

ESTUDO PRELIMINAR DA EXTRAÇÃO “VERDE” DE COMPOSTOS BIOATIVOS DE PARTES DO FRUTO DO JENIPAPO PELA TÉCNICA ASSISTIDA POR ULTRASSOM

Gabrielle de Lima Mendes – gabriellemendes1998@gmail.com

*Programa de Pós-graduação em Biotecnologia – Departamento de Tecnologia de Alimentos-
Laboratório de Microbiologia de Alimentos e Bioengenharia - Universidade Federal de Sergipe*

Luciana Cristina Lins de Aquino Santana – luciana.santana@academico.ufs.br

*Programa de Pós-graduação em Biotecnologia – Departamento de Tecnologia de Alimentos-
Laboratório de Microbiologia de Alimentos e Bioengenharia - Universidade Federal de Sergipe*

Resumo — Este trabalho investigou a extração de compostos bioativos da casca, polpa e semente do fruto da *Genipa americana* L. (Jenipapo) por técnica assistida por ultrassom à 25°C, 40 kHz por 90min utilizando solução aquosa de etanol 80% contendo o líquido iônico cloreto de colina como solvente extrator nas concentrações de 0,125 e 0,25 mol/L. Maior extração de fenólicos totais da casca e polpa foi obtida com etanol 80% contendo cloreto de colina 0,25 mol/L, 301,17 e 284,11mg EAG/100g respectivamente, e para a semente com etanol 80%, 201,25 mg EAG/100g. Por outro lado, maiores extrações de flavonoides totais foram obtidas para a casca (16,67mg QCE/100g) e polpa (10,81mg QCE/100g) com etanol 80% e para a semente (8,53mg QCE/100g) com etanol 80% contendo 0,125 mol/L de cloreto de colina. O uso de solventes “verdes” para a extração de compostos bioativos pode melhorar a eficiência do processo, e consiste em uma alternativa sustentável a solventes tóxicos convencionais tais como metanol, hexano e acetona.

Palavras-chave: *Genipa americana*, solvente verde, líquido iônico, cloreto de colina.

Abstract - This study investigated the extraction of bioactive compounds from the peel, pulp, and seed of *Genipa americana* L. (jenipapo) using ultrasound-assisted extraction at 25 °C, 40 kHz for 90 min, with an aqueous solution of 80% ethanol containing the ionic liquid choline chloride as the extracting solvent at concentrations of 0.125 and 0.25 mol/L. The highest extraction of total phenolics from peel and pulp was obtained with 80% ethanol containing 0.25 mol/L choline chloride, yielding 301.17 and 284.11 mg GAE/100 g, respectively, whereas for the seed the best result was achieved with 80% ethanol (201.25 mg GAE/100 g). On the other hand, the highest total flavonoid extractions were obtained for peel (16.67 mg QE/100 g) and pulp (10.81 mg QE/100 g) with 80% ethanol, and for the seed (8.53 mg QE/100 g) with 80% ethanol containing 0.125 mol/L choline chloride. The use of “green” solvents for the extraction of bioactive compounds can enhance process efficiency and represents a sustainable alternative to conventional toxic solvents such as methanol, hexane, and acetone.

Keywords: *Genipa americana*, green solvent, ionic liquid, choline chloride.

1. INTRODUÇÃO

No Brasil, observa-se uma grande diversidade de frutos com potencial para o desenvolvimento de novos produtos alimentares e farmacêuticos (SCHIASSI et al., 2017). O jenipapo, fruto da espécie *Genipa americana* L., pertencente à família Rubiaceae, é amplamente distribuído nas Américas, desde o México e as Ilhas do Caribe até o norte da Argentina (SILVA et al., 2020). No território brasileiro, sua ocorrência é registrada em diversos domínios geográficos, incluindo a região Nordeste, nos estados de Alagoas, Bahia, Ceará, Maranhão, Paraíba, Pernambuco, Piauí, Rio Grande do Norte e Sergipe (GOMES, 2025).

O fruto de *Genipa americana* L. apresenta elevada concentração de compostos fenólicos e flavonoides, associados a diversas propriedades biológicas relevantes. Extratos obtidos por métodos de extração eficientes demonstraram alto teor de fenólicos totais e notável capacidade antioxidante e antiglicante. Compostos como quercetina, ácido gálico, genipina e geniposídeo foram identificados como responsáveis por efeitos antitumorais, anti-inflamatórios e pela inibição de enzimas oxidativas, reforçando o potencial do jenipapo como fonte natural de metabólitos bioativos com aplicações funcionais, nutraceuticas e farmacológicas (NÁTHIA-NEVES et al., 2017; CARVALHO et al., 2020). Franco et al. (2024) tem obtido compostos fenólicos antioxidantes de extratos hidroalcóolicos de folhas de jenipapo.

A extração de compostos bioativos pode ser realizada por diferentes métodos, como extração assistida por ultrassom, micro-ondas e extração com solventes pressurizados, utilizando solventes convencionais, como etanol, metanol, hexano e éter (CHAN; YUSOFF; NGOH, 2017; VEREP; ATEŞ; KARAOĞUL, 2023). Contudo, diante da crescente demanda por processos mais sustentáveis, solventes verdes, como os líquidos iônicos (LIs), têm recebido atenção crescente. LIs são sais líquidos à temperatura ambiente, compostos por um cátion orgânico volumoso e um ânion fraco, caracterizados por baixa volatilidade, estabilidade térmica e elevada capacidade de solvatação, tornando-os promissores para a extração de metabólitos bioativos (ISLAMČEVIĆ RAZBORŠEK et al., 2020). Quando utilizados como cossolventes em soluções com etanol, os LIs podem aumentar a polaridade do sistema, favorecendo a solubilização de compostos fenólicos e flavonoides e, consequentemente, promovendo uma extração mais eficiente (SEGATTO et al., 2022).

Estudos sobre *Genipa americana* L., indicam que a polpa apresenta elevados teores de compostos fenólicos totais, flavonoides e carotenoides, associados à significativa atividade antioxidante (PACHECO et al. 2014). Já a casca concentra iridoides, especialmente geniposídeo e genipina, além de taninos e ácidos fenólicos, enquanto as sementes apresentam compostos fenólicos e atividade antioxidante em menor escala (ASSIS et al., 2023). Apesar da relevância do jenipapo como fonte de compostos bioativos, não foram encontrados relatos sobre a aplicação de líquidos iônicos como co-solventes verdes em processos de extração assistida por ultrassom. Neves et al. (2022) utilizaram o líquido iônico cloreto de colina e betaína para sintetizar um solvente eutético profundo, o qual foi utilizado para a extração de genipina por ultrassom assistida a partir do fruto do jenipapo verde. Camelo et al. (2020) utilizaram líquidos iônicos para pré-purificação de genipina extraído do jenipapo.

Diante disso, o presente estudo teve como objetivo avaliar a eficiência da extração de compostos fenólicos e flavonoides totais das diferentes partes do fruto da *Genipa americana* L., utilizando o líquido iônico cloreto de colina como cossolvente verde, com foco no desenvolvimento de processos sustentáveis e eficientes para a obtenção de bioativos do jenipapo.

2.1 MATERIAIS

Os frutos do Jenipapo foram adquiridos no Centrais de Abastecimento S.A. – CEASA de Aracaju – SE Brasil. As partes do fruto maduro foram separadas manualmente entre casca, polpa e semente, que após a separação foram triturados em liquidificador doméstico e armazenados *in natura* em freezer horizontal na temperatura de -18°C até o uso.

Os reagentes utilizados foram álcool etílico P.A (99,8% - ACS CIÊNCIA, Sumaré – SP) e o Cloreto de Colina ($\geq 98\%$ Sigma-Aldrich®, Darmstadt, Alemanha), o reagente de Folin-Ciocalteu, ácido gálico, Quercetina (Sigma-Aldrich®, Darmstadt, Alemanha), cloreto de alumínio da Perfyl Tech Química LTDA (São



Bernardo do Campo, SP) e carbonato de sódio da Dinâmica Química Contemporânea Ltda (Indaiatuba, SP) e Álcool metílico (Neon Comercial Reagentes Analíticos LTDA, São Paulo).

2.2 PREPARAÇÃO DOS EXTRATOS

Para obtenção do extrato foi utilizado 1g de material sólido misturada com 18mL soluções aquosas de etanol 80%, etanol 80% + cloreto de colina 0,25 mol/L e etanol 80% + cloreto de colina (CHCl) 0,125 mol/L. As amostras dos extratos foram colocadas no banho ultrassônico, com frequência de 40 kHz por 90min. Posteriormente as amostras foram filtradas em papel filtro e armazenadas em freezer até a análise.

2.3 QUANTIFICAÇÃO DE FENÓLICOS TOTAIS E FLAVONOIDES TOTAIS

Para a quantificação de compostos fenólicos totais, foi realizada seguindo a metodologia de Moo – Huchin et al. (2015), onde nos tubos de ensaio foram colocados 50µL do extrato, 3mL de água destilada e 250µL do reagente Folin. A amostra foi homogeneizada, mantida em repouso por 8 min. Em seguida, foi acrescentado 750µL de carbonato de sódio a 20% e 950µL de água destilada, as amostras foram homogeneizadas e colocadas em repouso no escuro por 30 minutos. O branco da amostra foi substituindo o extrato pelo solvente extrator. A análise foi feita em triplicata de tubos e analisadas na absorbância de 765 nm. Uma curva padrão foi obtida utilizando concentrações de ácido gálico entre 10 e 1280 mg/L e os resultados foram expressos em miligramas de equivalente em ácido gálico (EAG) por 100g de sólido (mg EAG/100g).

Já para a quantificação de flavonoides totais, foi realizada seguindo a metodologia de Boroski et al. (2015), onde foram colocados nos tubos de ensaio 500µL do extrato, 250µL de cloreto de alumínio a 5% e 4,25ml de álcool metílico, as amostras foram homogeneizadas e colocadas para repouso por 30 minutos. O branco da amostra foi substituindo o extrato pelo solvente extrator. A análise foi feita em triplicata de tubo e analisadas na absorbância de 425nm. Uma curva padrão foi obtida utilizando concentrações de quercetina entre 2 e 180 mg/L e os resultados foram expressos em miligramas de equivalente de quercetina (QCE) por 100g de sólido (mg QCE/100g).

2.4 ANÁLISE ESTATÍSTICA

As análises estatísticas foram realizadas utilizando o software Statistica 12. Os resultados foram expressos como média $\pm$ desvio padrão, e as comparações entre os grupos experimentais foram feitas por meio de análise de variância (ANOVA), seguida do teste de Tukey, adotando-se um nível de significância de 5% ($p \leq 0,05$).

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

3.1. Compostos Fenólicos Totais e Flavonoides totais

Os teores de compostos fenólicos totais (FT) e flavonoides totais (FlaT) demonstraram variações significativas em função do solvente utilizado na extração e da parte do Jenipapo (polpa, casca e semente) (Tabelas 1 e 2). Maior extração de FT e FlaT foi no extrato da casca em etanol 80% + cloreto de colina (CHCl) 0,25 mol/L (301,18 mg EAG/100 g) e no extrato da casca em etanol 80% (16,68 mg QE/100 g), respectivamente, diferindo estatisticamente dos demais extratos ($p \leq 0,05$) (Tabela 1). A presença do LI favoreceu a extração de FT, provavelmente devido à formação de um sistema supramolecular entre o etanol e o cloreto de colina, capaz de promover interações, como ligações de hidrogênio, com os grupos fenólicos, potencializando a extração desses compostos (DAI et al., 2013; ZHANG et al., 2020). Apesar disto, verificou-

se que no extrato em etanol 80% obteve-se teor de FT de 282,75 mg EAG/100g, valor um pouco menor do que o obtido no extrato com a presença de LI.

Por outro lado, a extração de FlaT foi reduzida nos extratos contendo LI. Segundo Liu, Guo e Wang (2022) a eficiência da extração de flavonoides com LI ou solventes eutéticos profundos depende da polaridade dos flavonoides, onde os mais polares, como os glicosilados, interagem favoravelmente com esses solventes, enquanto flavonoides menos polares como os agliconas, apresentam menor afinidade, resultando em extrações menos eficiente, o que corrobora para que possivelmente não tenha ocorrido uma degradação, mas sim a presença de flavonoides menos polares nas partes do fruto da *Genipa americana* L.

Embora alguns pesquisadores considerem que os Lis apresentam custo elevado e complexidade operacional (Xiao et al., 2018), estes solventes são vantajosos devido a sua eficiência na extração de compostos mais polares, além de serem considerados como solventes “verdes”, ou seja “ambientalmente amigáveis”.

Tabela 1: Teores de compostos fenólicos totais obtidos nos extratos da polpa, casca e semente, a partir da variação da concentração de CHCL sob extração assistida por ultrassom. ^{a-f} As letras minúsculas diferentes indicam diferenças significativas entre as médias ao nível de 95% de confiança ($p \leq 0,05$).

Partes do fruto	Solventes	Compostos Fenólicos Totais (mg EAG/100 g)
Semente	Etanol 80%	201,25 ± 7,78 ^{ef}
	Etanol 80% + CHCL 0,25	200,16 ± 0,97 ^{ef}
	Etanol 80% + CHCL 0,125	178,80 ± 4,86 ^d
Polpa	Etanol 80%	202,45 ± 3,87 ^f
	Etanol 80% + CHCL 0,25	248,12 ± 4,85 ^c
	Etanol 80% + CHCL 0,125	186,22 ± 4,85 ^{de}
Casca	Etanol 80%	282,75 ± 3,89 ^b
	Etanol 80% + CHCL 0,25	301,18 ± 4,86 ^a
	Etanol 80% + CHCL 0,125	212,68 ± 9,71 ^f

Legenda: CHCL – cloreto de colina, DP – desvio padrão, EAG - Equivalente de Ácido Gálico.

Tabela 2: Teores de flavonoides totais obtidos nos extratos da polpa, casca e semente, a partir da variação da concentração de CHCL sob extração assistida por ultrassom. ^{a-f} As letras minúsculas diferentes indicam diferenças significativas entre as médias ao nível de 95% de confiança ($p \leq 0,05$).

Partes do Fruto	Solventes	Flavonoides Totais (mg EQ/100 g) ± DP
Semente	Etanol 80%	8,34 ± 0,46 ^{ef}
	Etanol 80% + CHCL 0,25	7,18 ± 0,15 ^{bf}
	Etanol 80% + CHCL 0,125	8,53 ± 1,84 ^{ef}

Polpa	Etanol 80%	10,81 ± 0,17 ^d
	Etanol 80% + CHCL 0,25	6,51 ± 0,17 ^{bc}
	Etanol 80% + CHCL 0,125	5,51 ± 0,30 ^c
Casca	Etanol 80%	16,68 ± 0,90 ^a
	Etanol 80% + CHCL 0,25	10,79 ± 0,15 ^d
	Etanol 80% + CHCL 0,125	9,73 ± 0,52 ^{de}

Legenda: CHCL – cloreto de colina, DP – desvio padrão, EQ - Equivalente de Quercetina.

5. CONCLUSÃO

A eficiência na extração de compostos fenólicos e flavonoides das diferentes partes do fruto do Jenipapo demonstrou depender do tipo de solvente utilizado e da parte do fruto. Os maiores teores destes compostos foram obtidos na casca do fruto. A combinação de etanol 80% com 0,25 mol/L de cloreto de colina apresentou maior eficácia na extração de fenólicos totais, e o etanol 80% na extração de flavonoides totais. Considerando que ambos etanol e cloreto de colina são solventes “verdes”, do ponto de vista de aplicação industrial poderia ser selecionado o etanol 80% para a extração destes compostos da casca do jenipapo, uma vez que os teores de FT foram muito próximos com ambos solventes. Os solventes “verdes” são uma alternativa sustentável aos solventes convencionais como éter, hexano, acetona e outros. As partes do fruto Jenipapo demonstraram potencial como fonte de compostos bioativos a serem explorados em pesquisas futuras como extratos antioxidantes e/ou antimicrobianos de interesse para aplicação nos setores alimentício, cosmético e farmacêutico.

AGRADECIMENTOS

Agradecimentos a Universidade Federal de Sergipe pelo espaço de laboratório e a Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior – CAPES, pelo fomento a bolsa de mestrado em Biotecnologia e a Fundação do amparo a pesquisa e inovação tecnológica do estado de Sergipe - FAPITEC pelo apoio financeiro (Processo 431/2023).

REFERÊNCIAS

- ASSIS, R. C. de; MONTEIRO, G. R.; VALENTIM, A. B.; MAIA, C. S. C.; ALVES, R. F. C.; SILVA, J. P.; SANTOS, A. F. dos; ALMEIDA, J. R. G. da S. Biological properties and phytochemical profile of Genipa americana: a systematic review. *Food Bioscience*, v. 53, p. 102514, 2023.
- BOROSKI, M.; VISENTAINER, J. v.; COTTICA, S. M.; MORAIS, D. R. **Antioxidantes: princípios e métodos analíticos**, 1^a ed. Curitiba, Editora Appris, 141 p., 2015.
- CAMÊLO, L. C. A.; SANTOS, G. S. D.; SOUZA, R. L.; SOARES, C. M. F.; PEREIRA, J. F. B.; LIMA, A. S. Protic ionic liquids as constituent of aqueous two-phase system based on acetonitrile: synthesis, phase diagrams and genipin pre-purification. *Fluid Phase Equilibria*, v. 507, p. 112425, 2020.



CARVALHO, A. T. de; FREITAS, B. M.; COSTA, J. G. Ethnopharmacology of fruit plants: a literature review on the toxicological, phytochemical, cultural aspects, and a mechanistic approach to the pharmacological effects of four widely used species. *Molecules*, v. 25, n. 17, p. 3879, 2020.

CHAN, C. H.; YUSOFF, R.; NGOH, G. C. An energy-based approach to scale up microwave-assisted extraction of plant bioactives. *INGREDIENTS EXTRACTION BY PHYSICOCHEMICAL METHODS IN FOOD*. Cambridge, MA: Academic Press, 2017. v. 4, p. 561–597.

DAI, Y.; VAN SPANJE, M.; VERPOORTE, R. Natural deep eutectic solvents as new potential media for green technology. *Analytica Chemical Acta*, v. 766, p. 61–68, 2013.

FRANCO, S. P. B.; SILVA, J. A.; BARRETO, I. C.; COSTA, S. P. M.; BORGES, A. L. T. F.; NASCIMENTO, T. G.; SILVA, J. C.; SANTOS, A. F.; ROLIM, L. A.; ALMEIDA, J. R. G. S. Phytochemical constitution and pharmacological effects of *Genipa americana* L. (Rubiaceae): a review. *Brazilian Journal of Biology*, v. 84, e265591, 2024.

GOMES, M. *Genipa in Flora do Brasil 2020*. Rio de Janeiro: Jardim Botânico do Rio de Janeiro, 2020. Disponível em: <http://floradobrasil.jbrj.gov.br/reflora/floradobrasil/FB14044>. Acesso em: 31 jul. 2025.

ISLAMČEVIĆ RAZBORŠEK, M.; KLANČNIK, A.; SANTOS, S. Choline chloride based natural deep eutectic solvents as extraction media for extracting phenolic compounds from chokeberry (*Aronia melanocarpa*). *Molecules*, v. 25, n. 7, p. 1619, 2020.

LANDIM NEVES, M. I.; SOCAS-RODRÍGUEZ, B.; VALDÉS, A.; SILVA, E. K.; CIFUENTES, A.; MEIRELES, M. A. A.; IBÁÑEZ, E. Synergic effect of natural deep eutectic solvent and high-intensity ultrasound on obtaining a ready-to-use genipin extract: crosslinking and anti-neurodegenerative properties. *Food Chemistry*, v. 16, p. 100489, 2022.

LIU, Y.; GUO, Y. X.; WANG, Y. M. Green extraction of flavonoids from natural sources using deep eutectic solvents: Current research and future prospects. *Trends in Food Science & Technology*, v. 123, p. 87–101, 2022.

MOO-HUCHIN VM, MOO-HUCHIN MI, ESTRADA-LEÓN RJ, CUEVAS-GLORY L, ESTRADA-MOTA IA, ORTIZ-VÁZQUEZ E, BETANCUR-ANCONA D, SAURI-DUCH E. Antioxidant compounds, antioxidant activity and phenolic content in peel from three tropical fruits from Yucatan. *Food Chemistry*. 2015, v. 166, p. 17-22.

NÁTHIA-NEVES, G.; SANTOS, D. T.; MEIRELES, M. A. A. Extraction of bioactive compounds from genipap (*Genipa americana* L.) by pressurized ethanol: Iridoids, phenolic content and antioxidant activity. *Food Research International*, v. 102, p. 595–604, 2017

PACHECO, S. M.; OLIVEIRA, R. A.; SILVA, C. P.; ALMEIDA, R. S.; SOUZA, J. A. Composição centesimal, compostos bioativos e parâmetros físico-químicos do jenipapo (*Genipa americana* L.). *Demetra: Alimentação, Nutrição & Saúde*, Rio de Janeiro, v. 9, n. 3, p. 787-802, 2014.

SCHIASSI, M. C. E. V.; ROSA, C. S.; CASTRO, I. A. Fruits from the Brazilian cerrado region: Physico-chemical characterization, bioactive compounds, antioxidant activities, and sensory evaluation. *Food Chemistry*, v. 245, p. 305–311, 2017.



SEGATTO, M. L.; FERREIRA, M. I.; MARTINS, M. I. E. G. Ionic liquids vs. ethanol as extraction media of algicidal compounds from mango processing waste. *Frontiers in Chemistry*, v. 10, p. 986987, 2022.

TAN, Z.; ZHANG, S.; WANG, M. Ultrasonic assisted extraction of paclitaxel from *Taxus x media* using ionic liquids as adjuvants: optimization of the process by response surface methodology. *Molecules*, v. 22, n. 9, p. 1483, 2017.

VEREP, D.; ATEŞ, S.; KARAOĞUL, E. A review of extraction methods for obtaining bioactive compounds in plant-based raw materials. *Bartın Orman Fakültesi dergisi*, v. 25, p. 492–513, 2023.

XIAO, JIAO; CHEN, GANG; LI, NING. Ionic liquid solutions as a green tool for the extraction and isolation of natural products. *Molecules*, v. 23, n. 7, p. 1765, 2018.

ZHANG, Y.; WANG, C.; YU, H.; YUAN, Y. Extraction of phenolic compounds from *Foeniculum vulgare* Mill. using ionic liquids: optimization and kinetics. *ACS Omega*, v. 5, n. 51, p. 33052–33060, 2020.

ZHOU, Y.; WU, D.; CAI, P.; CHENG, G.; HUANG, C.; PAN, Y. Special effect of ionic liquids on the extraction of flavonoid glycosides from *Chrysanthemum morifolium* Ramat by microwave assistance. *Molecules*, v. 20, n. 5, p. 7683–7699, 2015.