DESENVOLVIMENTO E OTIMIZAÇÃO DE PROCESSOS SUSTENTÁVEIS PARA EXTRAÇÃO DE SAPONINAS DE SAPINDUS SAPONARIA L.

Maria Clara de Oliveira Ereno (PIC/UEM), Adriano Valim Reis (Orientador), Franciele de Almeida Nascimento (Coorientadora), Marli Miriam de Souza Lima (Participante).
E-mail: ra125591@uem.br; avreis@uem.br

Universidade Estadual de Maringá, Centro de Ciências da Saúde, Departamento de Farmácia, Maringá, PR.

Área e subárea do conhecimento: Ciências da Saúde / Farmácia.

Palavras-chave: Sapindus saponaria; saponinas; extração sustentável.

RESUMO

Sapindus saponaria L. (Sapindaceae) é uma espécie amplamente distribuída nos trópicos, cujos frutos acumulam saponinas triterpênicas com propriedades tensoativas e interesse cosmético e farmacêutico. O aproveitamento dessas saponinas depende de processos de extração eficientes e, preferencialmente, alinhados a princípios de sustentabilidade. Este trabalho teve como objetivo desenvolver e otimizar um processo sustentável de extração das saponinas de *S. saponaria*, avaliando o tempo de extração, a composição do solvente e as condições operacionais. A cinética de extração foi acompanhada por refratometria (°Brix), adotando-se 60 min como compromisso entre eficiência e custo operacional. A seleção do solvente foi conduzida por ESI(–)-QTOF-MS por infusão direta, comparando misturas hidroalcoólicas e água pura: no extrato aquoso foram detectados íons compatíveis, por razão m/z, com sete saponinas triterpênicas previamente descritas para a espécie, e a diversidade de íons na água pura foi cerca do dobro da observada no meio hidroalcoólico, caracterizando um efeito de limiar associado à matriz totalmente aquosa. A água foi então selecionada como solvente extrator. As condições de extração foram otimizadas por planejamento fatorial 3^2 (temperatura e proporção sólido:líquido), com °Brix como resposta. O modelo, com efeitos lineares e de interação, foi significativo e apresentou bom ajuste, sendo a proporção sólido:líquido o fator dominante. Recomendou-se a condição de 37 °C e proporção de 30%, por combinar desempenho de extração e menor custo energético. Em conjunto, os resultados apontam um processo extrativo com indicadores mais favoráveis de sustentabilidade nas condições avaliadas.

INTRODUÇÃO

As saponinas são glicosídeos de origem vegetal formados por uma aglicona (sapogenina) ligada a cadeias de açúcares, o que lhes confere caráter anfifílico e propriedades tensoativas, emulsificantes e espumantes. Essas características, associadas a atividades biológicas relatadas na literatura, tornam as saponinas insumos de interesse para as indústrias cosmética e farmacêutica. Entre as fontes vegetais, *Sapindus saponaria* L. (Sapindaceae) destaca-se por acumular, em seus frutos, elevada quantidade de saponinas triterpênicas derivadas de hederagenina e de ácido oleanólico, tradicionalmente empregadas como tensoativo natural. Espécies do gênero Sapindus têm sido investigadas quanto ao seu perfil de glicosídeos por técnicas de espectrometria de massas de alta resolução (UY et al., 2025).

A obtenção dessas saponinas depende de processos de extração que conciliem eficiência e menor impacto ambiental. Nesse contexto, a substituição de solventes orgânicos por água e a definição de condições operacionais de menor custo energético alinham-se aos princípios da química verde. Assim, o presente trabalho teve por objetivo desenvolver e otimizar um processo sustentável de extração das saponinas de *S. saponaria*, avaliando sequencialmente o tempo de extração, a composição do solvente e as condições de temperatura e proporção sólido:líquido.

MATERIAIS E MÉTODOS

O material vegetal (frutos de *S. saponaria*) foi seco, moído e submetido às etapas de extração aquosa. A cinética de extração foi acompanhada por refratometria, medindo-se os sólidos solúveis totais (°Brix) em função do tempo (5 a 240 min), em três proporções sólido:líquido (10, 20 e 30% m/m). As leituras foram realizadas em refratômetro de bancada com resolução nominal de 0,25 °Brix.

A seleção do solvente foi conduzida por espectrometria de massas ESI(–)-QTOF (Bruker), por infusão direta, no modo negativo, comparando-se extratos obtidos com diferentes proporções de água e etanol. Os extratos secos foram redissolvidos em metanol grau LC-MS (diluente) e os espectros médios foram obtidos após remoção dos scans de calibração (formiato de sódio). A atribuição dos íons às saponinas foi feita por comparação da razão m/z com dados previamente descritos para a espécie (MURGU; RODRIGUES-FILHO, 2006), apoiada em padrões de fragmentação e adução característicos dessa classe de compostos (SAVARINO et al., 2023).

As condições de extração foram otimizadas por planejamento fatorial 3^2, avaliando-se a temperatura (27, 37 e 47 °C) e a proporção sólido:líquido (10, 20 e 30%), tendo o °Brix como variável resposta, em 11 ensaios com triplicata no ponto central. O ajuste do modelo e a análise de variância foram realizados em software estatístico, avaliando-se a significância dos coeficientes, o coeficiente de determinação ajustado e predito e a análise de resíduos.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

Na cinética de extração (Figura 1), a maior parte da solubilização ocorreu nos primeiros minutos, com progressiva redução da taxa de extração ao longo do tempo. A partir de 60 min, os incrementos adicionais de °Brix tornaram-se marginais frente ao tempo e ao consumo energético requeridos, de modo que a extensão do processo deixa de ser vantajosa do ponto de vista operacional. Adotou-se, portanto, o tempo de 60 min para as etapas subsequentes, como compromisso entre eficiência de extração e sustentabilidade do processo.

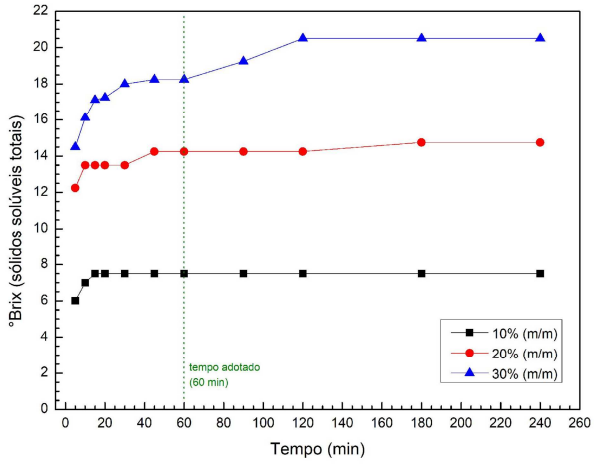


Figura 1 – Cinética de extração monitorada por °Brix (sólidos solúveis totais) em função do tempo, nas proporções sólido:líquido de 10, 20 e 30% (m/m). Linha tracejada: tempo adotado (60 min).

A triagem do sistema extrator foi conduzida por ESI(–)-QTOF-MS com infusão direta. Nos extratos aquosos foram detectados íons [M–H]– compatíveis, por razão m/z, com sete saponinas triterpênicas previamente descritas para a espécie, derivadas de hederagenina e de ácido oleanólico e apresentando o padrão de acetilação sucessiva de 42 Da característico desses glicosídeos (Figura 2). A diversidade de íons no extrato aquoso foi cerca do dobro da observada no meio hidroalcoólico, caracterizando um efeito de limiar associado à matriz totalmente aquosa, e não um aumento gradual com o teor de água. A maior riqueza química do extrato aquoso é coerente com a polaridade favorável à solubilização de glicosídeos e com relatos de que meios aquosos preservam saponinas aciladas melhor que o álcool puro. Aliada à redução de risco e de custo associada à substituição do solvente orgânico, a água foi selecionada como sistema extrator para o planejamento experimental subsequente.

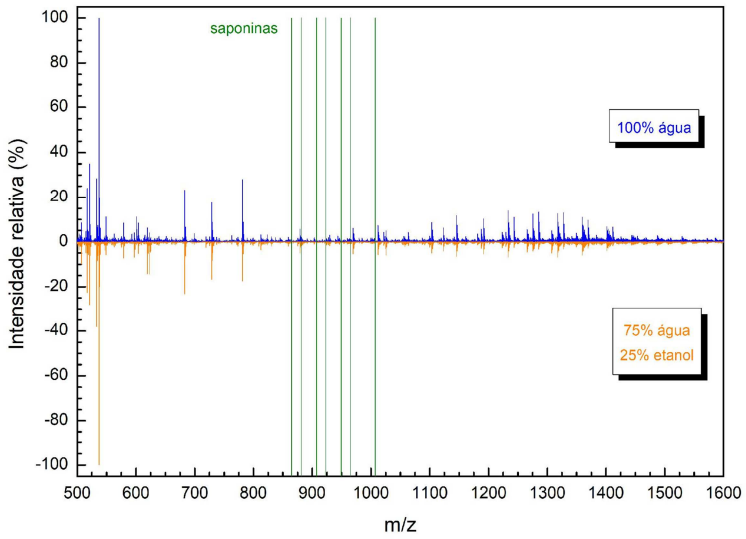


Figura 2 – Espectros ESI(–)-QTOF (infusão direta) dos extratos obtidos com 75% de água (laranja, invertido) e 100% de água (azul), dispostos em espelho. Ambos foram analisados sob o mesmo método instrumental (parâmetros de fonte idênticos) e normalizados ao respectivo pico-base. As linhas verdes assinalam íons [M–H]– compatíveis, por razão m/z, com saponinas triterpênicas descritas para *S. saponaria* (m/z 881, 923, 965 e 1007, derivados de hederagenina; 865, 907 e 949, derivados de ácido oleanólico), separados por incrementos de 42 Da. Os scans de calibração (formiato de sódio) foram removidos previamente ao processamento.

As condições de extração foram otimizadas por planejamento fatorial 3^2 (Figura 3). O modelo ajustado, com efeitos lineares e de interação (termos quadráticos não significativos, descartados), foi significativo ($p < 0,0001$) e apresentou bom ajuste ($R^2aj = 0,991$; $R^2pred = 0,980$). A proporção sólido:líquido foi o fator dominante, superando amplamente o efeito da temperatura, com interação positiva e significativa: a temperatura teve efeito reduzido na menor carga de sólido e mais pronunciado na maior proporção, comportamento compatível com limitação por transferência de massa. Dentro da faixa estudada, os maiores valores de °Brix concentraram-se na região de maior proporção sólido: líquido; como as respostas previstas a 37 e 47 °C nessa proporção foram praticamente indistinguíveis, dada a resolução do refratômetro, recomendou-se a condição de 37 °C e proporção de 30%, por combinar desempenho de extração e menor custo energético.

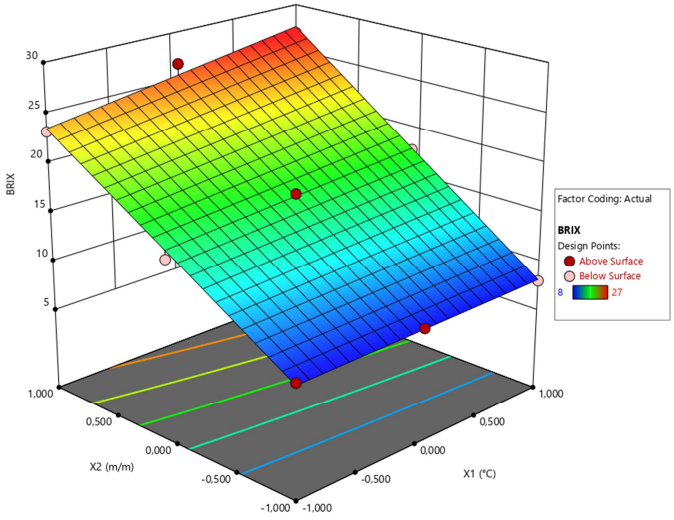


Figura 3 – Superfície de resposta para o °Brix em função da temperatura (X1) e da proporção sólido:líquido (X2), em variáveis codificadas, obtida pelo planejamento fatorial 3^2. Pontos experimentais indicados (acima da superfície, em vermelho; abaixo, em rosa).

CONCLUSÕES

Os resultados das três etapas convergem para uma mesma lógica de processo: máximo desempenho útil com mínimo custo operacional e ambiental. A extração conduzida por 60 min, a seleção da água como solvente e a condição de 37 °C e proporção de 30% configuram um processo extrativo de saponinas de *S. saponaria* com indicadores mais favoráveis de sustentabilidade nas condições avaliadas, sem prejuízo da recuperação dos compostos-alvo. A confirmação experimental da condição recomendada e a caracterização estrutural detalhada dos glicosídeos, por ESI-Q-ToF-MS/MS, constituem as etapas subsequentes deste trabalho.

AGRADECIMENTOS

À Universidade Estadual de Maringá (UEM) pela infraestrutura disponibilizada e ao Complexo de Centrais de Apoio à Pesquisa (COMCAP/UEM) pelas análises de espectrometria de massas (ESI-QTOF-MS).

REFERÊNCIAS

MURGU, M.; RODRIGUES-FILHO, E. Dereplication of glycosides from *Sapindus saponaria* using liquid chromatography-mass spectrometry. *Journal of the Brazilian Chemical Society*, v. 17, n. 7, p. 1281-1290, 2006.

SAVARINO, P.; DEMEYER, M.; DECROO, C.; COLSON, E.; GERBAUX, P. Mass spectrometry analysis of saponins. *Mass Spectrometry Reviews*, v. 42, n. 3, p. 954-983, 2023.

UY, N. P.; LEE, H.-D.; KU, J.; CHOI, K.; LEE, S. UPLC-QTOF-ESI-MS/MS-based comparative study of phytochemicals in *Sapindus mukorossi*. *Horticulturae*, v. 11, n. 6, 682, 2025.