/v) (NSOR-ATINDANA, 2012), respectivamente, e foi extraída sob a temperatura de 40°C; por 40 minutos; na razão 1:19 (m/v).

2.3. Solução Solvente Eutético Natural Profundo (SENP)

Para extração com solvente eutético, adotou-se a metodologia de Martins *et al* (2023), onde o SENP foi realizado na razão molar de 1:2:4 (v:v) com glicose anidra P.A. (êxodo científica), glicerol P.A. (Nox, Lab soluções) e água destilada. Esta mistura foi preparada a 80°C sob agitação constante a 1.500 rpm, até completa solubilização dos reagentes, com pH básico para extração em 8.21. Em seguida, passou por filtração em papel Whatmann nº 20 e foi armazenado em garrafa de vidro esterilizada, em local arejado, à temperatura ambiente.

O planejamento experimental Box Behnken Design foi utilizado em três níveis, para três fatores estudados, gerando 15 corridas randomizadas. Três replicatas no ponto central foram definidas pelo design (Tabela 1).

Tabela 1. Desenho fatorial Box-Behnken que será utilizado em Shaker Incubadora.

Execução padrão	3 fatores Box-Behnken design, 1 bloco, 15 execuções		
	Temp.(°C)	Tempo (min)	Razão (m/v)

2	1 (60)	-1 (20)	0 (1:19)
6	1 (60)	0 (30)	-1 (1:9)
14	0 (50)	0 (30)	0 (1:19)
8	1 (60)	0 (30)	1 (1:29)
3	-1 (40)	1 (40)	0 (1:19)
13	0 (50)	0 (30)	0 (1:19)
1	-1 (40)	-1 (20)	0 (1:19)
5	-1 (40)	0 (30)	-1 (1:9)
11	0 (50)	-1 (20)	1 (1:29)
7	-1 (40)	0 (30)	1 (1:29)
12	0 (50)	1 (40)	1 (1:29)
10	0 (50)	1 (40)	-1 (1:9)
15	0 (50)	0 (30)	0 (1:19)
4	1 (60)	1 (40)	0 (1:19)
9	0 (50)	-1 (20)	-1 (1:9)

Após a extração, adicionou-se 1,8ml de cada extrato em tubos de polipropileno de 2ml e centrifugadas a 12.000 rpm por 20 minutos (Modelo Allegra X-15R, Beckman Coulter, CA) sob 20°C para completa solubilização do extrato e evitar precipitação que pode ocorrer em baixas temperaturas (Damodaran, 1996).

2.5. Determinação de Compostos Fenólicos Totais (CFT)

As determinações analíticas para determinar eficiência do solvente foram o teor de fenólicos totais, realizado pelo método colorimétrico utilizando o reagente Folin-Ciocalteu (Singleton; rossi, 1965). As medidas foram realizadas em triplicata e as concentrações em função da curva de calibração construída com ácido gálico padrão comercial. Os resultados foram expressos em grama de Equivalente de Ácido Gálico (EAG)/100g de Matéria Seca (MS).

2.6. Determinação da atividade antioxidante

A atividade antioxidante foi determinada por dois métodos, pelo ABTS, onde é realizada frente ao radical livre ABTS•+ (ácido 2,2'-azino-bis(3-etilbenzotiazolina-6-sulfônico)) e avaliada de acordo com a metodologia proposta por Rufino *et al.* (2007) e pelo método de captura do radical livre DPPH (2,2-difenil-1-picrilhidrazil) por espectrofotometria a 515 nm (Brand-Williams; Cuvelier; Berset, 1995). Os resultados foram expressos em μmol de Equivalente Trolox (ET)/100g MS.

2.7. Tratamento estatístico.

O tratamento estatístico aplicado para expressar os resultados obtidos do delineamento foram pelo software Statistica versão 7.0, sob plataforma Windows 11®, com aplicação da Metodologia de Superfície de Resposta (MSR). Para tal, a Anova (Análise de variância), Gráfico de Pareto, Gráficos de Superfície (para visualizar os fatores significativos isolados e em interação) e desejabilidade global (para boa reprodutibilidade dos dados obtidos) foram aplicados para estudo dos dados obtidos (Montgomery, 1999).

3. Resultados/Discussões

O presente estudo aplicou MSR com BBD para analisar os efeitos dos parâmetros de tempo, temperatura e razão (m/v) no rendimento total da extração de Compostos Fenólicos Totais e Atividade Antioxidante (pelos métodos DPPH e ABTS) através da utilização do SENP a base de glicose, glicerol e água. Ainda, para fins comparativos, empregou-se extração com solvente convencional (40°C, há 40 minutos, na razão biomassa-solvente 1:19) obtendo resultados estabelecidos na Tabela 2. Conforme Gomes & Torres (2015) a extração com o solvente convencional (etanol:água) obteve resultados entre 0,07 a 0,41 gEAG/100gMS para torta da castanha do Brasil, expressando resultado similar ao obtido no estudo (0,31gEAG/100gMS), entretanto, obteve resultados para AA em método DPPH 1,52µmol ET/g sendo distante de 544,8µmol ET/100gMS.

Tabela 2. Valores obtidos por extração convencional (acetona 70% acidificada).

Biomassa Residual	PT*	DPPH**	ABTS**	% Umidade
Castanha do Brasil	0,31±0,003	544,8±4,295	3790,67±1,087	92,87±0,09

*Resultados expressos em gEAG/100gMS

**Resultados expressos em µmol ET/ 100gMS

Apesar do baixo teor de polifenóis totais observado na extração (0,31 g/100gMS), a ampla disponibilidade como resíduo agroindustrial e o potencial de recuperação seletiva de compostos fenólicos bioativos através de solventes eutéticos, incentivou o estudo para posterior extração com aplicação do delineamento experimental. Ainda, estudos anteriores identificaram compostos como ácido vanílico e ácido protocatecuico na matriz, onde possuem potencial de extração em pH básico (Santos et al., 2023), e apontam que subprodutos com baixos teores podem ser valorizados por técnicas sustentáveis de extração (Ferreira et al., 2021). Além disso,

conforme Pinheiro & Lima (2020) a valorização da torta contribui com a economia circular e com alternativas de renda para a agricultura familiar.

Tabela 3. Resultados obtidos pelo planejamento experimental otimizado para CFT, AA com resposta em radical DPPH e radical ABTS.

Corrida	T (°C)	t (min)	Razão S/L	CFT (g EAG/100gMS)	DPPH (μmol ET/100gMS)	ABTS (μmol ET/100gMS)
1	-1 (40)	-1 (20)	0 (1:19)	0,61	409,36	4450,81
2	1 (60)	-1 (20)	0 (1:19)	0,85	286,79	4250,47
3	-1 (40)	1 (40)	0 (1:19)	0,71	4319,17	2531,63
4	1 (60)	1 (40)	0 (1:19)	0,73	38,13	4732,47
5	-1 (40)	0 (30)	-1 (1:9)	0,67	3645,40	2901,46
6	1 (60)	0 (30)	-1 (1:9)	0,72	73,56	5218,51
7	-1 (40)	0 (30)	1 (1:29)	0,66	814,76	2032,07
8	1 (60)	0 (30)	1 (1:29)	0,76	326,46	2522,60
9	0 (50)	-1 (20)	-1 (1:9)	0,66	100,10	5335,83
10	0 (50)	1 (40)	-1 (1:9)	0,21	111,74	2736,29
11	0 (50)	-1 (20)	1 (1:29)	0,58	588,72	2742,27
12	0 (50)	1 (40)	1 (1:29)	0,57	271,91	2619,97
13	0 (50)	0 (30)	0 (1:19)	0,7	111,44	3307,91
14	0 (50)	0 (30)	0 (1:19)	0,72	344,35	4198,40
15	0 (50)	0 (30)	0 (1:19)	0,71	218,38	4336,49

De acordo com os resultados experimentais (Tabela 3) o rendimento total de CFT variou entre 0,21g EAG/100gMS a 0,85g EAG/100gMS, onde o experimento 10 (50°C, 40 min, razão (b/s) 1:9) forneceu o menor rendimento de CFT e o experimento 2 (60°C, 20 min, razão (b/s) 1:19) proporcionou o maior rendimento obtido no experimento, essa corrida pode ainda, ser o ponto de comparação entre os tipos de extratos trabalhados, uma vez que, são os mesmos parâmetros empregados na extração com solvente convencional (0,31 g EAG/100gMS). Embora, comumente, as soluções extratoras acidificadas tenham destaque, a classe de compostos fenólicos presentes na matriz, podem contribuir para melhor extração no solvente eutético levemente básico, pela presença do glicerol.

Conforme Zhang (2020) a alcalinidade pode gerar desprotonação ($-OH \rightarrow -O^-$), aumentando a solubilidade dos compostos fenólicos, além disso, a presença de macromoléculas

proteicas cria camadas amorfas (desprotonação) e em pH alcalino pode ocorrer a desnaturação parcial, resultando na formação de agregados insolúveis, enquanto que em pH ácido, ocorre precipitação de proteínas estruturais e globulares, como as albuminas presentes na castanha (Ferreira *et al.*, 2021) e dessa forma dificultam a extração.

Por conseguinte, a extração da corrida 4 (60°C, 40 minutos, razão (b/s) 1:19) resultou na menor atividade antioxidante por método DPPH (38,13 µmol ET/100gMS) e para ABTS, a corrida 7 (40°C, 30 min, razão (b/s) 1:29) com resultado 2032,07 µmol ET/100gMS, no entanto, a corrida 7 apresentou alto teor fenólico, a condição inversamente proporcional pode ser explicada por condições externas durante a extração. A experimento 3 (40°C, 40 minutos, razão (b/s) 1:19) apresentou melhor resultado para AA em DPPH (4319,17 µmol ET/100gMS) sendo diretamente proporcional ao melhor resultado obtido em CFT, no entanto, para ABTS, o melhor rendimento ocorreu na corrida 9 (50°C, 20 min, razão (b/s) 1:9) obtidos 5335,83 µmol ET/100gMS. Contudo, embora a resposta ABTS tenha apresentado valor distante ao obtido por DPPH, o fato da matriz apresentar maior quantidade de ácidos fenólicos, onde são mais hidrofílicos, logo, expressados em maior quantidade no método ABTS.

Dados os resultados, a análise de regressão múltipla dos dados resultou em nas seguintes equações polinomiais de segunda ordem para duas respostas conforme ilustrado nas Equações (1) e (2). Para resposta ABTS, apenas houve significância no intercepto dos a partir do delineamento aplicado.

$$Y (CFT) = 0,644 + 0,062R^2 + 0,110TR \quad (1)$$

$$Y (DPPH) = 915,51 - 1072,28T - 506,56T^2 + 584,76t + 375,56R - 1039,62Tt - 495,79T^2t + 770,89TR + 403,32T^2R. \quad (2)$$

De modo geral, os coeficientes com sinal positivo na equação implicam que a variável pode aumentar a resposta e o sinal negativo sugere a possibilidade da variável reduzir a resposta observada, quando comparada a resposta predita. Além do mais, a condição do sinal quanto ao intercepto pode indicar as relações entre as variáveis independentes e as de resposta. Logo,

torna-se evidente em ambas as equações, o efeito positivo da razão (biomassa/solvente) nos rendimentos obtidos, assim como, a relação linear de combinação dos fatores razão-temperatura (para CFT) e, combinação linear e quadrática positiva para os mesmos fatores na resposta do método DPPH. Outrossim, a temperatura apresentou tendência a diminuir o rendimento após atingir os valores obtidos na equação, como também, combinado ao tempo apresenta o mesmo caráter negativo. Em contra partida, o tempo linear isolado apresentou efeito positivo na extração.

Tabela 4. Coeficientes de regressão do modelo das variáveis respostas para CFT, DPPH e ABTS.

Variáveis	Respostas		
	CFT	DPPH	ABTS
Intercepto	0,6442 ^A	915,51 ^A	3506,198 ^B
T	0,0513 ^{NS}	-1057,97 ^A	601,010 ^{NS}
T ²	-0,0473 ^{NS}	-506,56 ^B	36,546 ^{NS}
t	-0,0600 ^{NS}	419,50 ^B	-519,878 ^{NS}
t ²	0,0515 ^{NS}	-33,09 ^{NS}	-58,419 ^{NS}
R	0,0388 ^{NS}	-241,12 ^B	-784,398 ^{NS}
R ²	0,0627 ^C	-8,94 ^{NS}	352,924 ^{NS}
Tt	-0,0550 ^{NS}	-1039,62 ^A	600,295 ^{NS}
TR	0,0125 ^{NS}	770,89 ^B	-456,630 ^{NS}
tR	0,1100 ^C	-82,11 ^{NS}	619,310 ^{NS}
R ²	0,8710	0,8665	0,9401
R ² ajustado	0,6388	0,6262	0,8323
F	19,8900	6,8130	4,9224
Falta de Ajuste	0,1839 ^{NS}	0,066 ^{NS}	0,7673 ^{NS}

Significância estatística para: ^A p < 0,001; ^B p < 0,01; ^C p < 0,05; ^{NS} Não significativo.

A Tabela 4 mostra a significância de cada variável para os modelos polinomiais obtidos, adequando-os aos valores de significância de tukey. Os modelos matemáticos foram montados com base nos melhores resultados obtidos do R² e R² ajustado, tal qual, equivalência a menor falta de ajuste.

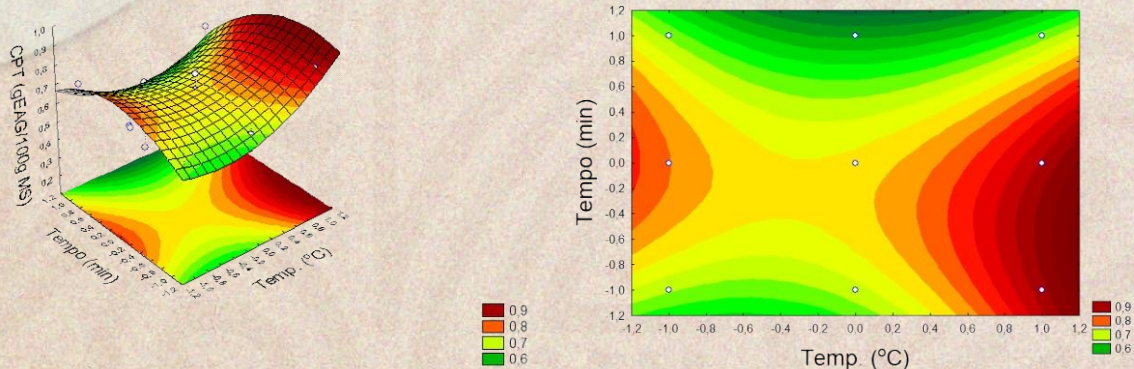
Assim, pode-se concluir que a interação entre tempo e a razão para CFT (tR) foi significativa, assim como, temperatura/tempo e temperatura/razão (Tt e TR) foram significativas para resposta DPPH. A razão quadrática teve interferência positiva na resposta de CFT e quase todas as variáveis isoladamente apresentaram significância na extração para DPPH. Para resposta ABTS, fica claro, que as variáveis não expressam diferença significativa a ponto de expressar

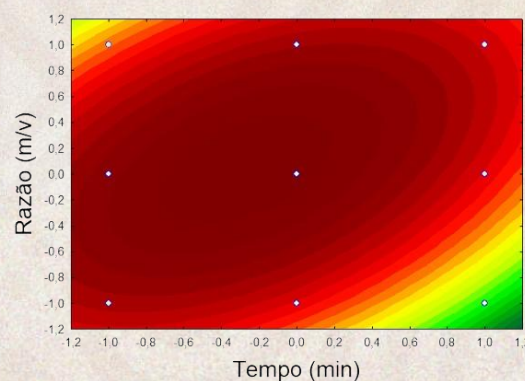
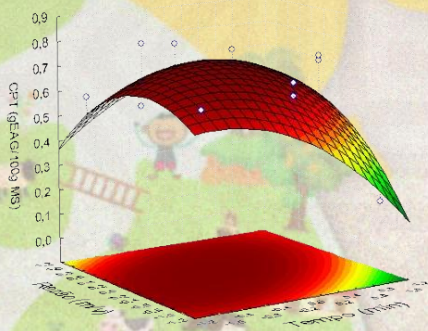
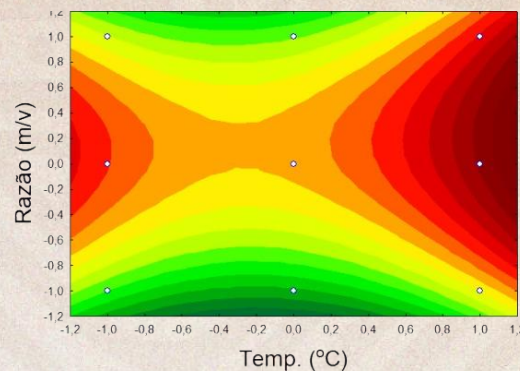
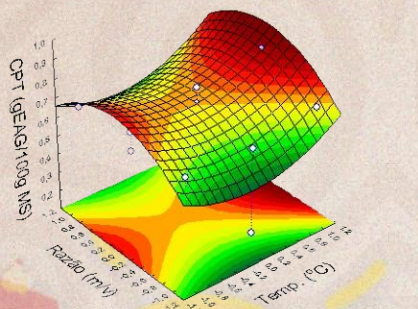
quais maiores pontos na extração, estatisticamente, evidenciando que o ajuste adequado do modelo (0,94) e sem a necessidade de ajuste do modelo linear ao quadrático. O R^2 demonstrou bom ajuste do delineamento, validando o modelo para explicar os fenômenos ocorridos. Por fim, a análise estatística dos modelos ajustados revelou significância, com destaque para os valores obtidos a partir dos graus de liberdade ajustados ao F tabelado, estabelecido em aproximadamente 4,10 ao nível de 5%, onde o F calculado superou substancialmente o F tabelado para os modelos de CFT, DPPH e ABTS, 387%, 59% e 20%, respectivamente. Portanto, esses dados confirmam que os modelos são estatisticamente significativos ao nível de 5%, sendo que o modelo de CFT apresentou alta significância ($p < 0,001$), o de DPPH foi significativo ao nível de 1% ($p < 0,01$), e o de ABTS ao nível de 5% ($p < 0,05$).

3.1 Análise da superfície de resposta do conteúdo fenólico total (CFT)

Na figura 3, observa-se uma clara indicação do aumento do TPC com o aumento do tempo de extração e da relação solvente-biomassa. Conforme Dardavila (2023) para que o solvente eutético promova a difusão dos compostos fenólicos presentes na torta da castanha-do-Brasil, é necessário condições favoráveis para transferência de massa entre a matriz vegetal e o solvente. Neste viés, Martins (2023) apresentou comportamentos semelhantes quanto ao estudo empregado com solvente eutético em relação à extração de CFT, onde à elevação da razão solvente-biomassa e o aumento do tempo de extração são fatores que podem potencializar a recuperação de compostos fenólicos.

Figura 1. Superfície de resposta e contorno para resposta CFT em função das variáveis, temperatura (°C); tempo (min); razão S/L (g/mL).





Conforme Dardavila (2023) para que o solvente eutético promova a difusão dos compostos fenólicos presentes na torta da castanha-do-Brasil, é necessário condições favoráveis para transferência de massa entre a matriz vegetal e o solvente. Neste viés, Martins (2023) apresentou comportamentos semelhantes quanto ao estudo empregado com solvente eutético em relação à extração de CFT, onde à elevação da razão solvente-biomassa e o aumento do tempo de extração são fatores que podem potencializar a recuperação de compostos fenólicos. Como observado nas superfícies de resposta (Figura 3), o teor de fenólicos totais apresenta tendência de crescimento em condições de tempo mais elevado (40 minutos) quando combinados a razões (solvente-biomassa) intermediárias a altas (1:19 a 1:29). Esse comportamento indica que após o tempo mínimo para difusão entre a matriz e o solvente, a manutenção da extração por período prolongado favorece a liberação dos compostos da matriz sólida para o solvente. Entretanto, a partir do aumento da temperatura em relação ao tempo abaixo do tempo máximo (40 minutos) houve a maximização fenólica, evidenciando como as interações entre os fatores devem ser avaliados minuciosamente.

No entanto, essa relação não é linear para todos os parâmetros, sendo a temperatura fator determinante. Fica evidente que a extração é favorecida em torno de 60 °C, com destaque para o aumento expressivo do teor fenólico nessa faixa em comparação a 40 °C e 50 °C. Essa temperatura pode representar o ponto ótimo em que ocorre uma intensificação da cinética extrativa, sem degradação significativa dos compostos fenólicos. Temperaturas abaixo de 50 °C parecem limitar o processo de extração, possivelmente devido à menor fluidez do solvente e menor energia de ativação para a quebra das ligações. Por outro lado, para uma razão solvente-biomassa fixa, o aumento do tempo extrativo promove um crescimento gradual do teor de fenólicos. Portanto, observa-se que a otimização da extração de fenólicos a partir da torta de castanha-do-pará com solventes eutéticos naturais profundos depende fortemente da sinergia entre temperatura e tempo. Mais especificamente, a temperatura de 60 °C, associada a 40 minutos de extração e razão biomassa/solvente de até 1:19, parece constituir a condição ideal para maximizar o rendimento fenólico dos extratos obtidos.

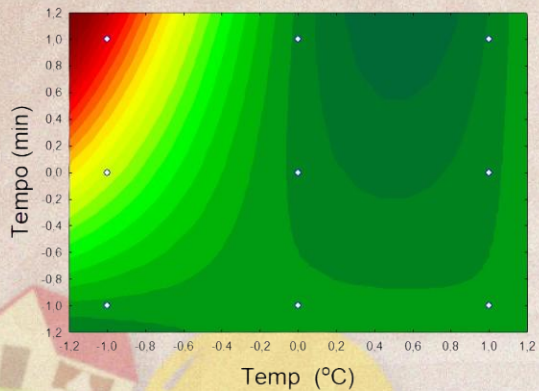
3.2. Análise da superfície de resposta da atividade antioxidante

A Figura 4 ilustra a superfície de resposta e os gráficos de contorno obtidos por MSR para os métodos DPPH (Figuras 4a, 4c e 4e) e ABTS (Figuras 4b, 4d e 4f). Em ambos os métodos, observa-se tendência de aumento da atividade antioxidante conforme aumento da razão solvente-biomassa. Este comportamento é consistente ao descrito por Xu *et al.* (2023), ao demonstrarem que maiores proporções de solvente favorecem a difusão e solubilização de compostos fenólicos em SENP, resultando em maior rendimento antioxidante. Em estudo semelhante, Esquer (2024) também relataram aumento significativo da atividade antioxidante e do conteúdo de fenólicos totais (TPC) com o aumento da razão solvente-biomassa na extração cascas de noz pecã em solventes eutéticos.

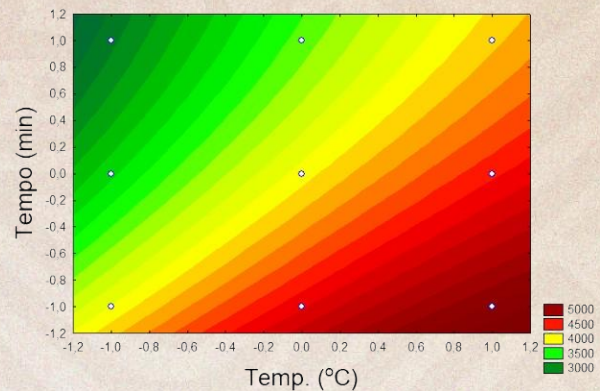
Figura 4. Superfície de resposta e contorno para resposta de Atividade Antioxidante (DPPH: Fig4a, Fig4c, Fig4e); ABTS: Fig4b, Fig4d, Fig4f) em função das variáveis, temperatura (°C); tempo (min); razão S/L (g/mL).

a)

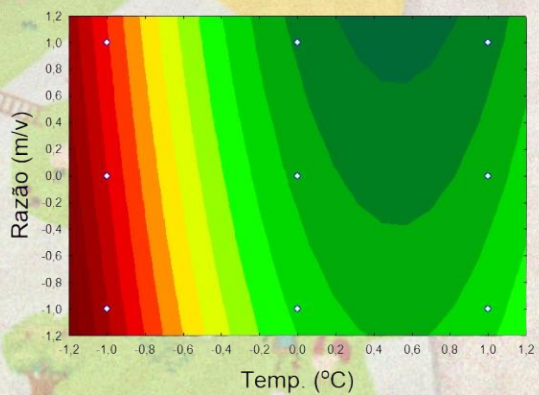
b)



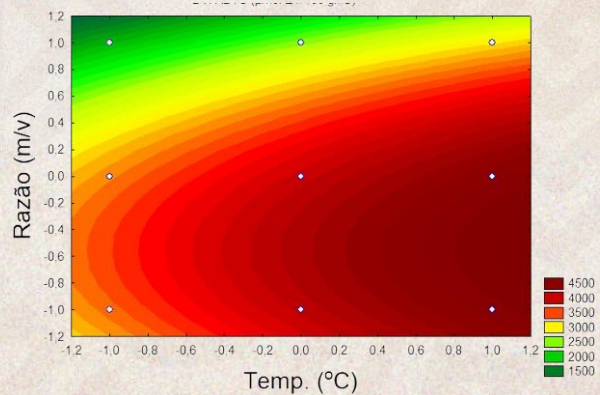
c)



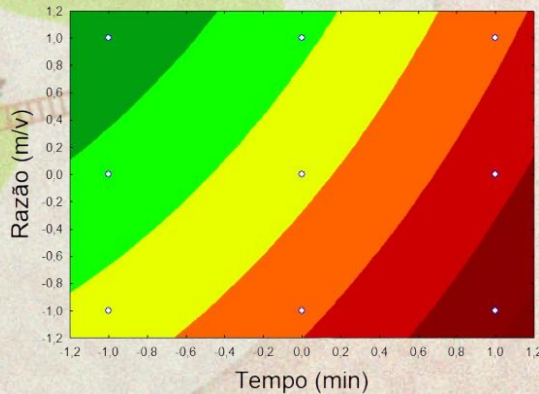
d)



e)



f)



Além disso, observa-se que o aumento da temperatura de extração até 60 °C favoreceu a atividade antioxidante, especialmente no método ABTS (Figura 4b), o que pode ser atribuído à maior solubilidade dos compostos bioativos a temperaturas elevadas, conforme descrito por Pisoschi & Pop (2015), que destacam a temperatura como fator crítico na extração de antioxidantes por promover a ruptura de ligações intermoleculares. De maneira semelhante, Albuquerque *et al.* (2022) demonstraram que temperaturas mais altas aumentam a extração de

antioxidantes em cascas vegetais, com reflexo direto nos valores de DPPH e ABTS. Em relação ao tempo de extração, as Figuras 4e e 4f mostram que tempos mais longos (até 40 minutos) tendem a favorecer o aumento da atividade antioxidante, especialmente no método ABTS.

Outrossim, segundo Miraliakbari e Shahidi (2008), embora os mecanismos de ação da captura de radicais sejam diferentes, por DPPH basear-se principalmente na transferência de elétrons e ABTS envolvendo tanto transferência de elétrons quanto transferência de hidrogênio, ambos tendem a apresentar respostas paralelas na presença de antioxidantes fenólicos, o que se confirma na similaridade dos padrões observados nas superfícies de resposta deste estudo.

Por fim, os valores obtidos entre preditos e observados, e seus resíduos gerados, mais uma vez evidenciam a influência do F tabelado e F calculado do tratamento estatístico aplicado ao estudo, demonstrando que a precisão de resultados obtido para CFT por obter resíduo < que 0.

Tabela 5. Condições otimizadas das extrações com valores preditos, observados e os resíduos.

Variável de resposta	Valor predito	Valor Observado	Resíduo
CFT (gEAG/100gMS)	0,8362	0,85±0,153	0,01375
DPPH (µmol ET/100gMS)	2740,829	4319,17±2,927	1578,34
ABTS (µmol ET/100gMS)	4662,865	5335,830±1,853	672,965

4. Considerações Finais ou Conclusão

A utilização de solventes eutéticos naturais profundos demonstrou eficácia na extração de compostos fenólicos e antioxidantes da biomassa residual da castanha-do-Brasil. A otimização das condições de extração revelou que parâmetros como temperatura, tempo e razão solvente-biomassa são determinantes para maximizar o rendimento e a atividade biológica dos extratos. Além do mais, substituir solventes orgânicos convencionais por SENPs, reduz-se significativamente o impacto ambiental dos processos extrativos, proporcionando a utilização completa cadeia produtiva, ao utilizar os resíduos, bem como, o alinhamento aos Objetivos de

Desenvolvimento Sustentável. Ademais, o reaproveitamento dos resíduos contribui para o fortalecimento da bioeconomia regional, gerando oportunidades socioeconômicas e ampliando o valor agregado de subprodutos amazônicos. Por fim, o presente estudo oferece bases sólidas para a implementação industrial de tecnologias verdes que impulsionam a sustentabilidade e inovação no setor agroindustrial amazônico.

5. Agradecimentos

À equipe do CVACBA (Centro de Valorização de Compostos Bioativos da Amazônia – PCT Guamá) e a UFRA (Universidade Federal Rural da Amazônia) pelo apoio prestado em laboratórios do campus.

6. Referências Bibliográficas

ALBUQUERQUE, J. S.; SANTOS, A. M.; PEREIRA, R. C. Efeito da temperatura na extração de antioxidantes em cascas vegetais: análise por DPPH e ABTS. **Revista Brasileira de Engenharia Química**, v. 18, n. 1, p. 125-136, 2022.

ALMEIDA, A. C.; SILVA, R. M.; PEREIRA, L. F. Caracterização dos resíduos sólidos da castanha-do-brasil e potencialidades para aplicação industrial. **Revista de Ciências Ambientais**, v. 12, n. 3, p. 215-224, 2022.

AOAC. **Official Methods of analysis of AOAC International**. 18 ed. Washington: 2023.

BARBOSA, F. A. Biodiversidade amazônica: potencialidades para pesquisa e desenvolvimento tecnológico. **Boletim da Biodiversidade Amazônica**, v. 7, n. 1, p. 15-27, 2021.

BEZERRA, L. S.; KOBLITZ, M. G. Solventes eutéticos naturais profundos: avanços e aplicações na extração de compostos fenólicos. **Química Nova**, v. 48, n. 2, p. 123-136, 2025.

CHOI, Y. H.; VAN SPRONSEN, J.; WANG, X.; JANSEN, J. A.; VAN DER KOOIJ, J.; VAN HAESDONCK, C. Natural deep eutectic solvents: new potential media for green technology. **Analytica Chimica Acta**, v. 661, n. 1, p. 1-15, 2010.

CIAMPI, M.; SILVA, T. R.; OLIVEIRA, P. R. Desafios ambientais na extração de compostos bioativos com solventes orgânicos convencionais. **Revista Brasileira de Engenharia Ambiental**, v. 15, n. 1, p. 58-70, 2024.

DAI, Y.; VAN SPRONSEN, J.; CHOI, Y. H.; VERPOORTE, R.; WANG, M. Natural deep eutectic solvents as new potential media for green technology. **Analytica Chimica Acta**, v. 766, p. 61-68, 2013.

DARDAVILA, A. R. Otimização da extração de compostos fenólicos da torta da castanha-do-brasil utilizando solventes eutéticos naturais profundos. Dissertação (Mestrado em Ciência de Alimentos) – Universidade Federal do Pará, Belém, 2023.

DIAS, R. B.; SOUSA, J. A.; MENDES, R. S. Análise centesimal e funcionalidade da biomassa residual da castanha-do-Brasil. **Revista Amazônica de Ciências Alimentares**, v. 4, n. 1, p. 45-53, 2020.

EMBRAPA – Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária. Castanha-do-Brasil: produção sustentável e potencialidades econômicas. Belém: Embrapa Amazônia Oriental, 2020. 48 p.

ESQUER, F. S.; SILVA, M. P.; GONÇALVES, L. A. Extração de compostos bioativos de cascas de noz pecã utilizando solventes eutéticos naturais: rendimento e atividade antioxidante. **Revista de Química Aplicada**, v. 16, n. 2, p. 150-162, 2024.

FERREIRA, A. R.; COSTA, E. C.; OLIVEIRA, L. A.; NASCIMENTO, V. E.; LIMA, S. K. Extração de fenólicos com NADES a partir de farelo de arroz: uma abordagem sustentável. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, v. 41, p. e2020091, 2021.

FERREIRA, S. A.; COSTA, M. R.; SOUZA, V. R. Aplicação de solventes eutéticos naturais na extração de compostos bioativos da biodiversidade amazônica. **Revista de Engenharia Química da Amazônia**, v. 12, n. 2, p. 89-98, 2020.

FERREIRA, S. A.; OLIVEIRA, R. T.; SOUZA, V. R. Efeito do pH na extração de proteínas e compostos fenólicos da castanha-do-brasil. **Revista Brasileira de Ciências da Alimentação**, v. 12, n. 3, p. 210-220, 2021.

LIMA, F. P.; ALMEIDA, G. R.; SANTOS, M. L. Avaliação dos resíduos da castanha-do-brasil para uso biotecnológico. **Revista de Ciências Agrárias do Norte**, v. 10, n. 1, p. 105-114, 2020.

LIMA, F. P.; SANTOS, M. L.; PEREIRA, L. Efeito do ácido gálico na estabilidade lipídica e atividade antimicrobiana em sistemas modelo. **Revista Brasileira de Química Aplicada**, v. 15, n. 3, p. 202-210, 2021.

MARTINS, L. C. Estudo do efeito das variáveis de extração na recuperação de compostos fenólicos totais por solventes eutéticos naturais. **Revista Brasileira de Engenharia de Alimentos**, v. 28, n. 3, p. 350-361, 2023.

MELO FILHO, R. N.; LIMA, J. C.; SOUZA, E. L. Distribuição geográfica da castanheira (*Bertholletia excelsa*) na Amazônia Legal. **Boletim de Geografia da Amazônia**, v. 5, n. 2, p. 30-42, 2020.

MIRALIAKBARI, H.; SHAHIDI, F. Antioxidant activity of minor components of tree nut oils. **Food Chemistry**, v. 111, n. 2, p. 421-427, 2008.

OLIVEIRA, R. T.; SANTOS, C. F.; SOUZA, M. J. Desenvolvimento sustentável na cadeia produtiva da castanha-do-brasil: avanços e perspectivas. **Revista de Desenvolvimento Sustentável**, v. 7, n. 1, p. 70-83, 2021.

PINHEIRO, M. A. A.; LIMA, R. M. B. Potencial socioeconômico da cadeia da castanha-do-Brasil na Amazônia. Belém: **Embrapa Amazônia Oriental**, 2020. (Documentos, n. 456).

PISOSCHI, A. M.; POP, A. Evaluation of the antioxidant activity of medicinal plant extracts by chemical and biochemical methods. **Molecules**, v. 20, n. 10, p. 13904-13921, 2015.

SANTOS, F. R.; ALMEIDA, L. A.; MORAES, M. C. Caracterização centesimal da casca da castanha-do-brasil para aplicações industriais. **Revista Brasileira de Tecnologia Agroindustrial**, v. 5, n. 2, p. 58-65, 2011.

SANTOS, M. L. Potencial funcional da biomassa residual da castanha-do-brasil: propriedades nutricionais e aplicações. Dissertação (Mestrado em Ciência de Alimentos) – Universidade Federal do Pará, Belém, 2021.

SANTOS, M. S.; LIMA, G. O.; PEREIRA, N. R.; SOUSA, J. C. Composição fenólica de resíduos da castanha-do-brasil (*Bertholletia excelsa* H.B.K.). **Revista Brasileira de Produtos Naturais**, v. 14, n. 1, p. 75–84, 2023.

SARTORI, G. P. Perfil fenólico e propriedades antioxidantes da torta da castanha-do-brasil. **Revista Brasileira de Produtos Naturais**, v. 18, n. 3, p. 100-110, 2020.

SILVA, A. C.; LIMA, R. B.; SOUSA, V. R. Potencial do ácido vanílico na indústria alimentícia e cosmética: uma revisão. **Revista Brasileira de Ciências Farmacêuticas**, v. 59, n. 1, p. 1-10, 2023.

SOARES, C. M. Ação antioxidante e antimicrobiana dos compostos fenólicos na conservação de alimentos. **Revista de Tecnologia de Alimentos**, v. 22, n. 2, p. 45-53, 2007.

SOARES, C. M. Propriedades antioxidantes do ácido gálico e seus mecanismos de ação. **Química Nova**, v. 25, n. 3, p. 344-349, 2002.

SOUZA, L. F.; PEREIRA, A. M.; COSTA, J. S. Caracterização físico-química da casca da castanha-do-brasil para reaproveitamento industrial. **Revista Científica da Amazônia**, v. 8, n. 1, p. 95-102, 2016.

TORRES, L. F. Identificação e quantificação de compostos fenólicos em subprodutos da castanha-do-brasil por CLAE. Dissertação (Mestrado em Tecnologia de Alimentos) – Universidade Federal do Pará, Belém, 2015.

VIEIRA, M. T.; OLIVEIRA, J. P.; SANTOS, R. S. Extração de compostos bioativos de resíduos agroindustriais com solventes verdes: avanços recentes. **Revista de Ciências Ambientais**, v. 18, n. 4, p. 300-312, 2023.

XU, H.; ZHANG, J.; LI, W. Influência da razão solvente-biomassa na extração de compostos fenólicos utilizando solventes eutéticos naturais. **Journal of Food Science and Technology**, v. 60, n. 1, p. 101-111, 2023.

ZHANG, Y.; LI, C.; WANG, X. Effect of pH on the extraction efficiency of phenolic compounds: alkaline vs acid conditions. **Food Chemistry**, v. 305, p. 125440, 2020.

