



Extração e Caracterização do Óleo e de Co-Produtos da Semente de Moringa *oleifera*

Evelin Battistella Ferreira

Projeto Final de Curso

Orientadora

Professora Suely Pereira Freitas

Coorientadora

Professora Rosane Aguiar da Silva San Gil

Fevereiro de 2019

Extração e Caracterização do Óleo e de Co-Produtos da Semente de *Moringa oleifera*

Evelin Battistella Ferreira

Projeto de Final de Curso submetido ao Corpo Docente da Escola de Química, como parte dos requisitos necessários à obtenção do grau de Engenharia de Alimentos.

Aprovado por:

Felipe Sombra dos Santos, D.Sc

Leilson Ribeiro, D.Sc

Leandro Bandeira Borré, D.Sc

Orientado por:

Suely Pereira Freitas, D.Sc.

Rosane Aguiar da Silva San Gil, D.Sc.

Rio de Janeiro, RJ – Brasil
Fevereiro de 2019

Ferreira, Evelin B.

Extração e Caracterização do Óleo e de Co-Produtos de Semente de Moringa oleifera.

Evelin Battistella Ferreira. Rio de Janeiro: UFRJ/EQ, 2019.

x, 50 p.; il.

(Monografia) – Universidade Federal do Rio de Janeiro, Escola de Química, 2019.

Orientadoras Suely Pereira Freitas e Rosane Aguiar da Silva San Gil.

1. Moringa. 2. Semente. 3. Óleo. 4. RMN. 5. Monografia (Engenharia de Alimentos – UFRJ/EQ). 6. Suely Pereira Freitas e Rosane Aguiar da Silva San Gil. I. **Extração e Caracterização do Óleo e de Co-Produtos da Semente de Moringa oleifera**

“Embora a chuva caia em torrentes, as enchentes subam
e os ventos de tempestades soprem contra sua casa,
ela não cairá, porque está construída sobre a rocha.”

Mateus 7:25

Agradecimentos

Primeiramente, agradeço à Deus por ter me sustentado em todos os momentos da minha vida. Por ter me permitido conhecer cada pessoa que faz parte da minha vida, por sempre me acrescentar em sabedoria e por nunca desistir de mim.

À Universidade Federal do Rio de Janeiro e a Escola de Química pela oportunidade de ganhar tantos conhecimentos sobre a minha a minha área e sobre a vida.

À estimada orientadora Prof^a Suely Pereira Freitas pela orientação, paciência e sempre boa disposição e bom ânimo. Foi um prazer ser orientada pela senhora.

À minha querida coorientadora Prof^a Rosane Aguiar da Silva San Gil, não só pela orientação, mas por toda paciência, ensinamentos, dedicação e amizade. Muito mais que uma orientadora, muitas vezes como uma amiga e sempre excelente Professora. Agradeço a Deus por ter podido contar sua sabedoria, conselhos, generosidade e amizade por tantas vezes ao longo de todos esses anos que estudei na UFRJ.

Aos laboratórios LABRMN-1 e LABRMN-2 por toda dedicação na realização das análises sobre as amostras de líquidos e sólidos.

A todos os amigos do LABRMN, Leandro, Dona Zenaide, Gileno, Matheus e Daniel, por toda ajuda e momentos de confraternização. Ao Laboratório de do Laboratório de Processamento de Matéria Primas Vegetais, especialmente ao Rodrigo. Ao meu chefe no estágio André por toda compreensão e colaboração nessa fase final da faculdade.

Às minhas amigas Mylena, Luizianne, Taiana e Desirée por todas as conversas, estudos juntas e conselhos. Agradeço a todos os meus amigos-irmãos, Lucas, Jade, Paul, Adso, Márcia (saudades), e tantos outros amigos queridos, com os quais por tantas vezes, mas ao mesmo tempo tão poucas, tive a oportunidade de conversar e crescer em sabedoria e entendimento sobre Cristo. Vocês são parte muito importante da minha vida, sempre.

Agradeço à minha mãe por ter me dado todo apoio que tanto precisei ao trilhar essa jornada, por todo e tanto amor, cuidado e carinho. Agradeço ao meu irmão Érico, meu padrao Jorge e meu primo Everton por sempre me incentivarem. Ao meu amigo Marius por, apesar de toda distância física, ser sempre presente e incentivador em todos os momentos.

Agradeço também aos meus familiares tão amados que, embora não estejam mais presentes, contribuíram tão imensamente para o meu crescimento; Minha tia Lêda, minha tia Emília, meu avô Jorge e minha avó Carmem. A todos que contribuíram para que este trabalho fosse realizado, pois sozinha eu não teria chegado a lugar nenhum.

Resumo do Projeto de Final de Curso apresentado à Escola de Química como parte dos requisitos necessários para obtenção do grau de Engenharia de Alimentos.

EXTRAÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DO ÓLEO E DE CO-PRODUTOS DA SEMENTE DE MORINGA *OLEIFERA*

Evelin Battistella Ferreira
Fevereiro, 2019

Orientadora: Professora Suely Pereira Freitas, D.Sc.

Co-orientadora: Rosane Aguiar da Silva San Gil, D.Sc.

A *Moringa oleifera*, ou árvore *Moringa oleifera*, é originária do norte da Índia, da Etiópia, das Filipinas e do Sudão, embora esteja também presente em vários países tropicais e subtropicais, como o Brasil. No Brasil, o conhecimento científico sobre esta árvore e suas partes vegetativas aumentou na última década, mas ainda há muito pouca contribuição na literatura sobre esta planta por meio da técnica de análise de Ressonância Magnética Nuclear. Neste trabalho, amostras de semente de *Moringa oleifera* foram prensadas para separação da fração de óleo e da torta. Posteriormente à extração do óleo, a torta obtida foi tratada com etanol aquoso 90 °GL para extração de uma fração rica em compostos fenólicos, visando possível aplicação como aditivo em alimentos. As amostras de torta, farelo e extrato foram analisadas por ressonância magnética nuclear (RMN). A composição do óleo determinada por RMN de ^1H foi comparável ao reportado na literatura (78% de ácidos graxos monoinsaturados), sendo o ácido oleico (C18:1) o majoritário. O extrato hidro-etanólico apresentou perfil complexo, porém foi possível identificar a presença de compostos fenólicos e outros antioxidantes naturais. A partir do espectro de RMN de ^{13}C foi possível caracterizar a posição preferencial da cadeia de ácido oleico nos carbonos 1 e 3 do esqueleto de glicerol, entre 57% e 61%. A predominância de estruturas proteicas e presença de compostos fenólicos na torta e farelo foram confirmadas por espectros de RMN de CPMAS de ^{13}C .

Palavras-chave: Semente, moringa, *oleifera*, RMN.

Abstract of a Final Project presented to Escola de Química as partial fulfillment of the requirements for obtaining the degree of Food Engineering.

EXTRACTION AND CHARACTERIZATION OF MORINGA *OLEIFERA* SEED OIL AND PIE

Evelin Battistella Ferreira

February, 2019

Supervisor: Prof. Suely Pereira Freitas, D.Sc.

Co-supervisor: Prof. Rosane Aguiar da Silva San Gil, D.Sc.

The *Moringa oleifera*, or *Moringa oleifera* tree comes from northern India, Ethiopia, the Philippines and Sudan, although it is present in several tropical and subtropical countries, such as Brazil. In Brazil, scientific knowledge about this tree and its vegetative parts has increased in the last decade but there's still very little contribution on literature regarding this plant through Nuclear Magnetic Resonance analysis. In this work, *Moringa* seed samples were pressed for separation of lipids and the defatted-cake. After oil extraction, the defatted cake was treated with 92% aqueous ethanol to extract the fraction rich in phenolic compounds, aiming at the possible use as food additive. The samples of deffated-cake and extracts were analyzed by nuclear magnetic resonance. The composition of the oil determined by ^1H NMR was comparable to that reported in the literature (78% of monounsaturated fatty acids) having oleic acid (C18: 1) as the major. The hydro-ethanolic extract presented a complex profile, but it was possible to identify the presence of phenolic compounds and other natural antioxidants. From ^{13}C NMR spectrum it was possible to characterize the preferred position of the oleic acid chain at carbons 1 and 3 of the glycerol skeleton between 57 and 61%. The predominance of protein structures and the presence of phenolic compounds in the deffated-cake were confirmed by ^{13}C CPMAS NMR spectra.

Keywords: Seed, *Moringa*, *oleifera*, NMR.

SUMÁRIO

1.	Introdução	1
2.	Objetivos	3
2.1.	Geral	3
2.2.	Específicos	3
3.	Metodologia	4
3.1.	Levantamento de Dados da Literatura: Prospecção	4
3.2.	Processamento da Semente de Moringa.....	5
3.2.1.	Descascamento e obtenção da semente prensada	5
3.2.2.	Avaliação do teor de umidade da torta	6
3.2.3.	Prensagem da torta após umidificação seguida da extração etanólica	7
3.3.	Caracterização por Ressonância Magnética Nuclear	7
4.	Resultados e Discussão	9
4.1.	Levantamento Bibliográfico - Prospecção	9
4.1.1.	Moringa oleífera	9
4.1.2.	Semente de Moringa oleífera	14
4.1.3.	Óleo da Semente de Moringa	16
4.1.4.	Compostos Fenólicos.....	18
4.2.	Processamento da Semente.....	20
4.2.1.	Descascamento e obtenção da semente prensada	20
4.2.2.	Avaliação do teor de umidade da torta	21
4.2.3.	Prensagem da torta após umidificação seguida da extração etanólica	22
4.3.	Caracterização do óleo e coprodutos da semente de Moringa por RMN	23
4.3.1.	Caracterização do óleo de semente de Moringa	23
4.3.2.	Caracterização da fração polar solúvel em etanol 92%	28
4.3.3.	Caracterização das amostras de sementes prensadas e das tortas.....	29
5.	Considerações Finais	33
6.	Referências Bibliográficas	34
	ANEXO 1: Avaliação do teor de umidade.....	40
	ANEXO 2: Cálculo de massa de água.....	42

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 3.1 – A) Triturador IKA A11 basi e B) peneira BERTEL 35 Mesh Tyler	6
Figura 4.1 – Número de trabalhos publicados.....	9
Figura 4.2 – Sementes de Moringa após esmagamento na prensa contínua	20
Figura 4.3 – Separação das cascas das sementes de Moringa	20
Figura 4.4 – Sementes de Moringa sem casca (amêndoas).....	21
Figura 4.5 – Sementes sem casca (A) e torta resultante da primeira prensagem (B).....	21
Figura 4.6 – Resultado da prensagem da amêndoa umidificada	22
Figura 4.7 – Extrato etanólico (A) e farelo resultante da extração (B)	22
Figura 4.8 – Espectro de RMN de ^1H do óleo de Moringa	23
Figura 4.9 – Espectro de RMN de ^{13}C do óleo de Moringa.	24
Figura 4.10 – Expansão da região 173,8-172,4 ppm do espectro de RMN de ^{13}C (C=O).....	25
Figura 4.11 – Expansão da região 173,8-172,4 ppm do espectro de RMN de ^{13}C (ω 3)	26
Figura 4.12 – Expansão da região 129,7-130,1 ppm do espectro de RMN de ^{13}C (glicerol)..	27
Figura 4.13 – Espectro de RMN de ^1H da fração polar extraída da torta da Moringa.	28
Figura 4.14 – Espectro de RMN de ^{13}C da fração polar extraída da torta da Moringa.	29
Figura 4.15 – Espectros de RMN HPDEC de ^{13}C de biomassa de Moringa.....	30
Figura 4.16 – Espectros de RMN CPMAS de ^{13}C de biomassa de Moringa	31

ÍNDICE DE TABELAS E QUADROS

Tabela 3.1 – Combinações de palavras-chave.....	4
Tabela 4.1 – Aplicações funcionais da Moringa oleífera	11
Tabela 4.2 – Compostos bioativos de diferentes estruturas.....	13
Tabela 4.3 – Composição química da semente de Moringa oleífera.....	14
Tabela 4.4 – Componentes principais do óleo de sementes.	17
Tabela 4.5 – Lista dos principais constituintes fitoquímicos das sementes.....	19
Tabela 4.6 – Composição do óleo de Moringa obtido por RMN de ¹³ C em solução.....	26
Tabela 4.7 – Assinalamento dos sinais observados nos espectros de RMN CPMAS	32

1. Introdução

A *Moringa oleifera*, ou Árvore *Moringa oleifera* é originária do norte da Índia, Etiópia, Filipinas e Sudão, embora esteja presente em vários países tropicais e subtropicais, como o Brasil [1]. Ela também é conhecida por “Árvore Milagrosa”, graças às suas várias qualidades nutricionais, como a disponibilidade de minerais, vitaminas, aminoácidos essenciais, óleos ômega e proteínas [2].

No Brasil, a exploração comercial e científica das estruturas vegetativas da *Moringa* ainda estão em desenvolvimento. Estudos relacionados à caracterização e propriedades da *Moringa* têm conquistado relevância no país em função da importância desta planta no contexto mundial. Devido à vasta aplicação de suas estruturas vegetativas na área de alimentos, pode-se identificar sua relevância no cenário atual brasileiro, contribuindo tanto para a nutrição de populações de regiões específicas quanto para a economia do nosso país.

A *Moringa* representa uma fonte potencial para benefício humano, cujas vantagens nutricionais e medicinais são inúmeras, como auxílio no tratamento de diabetes [3] e câncer [4], atividade terapêutica sobre doenças hepáticas [5], proteção da saúde dos rins [6], como suplemento em casos de anemia [7], inibidora natural do crescimento de microrganismos [8], reguladora de colesterol no sangue [9], atividade antioxidante e antiestresse [10], entre outras.

Dentre as 13 espécies conhecidas, a *Moringa oleifera* Lam. é a mais estudada no cenário mundial, incluindo-se entre as culturas de árvores economicamente mais importantes, especialmente nos países em desenvolvimento. Vários fatores contribuem para este amplo interesse, como o seu fácil cultivo em uma diversidade de condições climáticas e geográficas, seus altos rendimentos de produção, os usos polivalentes de todas as suas estruturas vegetativas (folhas, flores, vagens imaturas, sementes, etc.), com relevância nutricional para humanos e animais, uso tradicional para fins medicinais e até mesmo para purificação de água [11]. Adicionalmente a árvore da *Moringa* é cultivada em sistemas agroflorestais.

As folhas da árvore de *Moringa* são ricas em proteínas, minerais, β -caroteno e compostos antioxidantes. Os frutos da *Moringa* apresentam-se na forma de cápsulas piramidais arredondadas. O fruto é considerado grande e alcança até 90 cm de comprimento e 12 mm de largura, contendo no seu interior sementes negras e aladas. As sementes de *M. oleifera* contêm no endocarpo uma quantidade significativa de óleo (até 40%) com uma composição de ácidos graxos de alta qualidade, na qual predomina o ácido oleico (C18:1 > 70%). Devido a elevada estabilidade do ácido oleico, o óleo apresenta uma alta resistência à degradação oxidativa [12].

O óleo é conhecido comercialmente como “Ben oil” ou “Behen oil”, e é recomendado por alguns autores como um bom substituto para o azeite de oliva na dieta humana. No entanto, esta afirmação tem por base apenas a semelhança na composição em ácidos graxos e não pode ser considerada correta. Estes óleos diferem significativamente tanto na composição da matéria insaponificável quanto na composição volátil, principais responsáveis pelo aroma e sabor do óleo de oliva.

O óleo de moringa, como todo óleo rico em ácidos graxos monoinsaturados, é também indicado para aplicações não alimentícias, como produção de biodiesel, fabricação de cosméticos e como lubrificante para maquinários finos (de precisão). Além disso, após a extração do óleo da semente, a torta, subproduto do processo, pode ser usada no tratamento de águas residuais como um coagulante natural [13] ou como um fertilizante orgânico para melhorar a produtividade agrícola [14].

Recentemente, tortas desengorduradas obtidas após prensagem de sementes oleaginosas, em particular da semente de uva, vem sendo testadas com sucesso para a extração de antioxidantes naturais e carboidratos [15]. A semente de moringa tem sido considerada em diversas publicações como fonte de óleo comestível, porém são escassos os estudos acerca da composição dos compostos polares, com atividade antioxidante, que permanecem na torta após a extração do óleo.

Dessa forma, dada a crescente demanda dos óleos comestíveis e de antioxidantes naturais por diversos setores da indústria e, em particular, para a formulação de alimentos e fitoterápicos, este trabalho fundamenta-se no levantamento da literatura científica sobre as diversas propriedades e aplicações das estruturas vegetativas da moringa, já relatadas e/ou comprovadas na literatura científica, de forma a conduzir uma prospecção tecnológica para identificar novos benefícios e futuras aplicações na indústria de alimentos e na oleoquímica. Além disso, por meio da técnica de Ressonância Magnética Nuclear, pretende-se avaliar a composição química do óleo obtido por prensagem, assim como da torta da semente de moringa, contribuindo para a identificação de compostos presentes e a regioseletividade da cadeia de ácido oleico nas posições 1(3) e 2 no esqueleto do glicerol.

2. Objetivos

2.1. Gerais

Por meio de levantamento bibliográfico, complementado com análises químicas por Ressonância Magnética Nuclear, avaliar as principais características para futuras aplicações das estruturas vegetativas da *Árvore de Moringa oleífera*, especificamente a amêndoa, casca, torta desengordurada, extrato hidro-etanólico da torta e óleo.

2.2. Específicos

Especificamente, i- executar o processo de extração por prensagem de sementes a fim de se obter o óleo virgem e a amêndoa de *Moringa oleífera*; ii- obter a fração de compostos polares presentes na torta por extração sólido-líquido usando uma solução etanol/água como solvente em condições operacionais previamente reportadas na literatura; iii- utilizar a técnica de RMN em solução para analisar o óleo extraído, bem como o extrato hidro-etanólico da torta resultante do processo de prensagem; iv- utilizar a técnica de RMN de sólidos para obter o perfil das amêndoas, torta desengordurada e farelo.

3. Metodologia

3.1. Levantamento de Dados da Literatura: Prospecção

A pesquisa de informações tecnológicas sobre a Moringa foi realizada com auxílio da página da intranet da UFRJ. Por meio do portal de Periódicos CAPES/MEC, foi acessada o Web of Science, base de periódicos que permite recuperar trabalhos científicos completos e/ou resumos em todas as áreas do conhecimento e inclui aproximadamente 12.000 periódicos [16]. Nessa base de pesquisa, foram feitas buscas de referências no intervalo de publicação entre os anos de 1945 e 2019, sem outros filtros, utilizando-se as combinações de palavras-chave conforme mostrado na Tabela 3.1.

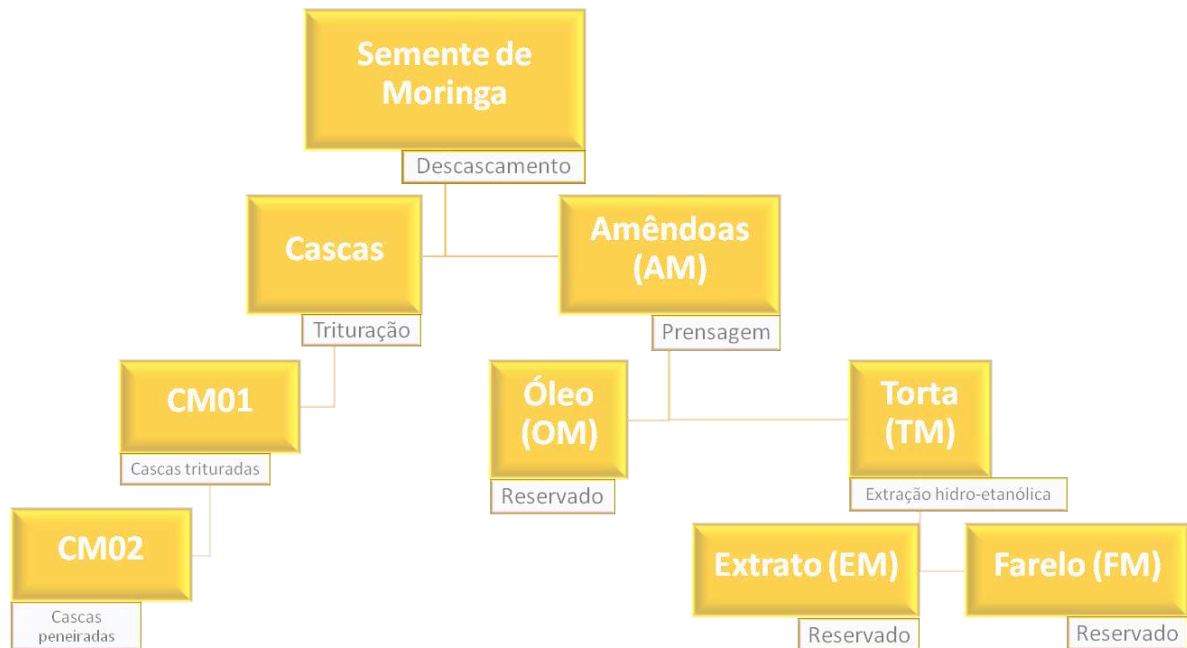
Tabela 3.1 – Combinações de palavras-chave utilizadas na busca de dados da Moringa na literatura científica. Busca realizada na base de periódicos “Web of Science”.

Palavras-chave	Número de Publicações encontradas
▪ Moringa&oil no título	135
▪ Moringa&seed no título&food em todos os campos	97
▪ Moringa&NMR no título	2
▪ Moringa&RMN no título	0
▪ Moringa&lipid no título	21
▪ Moringa&lipid no título&NMR no texto	0
▪ Moringa&oil no título&NMR no texto	6
▪ Moringa&óleo no título	135
▪ Moringa&characterization no título	64

Dentre as publicações encontradas, foram selecionadas aquelas cujo tema se relacionava a alimentos (de forma direta, com a Moringa e suas partes sendo a fonte nutricional, ou indiretamente, com a Moringa e suas partes de forma a contribuir para a produção de alimentos) e/ou nutrição, assim como as que apontavam utilidades medicinais, processos de extração de óleo das sementes e análises químicas, levando a um total de 95 publicações.

3.2. Processamento da Semente de Moringa

O processamento das sementes foi realizado ordenadamente conforme o diagrama de blocos abaixo.



3.2.1. Descascamento e obtenção da semente prensada

Os experimentos foram realizados utilizando-se sementes de Moringa oleífera cedidas pelo Departamento de Tecnologia de Alimentos (DTA) da Universidade Federal de Sergipe (UFS).

Inicialmente, as sementes com a casca e película de celulose foram pesadas em um bécher de vidro de 1000 mL de forma a se obter uma massa de amostra igual a 100,0 g. A seguir as sementes foram processadas em prensa contínua do tipo parafuso sem fim (Oekotec - Germany, model CA59G) de duas formas:

- i. Descascamento das sementes: Neste caso, a prensagem foi conduzida na temperatura ambiente (21 ± 1 °C) e sem orifício redutor na saída do cilindro. Após esta etapa, foi conduzida a separação completa das cascas e películas usando-se uma corrente de ar comprimido seguida de uma separação manual, resultando nas sementes de moringa sem casca (amêndoas).

- ii. Prensagem das amêndoas: Neste caso, a prensagem foi conduzida na temperatura ambiente ($21 \pm 1 \text{ }^\circ\text{C}$) com redutor de 0,5 cm na saída do canhão. A torta desengordurada e o óleo foram pesados e armazenadas para posterior análise.

As cascas foram trituradas utilizando-se o triturador IKA A11 basi (Figura 3.1 A) e, em seguida, peneiradas utilizando-se a peneira BERTEL 35 Mesh Tyler (Figura 3.1 B). As amostras foram reservadas para caracterização por meio da técnica de Ressonância Magnética Nuclear de sólidos.

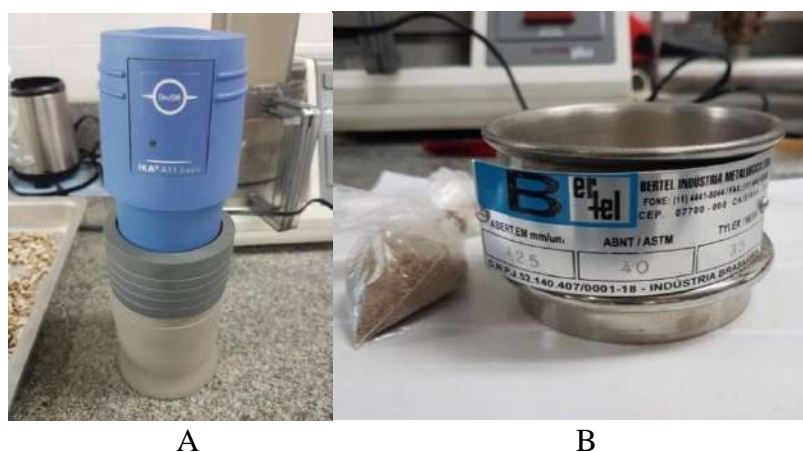


Figura 3.1 – A) Triturador IKA A11 basi e B) peneira BERTEL 35 Mesh Tyler; Fonte: Autoria própria.

Experimentos preliminares: Inicialmente, a prensagem das sementes de moringa após descascamento (amêndoas) foi conduzida na temperatura ambiente ($21 \pm 1 \text{ }^\circ\text{C}$). A torta obtida neste primeiro ciclo foi, a seguir, submetida a um segundo ciclo de prensagem. Nesta etapa, o rendimento de extração do óleo foi muito baixo tanto na primeira quanto na segunda prensagem. Para favorecer a separação do óleo, fez-se necessário avaliar o teor de umidade das amêndoas, a fim de se ajustar este valor para cerca de 12%, teor de umidade recomendado para viabilizar tecnicamente o processo de extração de lipídeos a partir de sementes oleaginosas, conforme dados já reportados na literatura [17].

3.2.2. Avaliação do teor de umidade das amêndoas

A análise do teor de umidade foi realizada em triplicata, as amêndoas foram armazenadas em pesa-filtros de vidro com tampa esmerilhada, apoiados em vidros de relógio. Utilizando-se balança de precisão até a quarta casa decimal, com o auxílio de uma pinça e espátulas metálicas, os vidros de relógio foram pesados inicialmente. Em seguida, sobre cada vidro de relógio foi apoiado um pesa-filtro e sua tampa. A seguir, para cada medida, a balança foi

tarada de forma a pesar uma massa de amostra (inserida no pesa-filtro) equivalente a aproximadamente 0,5 g.

As amostras, com auxílio de pinça metálica e sem qualquer contato direto com as mãos, foram levadas à estufa com controle de temperatura ajustado para 105 °C. A cada retirada e recolocação das amostras na estufa ou no dessecador, o manuseio foi feito com auxílio de pinça metálica. Em todos os momentos em que as amostras estiveram fora da estufa, para pesagem ou armazenagem no dessecador, seus respectivos pesa-filtros foram vedados.

3.2.3. Prensagem das amêndoas após umidificação seguida da extração hidroetanólica

As amêndoas apresentaram teor de umidade inferior ao valor recomendado na literatura (entre 10 e 15%). Após o ajuste da umidade, a amostra foi novamente submetida ao processo de prensagem. A torta desengordurada (T01), resultante desta etapa de prensagem, foi armazenada a frio para posterior extração de compostos minoritários bioativos. O extrato obtido foi centrifugado a 14000 rotações por minuto para separação do óleo de partículas sólidas.

Após prensagens consecutivas, a torta desengordurada (T01) adquiriu um aspecto de um sólido seco e parcialmente elástico. Neste caso, visando aumentar a área de contato e viabilizar a extração dos biocompostos, a torta foi triturada para obtenção de partículas com tamanho inferior a 1 mm). A seguir, a torta moída (T02) foi processada por extração sólido-líquido para separação de biocompostos usando-se como solvente uma solução etanol/água 90:10 (m/m).

O processo de extração dos biocompostos foi conduzido de acordo com metodologia desenvolvida por Freitas et al. [15]. Em um erlenmeyer de 250 mL, foram adicionados 15 g da amostra, 40 g de etanol anidro e 4 g de água destilada. A mistura foi colocada em banho-maria a 45 °C, com agitação orbital, por 30 minutos. O extrato hidroetanólico foi filtrado a vácuo, utilizando-se papel de filtro. Este extrato foi seco com corrente de ar frio (21 °C) para evitar degradação de biocompostos até que se obtivesse um produto gelatinoso, o qual foi armazenado para posterior análise. A torta de filtração (farelo de Moringa - FM) foi também reservada para análises futuras por Ressonância Magnética Nuclear de sólidos.

3.2.4. Caracterização por Ressonância Magnética Nuclear (RMN)

A técnica de caracterização por RMN foi aplicada para a análise dos materiais de partida, óleo e co-produtos obtidos a partir da semente de Moringa: óleo (OM), casca triturada (CTM),

torta desengordurada (TM), e biocompostos extraídos a partir da torta moída usando-se solução hidro-etanólica (EM).

A caracterização do óleo foi realizada por meio dos espectros RMN de ^1H e RMN de ^{13}C em solução, nas frequências de operação de 500 MHz (^1H) e 125 MHz (^{13}C), em um espectrômetro modelo AV500 BRUKER NB (11,7 Tesla). Aproximadamente 4 mg de amostra foi diluída em cerca de 0,6 mL de clorofórmio deuterado (CDCl_3), contendo TMS (0,0 ppm). A caracterização da fração polar, solúvel em solução etanol:água, foi feita dissolvendo-se a amostra em DMSO-d_6 + TMS (0,0 ppm), nas mesmas condições experimentais. As condições utilizadas permitiram obter espectros quantitativos, de forma que as áreas dos sinais dos diferentes tipos de hidrogênio e de carbono-13 pudessem ser correlacionadas com a quantidade de compostos saturados e insaturados presentes.

As análises por RMN de sólidos das amêndoas, cascas, torta e farelo, observando-se o ^{13}C , foram executadas em um espectrômetro BRUKER, modelo Avance III 400 WB (9,4 T). Para todas as análises de RMN de sólidos foram utilizados rotores de zircônia de 4 mm de diâmetro comum. Os deslocamentos químicos dos espectros de ^{13}C foram referenciados pelo sinal do adamantano, em CH_2 (28,46 ppm).

4. Resultados e Discussão

4.1. Levantamento Bibliográfico - Prospecção

A distribuição dos artigos selecionados como referência para a elaboração deste trabalho, por ano de publicação, foi realizada com auxílio da base *Web of Science* e por pesquisa livre, como pode ser observada no Gráfico da Figura 4.1. Pode-se observar que a maior parte das publicações pertinentes ao estudo da Moringa, suas partes vegetativas e tópicos relacionados à suas possíveis aplicações na área de alimentos são recentes; cerca de 56% foram publicadas entre 2014 e 2018.

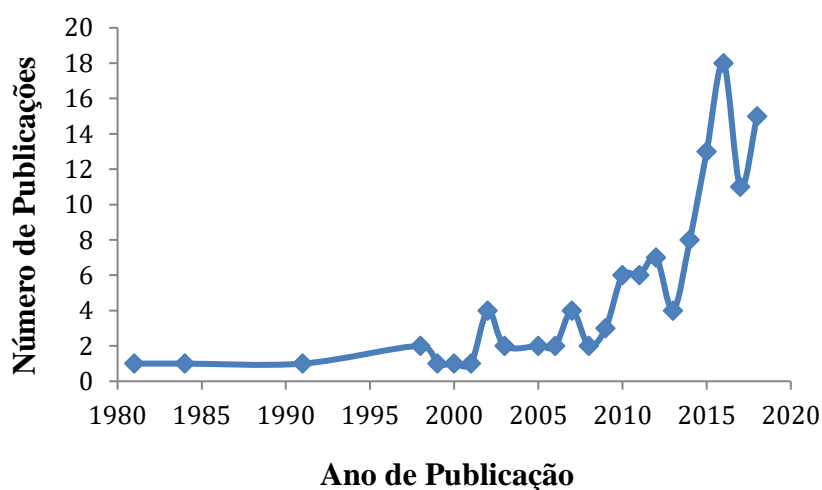


Figura 4.1 – Número de trabalhos científicos publicados que relacionam a Moringa com a área de alimentos, por ano de publicação, selecionados como referência bibliográfica para este trabalho. Fonte: Autoria própria.

Nas últimas décadas, uma ampla evidência científica apoiando os benefícios à saúde, tradicionalmente atribuídos à moringa, foi consolidada. Além disso, foram identificados muitos constituintes bioativos presentes nesta cultivar. O fato de esses estudos envolverem pesquisadores de diferentes áreas e regiões geográficas do mundo indica um interesse considerável no uso da *M. oleifera* para diversas aplicações de interesse industrial [18].

4.1.1. *Moringa oleifera*

A *Moringa oleifera* Lam. (sinônimo: *Moringa pterygosperma* Gaertn.) (*M. oleifera*) é conhecida em 82 países por 210 nomes diferentes [19]. É um dos membros extensivamente cultivados e altamente valorizados de Moringaceae, uma família monogenérica, composta por treze arbustos perenes e árvores angiospermas [20–22]. A *Moringa* é endêmica do sopé do

Himalaia, no Paquistão, Afeganistão, Bangladesh e Índia, e é cultivada em diversas regiões dos trópicos e a altura da árvore varia entre 5 m e 10 m. Pode se adaptar bem nos trópicos úmidos ou terras quentes e secas, sobrevive a solos pobres e é pouco afetada pela seca [23]. Ela tolera uma ampla faixa de chuvas, com necessidades mínimas anuais de precipitação estimadas em 250 mm e máxima em mais de 3000 mm [24].

Por ser uma árvore de coníferas, a árvore de Moringa produz madeira de baixa qualidade (madeira macia), mas é conhecida por possuir várias aplicações, tradicionais e medicinais [25]. Os principais usos desta madeira estão relatados em diversos trabalhos na literatura [8,13,19,26,27]:

- Adubo (torta de sementes)
- Adubo verde (folhas)
- Corante azul (madeira)
- Agente de limpeza doméstico (folhas trituradas)
- Ração animal (folhas e torta de sementes)
- Nutriente foliar (suco expresso das folhas)
- Goma (troncos de árvores)
- Biogás (folhas)
- Plantas ornamentais
- Mel (néctar de flores)
- Purificador de água (sementes em pó)
- Tratamento de água (sementes de moringa secas, com e sem casca)
- Efeito anti-inflamatório (extrato etanólico das sementes)
- Efeito antibacteriana (suco de folhas)
- Atividade antioxidante (extratos das folhas)

Devido às suas características nutricionais e funcionais, as plantas de Moringa têm potencial para serem utilizadas em diversos processos e formulações na indústria de alimentos, pois seus compostos bioativos têm demonstrado vantagens tecnológicas seguras no desenvolvimento de alimentos. Na Tabela 2.1 podem ser vistos exemplos de como as partes vegetativas da Moringa têm sido usadas na produção de alimentos.

A farinha de folha de Moringa crua, por exemplo, devido à sua alta capacidade de absorção de óleo, pode ser usada em formulações de alimentos para panificação. Por outro

lado, a farinha de folha de Moringa, pré-tratada com álcali (como solução de óxido de cálcio, por exemplo), pode ser mais adequada para elaborar produtos com baixo teor de gordura [28].

Tabela 4.1 – Aplicações funcionais da Moringa oleífera em alimentos. Fonte: [29].

Alimento	Estrutura Vegetal	Concentração com melhores resultados (g/100 g*)	Vantagem Funcional	Componentes bioativos relacionados
Biscoitos	Sementes	10 - 20	Melhora propriedades nutricionais com características reológicas e sensoriais aceitáveis	Proteínas e minerais
Bolachas de arroz	Folhas	2	Tem boa aceitabilidade sensorial	Não Identificado
Pão	Folhas	5	Melhora composição nutricional	Proteínas, fibras e minerais
Biscoitos	Folhas	10 - 20	Qualidades sensoriais aceitáveis	Não Identificado
Bife cru em atmosfera modificada	Folhas	0,3 **	Provê estabilização da cor e previne oxidação lipídica em bife cru	Compostos fenólicos
Lanche (pronto para comer)	Folhas	20	Proporciona queda em fatores antinutricionais	Compostos fenólicos, saponinas e ácido fítico
Pó de sopa de vegetais	Folhas	8,5 [#]	Melhora a qualidade nutricional e tem longa vida de prateleira	Proteínas, fibras, vitamina D e C, e minerais
Pão	Sementes	5	Melhora qualidade nutricional e mantém atributos sensoriais	Proteínas, fibras, vitaminas e minerais

* Farinha para preparo do alimento

** Expresso como g/L de extrato de folha de Moringa

Expresso como g/ 100 de produto final

As folhas de Moringa *oleifera* contêm também várias substâncias bioativas como compostos fenólicos, que, dentre diversas utilizações, podem prevenir a oxidação lipídica em carne crua embalada em atmosfera modificada [30]. Assim, não só há o benefício da ingestão desses compostos bioativos, mas também o de aumentar a vida de prateleira de determinados alimentos.

O uso de folhas secas de Moringa (cerca de 10%) em formulações de biscoito foi reportado por aumentar significativamente os teores de proteína, ferro, cálcio e β -caroteno, ao mesmo tempo que manteve qualidades sensoriais como cor, textura, sensação na boca e sabor [31]. Além disso, o pó de sementes de Moringa, quando adicionada à formulação de alimentos, como pão, por exemplo, aumenta não só a quantidade de minerais, mas também de vitamina A [32], de forma que seu uso como ingrediente pode levar à produção de um alimento fortificado e funcional.

Em relação à preservação contra contaminação microbiana, a Moringa foi identificada como uma planta que poderia ser fonte de novos compostos antibióticos, pois seus extratos aquosos mostraram atividade antimicrobiana contra bactérias, fungos e leveduras em diferentes concentrações [29]. Estes extratos têm maior atividade antibacteriana contra cepas bacterianas Gram-negativas do que contra cepas bacterianas Gram-positivas, o que sugere seu uso potencial para inibir o crescimento e formação de bactérias patogênicas e manter a qualidade microbiana de diversos produtos alimentícios [33]. Além disso, uma proteína de baixa massa molecular e termoestável, extraída das sementes de Moringa, tem sido relatada na biotecnologia agrícola como um candidato para o desenvolvimento de culturas transgênicas com propriedades antifúngicas [34].

Vários estudos recentes mostraram grandes quantidades de compostos bioativos nas diferentes partes vegetativas da Moringa, como mostrado na Tabela 4.2. Pode-se observar a presença de compostos fenólicos, carboidratos, óleos e ácidos graxos, além de proteínas e peptídeos bioativos.

Há uma variedade de técnicas relacionadas à cromatografia gasosa e líquida, bem como espectrometria de infravermelho e de massa para a separação adequada e identificação de diferentes classes de compostos bioativos, como a espectroscopia FT-IR (Fourier Transform Infrared) [29].

Atualmente, a cromatografia líquida acoplada à espectrofotometria de massas (LC-MS) tem sido aplicada com sucesso na análise de diversos materiais vegetais, incluindo plantas de Moringa e produtos derivados. Pode-se assim caracterizar um grande número de compostos naturais, como álcoois, compostos fenólicos, ácidos orgânicos e aminoácidos [28,35–39]. Esta técnica é considerada uma alternativa atraente para a identificação de vários compostos bioativos uma vez que, por meio dela, é possível a discriminação entre compostos isoméricos [39].

Tabela 4.2– Compostos bioativos de diferentes estruturas vegetativas da *Moringa oleifera*, métodos de extração e rendimentos registrados. Fonte: [29].

Compostos	Parte da <i>Moringa oleifera</i>	Rendimeto	Método de Extração	Atividade Funcional/ Aplicação	Solvente
Compostos Fenólicos	Caule, folhas e raízes	NI	Maceração	Antioxidante	Água
	Folhas	5,3 a 47 mg GAE/g dw a depender da mistura do solvente	Extração assistida por Ultrassom	Propriedades antioxidantes e antiinflamatórias	Etanol, Metanol e acetona
	Folhas	20,3 a 62,4 GAE/g dw a depender da fração analisada	Fluido Supercrítico	Atividade antioxidante	CO ₂ ; CO ₂ /Etanol/Água quente
	Folhas	77 a 197 mg/g a depender dos cultivares	Agitação/ Infusão	Potencial antioxidante	Hidrometanólico (70%)
	Folhas	2,7 a 15,2 mg GAE/g dw a depender da razão sólido:líquido	Extração Assistida por Microondas	Atividade antioxidante	Água
Carboidratos	Caule	NI	Mecânico (injúria em partes do caule)	Uso potencial na liberação de medicamentos	NI
	Sementes	6,5 g/ 100 g dw	Digestão enzimática e precipitação	Efeitos imunomoduladores	NI
	Folhas, vagens, caule e semente	8,1; 10,4; 18,5 e 27,5 g / 100 g dw respectivamente	AOAC	Melhoria da dieta humana	NI
	Folhas	2,9/100 g	Extração Assistida por Microondas	Atividade hipoglicêmica	Água
Proteínas	Sementes	10 mg/ mL	Solubilização por agitação	Atividade de coagulação	Tampão fosfato de sódio 25 mM, pH 7,5
	Sementes	22 g/100 g ww	Solubilização por agitação	Atividade antimicrobiana	Água deionizada
	Sementes	10,9 mg/g dw	Solubilização por agitação	Atividade antifúngica	Tampão TrisHCl
	Folhas	22,2 a 31,4 g/ 100 dw a depender do cultivar	Solubilização por agitação	Atividade antioxidante enzimática	Tampão Fosfato 50 mM pH 7,8
Óleos	Sementes (apenas grão, sem casca)	29 a 40,7 g/ 100 g dw a depender do tamanho do grão	Extração por solvente	NI	Hexano
	Sementes	11,4 a 28,6 g/ 100 g ww a depender das condições de processamento	Mecânica (pressão)	NI	NI
	Sementes	11,8 a 41 g/ 100 g dw a depender da razão sólido:líquido	Método de Soxhlet	Alternativa saudável aos óleos vegetais parcialmente hidrogenados	Clorofórmio: Metanol (3:1)

NI = Não Identificado

dw = peso seco

ww = peso úmido

A técnica de ressonância magnética nuclear, embora seja amplamente empregada na caracterização de compostos orgânicos, não foi ainda explorada para a análise de compostos bioativos da Moringa. Apenas um trabalho [40], publicado em 2002 foi recuperado, o qual utilizou a técnica de RMN de ^{13}C em solução para analisar o óleo de Moringa.

4.1.2. Semente de Moringa oleífera

As sementes de Moringa *oleifera* são globulares com cerca de 1 cm de diâmetro e três asas produzidas na base da casca da semente até o ápice com 2 a 2,5 cm de comprimento, 0,4 a 0,7 cm de largura. A semente sem casca é responsável por cerca de 65% do peso total, equivalente a 0,3 g [11].

O óleo é o principal componente da semente e representa cerca de 40% do peso da amêndoa (semente sem casca). Além do óleo, a semente tem alto teor de proteína, enquanto os teores de carboidratos, fibras, umidade e cinzas estão presentes em quantidades menores, como mostrado na Tabela 4.3 [12].

Tabela 4.3 – Composição química da semente de Moringa *oleifera* (g por 100 g em peso seco). Fonte: [12].

Nutrientes	Sementes de Moringa <i>oleifera</i>		
	Média	Desvio Padrão	Faixa
Gordura	36,7	2,8	(34,7 - 40,4)
Proteínas	31,4	1,3	(29,4 - 33,3)
Carboidratos	18,4	1,4	(16,5 - 19,8)
Fibras	7,3	0,5	(6,8 - 8,0)
Cinzas	6,2	0,9	(4,4 - 6,9)
Umidade	7,0	1,2	(5,7 - 8,9)

As sementes de Moringa *oleifera*, após extração do óleo, podem servir como uma fonte econômica de proteína, para uso como suplemento alimentar. Dados reportados na literatura confirmaram a alta digestibilidade de sua proteína (cerca de 93%) [41]. As sementes de M. *oleifera* também apresentam alto teor dos aminoácidos metionina e cisteína, próximo ao relatado para leite e ovos [42].

Um exemplo do uso de sementes de Moringa na indústria de alimentos é seu potencial para substituir a farinha de trigo na produção de pão. Embora o uso de folha de moringa em pó para fortificação de alimentos tenha sido relatado por muitos estudos, o teor de proteína, gordura e mineral (especialmente magnésio) da semente de moringa é significativamente maior do que o da folha de moringa [43]. Assim, a fortificação da farinha de trigo com pó de sementes de moringa poderia melhorar expressivamente a qualidade nutricional da farinha composta de trigo-moringa [32].

Em relação às condições de armazenamento de sementes e seus usos industriais, a umidade e temperatura são os principais fatores termodinâmicos que afetam a viabilidade. De acordo com a literatura [44], na indústria, as sementes de Moringa podem ser armazenadas por até 24 meses, a 20°C, em recipientes vedados se o teor de umidade for reduzido ou mantido para menos de 8%. Mas, se o teor de umidade for reduzido para 4%, as sementes podem ser armazenadas pelo mesmo tempo a uma temperatura de até 30°C, o que poderia significar redução de consumo de energia e aumentar a viabilidade econômica de seu uso industrial.

As principais aplicações para semente de Moringa, relatadas na literatura, estão descritas a seguir:

- Clarificar águas superficiais: A suspensão do pó de sementes poderia clarificar diferentes tipos de águas superficiais com baixa, média e alta turbidez para a qualidade da água da torneira, dentro de uma a duas horas. Essa prática foi introduzida para os nativos que vivem em áreas rurais do Nordeste do Brasil onde a água potável de boa qualidade é escassa [42].
- Biossorvente para remoção de íons metálicos de efluentes aquosos: As sementes de *Moringa oleifera* funcionam como um sorvente alternativo para remoção de íons metálicos de efluentes aquosos, uma vez que o procedimento é simples, economicamente acessível e contribui para minimizar os impactos ambientais [45].
- Fertilizante: A torta de sementes, remanescente da extração de óleo, pode ser usado como fertilizante [46].
- Alimentação animal e produção de biocompósitos: A casca da semente de Moringa é um excelente constituinte para alimentação animal. Além disso, ela tem aplicação industrial na produção de biocompósitos, devido à sua leveza [47].
- Agente espessante natural para a indústria de alimentos: Extratos de sementes de moringa podem atuar como agentes espessantes em produtos como o iogurte [48].

- Coagulação de corantes reativos em efluentes Têxteis: o uso dos resíduos de extração de óleo de sementes de *Moringa oleífera* poderia ser aplicado na eliminação de corantes de forma a reduzir o impacto ambiental de efluentes têxteis [49].
- Controle de doenças em vegetais: É possível extrair das sementes de *Moringa oleífera* uma proteína denominada Mo-CBP3, que apresenta atividade antifúngica contra fungos fitopatogênicos que atacam plantas de culturas economicamente importantes [34].

4.1.3. Óleo da Semente de Moringa

As amêndoas de sementes de *Moringa oleífera* contêm cerca de 40% de óleo destacando-se o ácido oleico como o principal ácido graxo (até 78%) [50]. Este óleo, que tem composição em ácidos graxos semelhante ao azeite de oliva, tem recebido grande atenção devido à sua alta estabilidade oxidativa e consumo relacionado à redução do risco de doenças cardiovasculares [51]. Também se tornou popular por ser adequado tanto para aplicações em alimentos (como óleo de cozinha), quanto em não comestíveis (cosméticos e biodiesel) [51].

Da mesma forma, o óleo de *Moringa* é potencialmente uma nova fonte para a produção de óleo vegetal rico em ácido oleico [52]. Estudos recentes mostraram que o óleo de *Moringa* exibiu melhor desempenho durante o aquecimento e fritura se comparado a alguns óleos convencionais, como óleo de canola, palma e soja, devido à sua elevada estabilidade oxidativa [53].

Quanto à composição do óleo de *Moringa* em ácidos graxos, destaca-se uma clara dominância de ácidos graxos mono-insaturados, como oléico, palmitoleico e eicosenoico. Os ácidos graxos saturados estão presente em menores proporções, sendo os ácidos palmítico, araquídico e behênico os mais representativos; já ácidos graxos poli-insaturados foram detectados em baixíssimas concentrações [11].

Na Tabela 4.4 é mostrado dados comparativos entre as composições de óleos extraídos das sementes das principais espécies de *Moringa*; *oleífera*, *peregrina* e *stenopetala*. No óleo das sementes de *M. oleífera*, *M. peregrina* e *M. stenopetala* a proporção de ácido oleico variou, respectivamente, de 66,5% a 81,7%, de 65,4% a 80,0% e de 63,0% a 76,0%, constatando-se que todos apresentam elevado teor do principal ácido graxo monoinsaturado (C18:1).

As espécies de *moringa* são também caracterizadas por altos níveis de ácido beênico (C22:0), sendo *M. oleífera* a espécie mais rica (2,9 a 8,1%) contra 2,7 a 7,8% em *M.*

peregrina e 5,6 a 6,1% em *M. stenopetala* [35,46,54,55]. Estas quantidades elevadas de ácido beênico são responsáveis pela denominação genérica de *M. oleifera* “Ben-oil tree” [54].

Os óleos de moringa geralmente têm baixo teor de ácidos graxos livres (AGL da ordem de 2%), tornando a etapa de neutralização química desnecessária. Isto ocorre devido, provavelmente, a ausência de lípases no fruto. No entanto, devido à presença de quantidades elevadas de fosfolipídios (gomas no jargão comercial), geralmente há necessidade de degomagem [11].

Tabela 4.4 – Componentes principais do óleo de sementes das espécies mais conhecidas de Moringa. Fonte: [11].

Parâmetro (g/100 g)	<i>M. oleifera</i>	<i>M. peregrina</i>	<i>M. stenopetala</i>	<i>M. concanensis</i>
(16:0) Ácido Palmítico	5,3 - 10,5	5,4 - 12,4	6,0 - 6,2	9,7 - 11,0
(16:1) Ácido Palmitoleico	0,4 - 5,7	0,5 - 3,7	1,0 - 1,3	0,0 - 2,4
(18:0) Ácido Esteárico	2,9 - 11,9	3,5 - 7,0	4,0 - 7,1	3,6
(18:1) Ácido Oleico	66,5 - 81,7	65,4 - 80	63,0 - 76,4	67,3 - 83,8
(18:2) Ácido Linoleico	0,3 - 1,0	0,3 - 0,7	0,0 - 0,7	0,8 - 1,8
(18:3) Ácido Linolênico	0,01 - 0,2	0,01 - 0,2	0,1 - 0,2	-
(20:0) Ácido Araquídico	1,7 - 5,5	2,1 - 4,4	2,3 - 3,8	3,3 - 3,6
(20:1) Ácido Eicosenóico	0,1 - 3,2	0,1 - 2,4	0,8 - 2,0	1,7 - 1,8
(22:0) Ácido Beênico	2,9 - 8,1	2,4 - 7,8	5,3 - 6,1	7,0 - 7,6
(22:1) Ácido Erúico	0,02 - 0,2	0,01 - 0,1	0,6	-
(24:0) Ácido Tetracosanoico	0,4 - 1,8	0,5 - 1,5	-	-
(26:0) Ácido Hexacosanóico	0,0 - 1,2	-	1,4 - 1,6	-
Esteróis (g/100 g de óleo)	0,25 - 0,56	0,21	0,10 - 0,58	-
Vitamina E (mg/100 g)	9,0 - 28,7	20,0 - 26,9	20,2 - 22,4	11,5
Estabilidade oxidativa em RANCIMAT ¹ (h a 110 °C)	8 - 60	8 - 30	12 - 36	9 - 11

¹Estabilidade expressa em tempo de indução, que é o período necessário para iniciar a auto-oxidação do óleo quando submetido a uma corrente de ar a 110 °C.

O óleo de semente de *M. oleifera* também é rico em fitoesteróis (entre 0,2 e 0,6 g/100 g de óleo), dentre os quais β -sitosterol, estigmasterol, campesterol e -5-avenalsterol estão presentes em maior proporção [56].

A quantidade de vitamina E é variável, pois depende do método e condição de extração, mas é consistentemente dominada pela presença do α -tocoferol, bastante importante para a manutenção da saúde humana. Em conjunto, a composição do óleo é responsável por sua alta resistência à oxidação, descrita como sendo maior que a do azeite [57].

A potencial qualidade nutricional do óleo de *M. oleifera*, conforme encontrado na literatura, foi avaliada comparativamente entre o óleo bruto e o óleo degomado. Os resultados, além de mostrarem eficiência alimentar similar a outros óleos, não apontam diferenças significativas entre os óleos bruto e degomado [58].

4.1.4. Compostos Fenólicos

Recentemente, devido às mudanças no estilo de vida, dieta e maior consumo de alimentos e bebidas processados, a incidência de doenças crônicas tem aumentado [59]. Na literatura, tem sido relatado que os radicais livres desempenham um papel importante na patogênese [60]. O alto nível de oxidantes no corpo humano resulta em estresse oxidativo, que é a causa de muitas doenças degenerativas como câncer, distúrbios neurológicos, Alzheimer, doenças cardiovasculares e pulmonares, entre outras [61].

Os principais componentes celulares como carboidratos, proteínas (desnaturação), lipídios (oxidação de ácidos graxos insaturados nas membranas), ácidos nucleicos, etc. são suscetíveis a danos por radicais livres, subprodutos do metabolismo aeróbico normal, bem como reações metabólicas com drogas, medicamentos, toxinas e outros [62].

Os polifenóis da dieta alimentar têm mostrado um papel importante na saúde humana. São antioxidantes naturais presentes nas plantas, que conferem proteção contra os radicais livres quando consumidos e são importantes na manutenção da boa saúde [59]. A alta ingestão de frutas, verduras e grãos integrais, que são ricos em polifenóis, estão relacionados à redução dos riscos de muitas doenças crônicas e degenerativas [59].

Os antioxidantes fenólicos, um grupo específico de metabólitos secundários, desempenham um papel muito importante na proteção dos organismos contra os efeitos nocivos dos radicais de oxigênio e outras espécies altamente reativas de oxigênio [60].

Devido aos efeitos preventivos dos metabólitos secundários das plantas nas doenças crônicas [63], a extração e identificação destes compostos tornam-se muito importantes. A

extração de constituintes bioativos e sua aplicação estão crescendo e são consideradas um campo de grande interesse para a pesquisa, devido aos seus potenciais efeitos preventivos sobre doenças crônicas e também sobre fatores relacionados ao envelhecimento [60].

Antioxidantes de plantas são compostos químicos como polifenóis, vitaminas e ácidos graxos que podem reagir com espécies de radicais livres (espécies reativas de oxigênio e nitrogênio) e estabilizá-los. A *Moringa oleifera* é uma das plantas que são comumente consumidas por muitos africanos e asiáticos por possuir alto teor de antioxidantes [61].

Os extratos polares das sementes (maduras) de *Moringa oleifera* possuem atividade antioxidante significativa devido ao seu conteúdo de compostos fenólicos e não fenólicos [61]. Investigações fitoquímicas qualitativas de extratos de sementes de *Moringa oleifera* demonstraram a presença de uma série de constituintes químicos ativos, incluindo alcalóides, flavonóides, glicosídeos, taninos e terpenóides (Tabela 4.5). A maioria dos princípios ativos relatados possuem atividade farmacológica [26].

Tabela 4.5 – Lista dos principais constituintes fitoquímicos das sementes da *Moringa oleifera*. Fonte: [26].

Princípios ativos isolados/relatados a partir do extrato de semente de <i>Moringa oleifera</i>	Atividade relatada
Alcalóide: Moringine	Relaxa brônquios
Flavonóides: tocoferóis, vitamina C, polifenóis	Antioxidante
Glicosídeos: Benzilisotiocianato (um glicosídeo de óleo de mostarda) e derivados: 4 (4'-acetil-L-ramnosiloxi) -benzoisotiocianato,	Anti-inflamatório para uso Externo/ propriedades calmantes
4 [α -L-ramnosiloxi], fenilacetoneitrilo, 4-hidroxiifenilacetoneitrilo e 4-hidroxiifenilacetamida	Mutagênicos
4- [α -L-ramnosiloxi]	Antibiótico
4- [α -L-ramnosiloxi] [fenilacetoneitrilo β -caroteno], esteróis e lecitina	Antimicrobiano
O-etil-4- (α -L-ramnosiloxi) benzilcarbamate em conjunto com sete compostos conhecidos: niazimicina, niazirina, β -sitostrato, glicerol-1-1-(9-octadeca-noato), 3-O- (6-O-oleoil- β -D-glucopiranosil) - β -sitosterol e β -sitosterol-3-O- β -D-glucopiranosídeo	Promoção de atividade antitumoral
Nutrientes: Tiamina, riboflavina, ácido nicotínico, ácido fólico, piridoxina, ácido ascórbico e α -tocoferol	Como nutrientes, antioxidantes
Gorduras: ácido monopalmitico, ácido oleico, triglicérides trioleicos em sementes e óleo	Propriedades não definidas

4.2. Processamento da Semente

4.2.1. Descascamento e obtenção da semente descascada (amêndoa)

- i. Descascamento das sementes: O resultado do esmagamento na prensa semo bico redutor pode ser visto na Figura 4.2. Foi possível quebrar a casca sem perda de óleo. A separação completa das cascas e películas foi efetiva utilizando-se uma corrente de ar comprimido seguida de separação manual (Figura 4.3).



Figura 4.2 – Sementes de Moringa após esmagamento na prensa contínua. Fonte: Autoria própria.



Figura 4.3 – Separação das cascas das sementes de Moringa A) com uma corrente de ar comprimido B) separação manual. Fonte: Equipe do Laboratório de Processamento de Matéria Primas Vegetais.

- ii. Pesagem das amêndoas de moringa após descascamento: Foram obtidas cerca de 63,49 g de semente sem casca a partir de 100,05 g de sementes com casca, como pode ser visualizada na Figura 4.4.



Figura 4.4 – Sementes de Moringa sem casca (amêndoas). Fonte: Autoria própria.

- iii. Prensagem das sementes de moringa após descascamento: As amêndoas foram prensadas (Figura 4.5), de forma a se obter duas frações: o óleo e a torta.

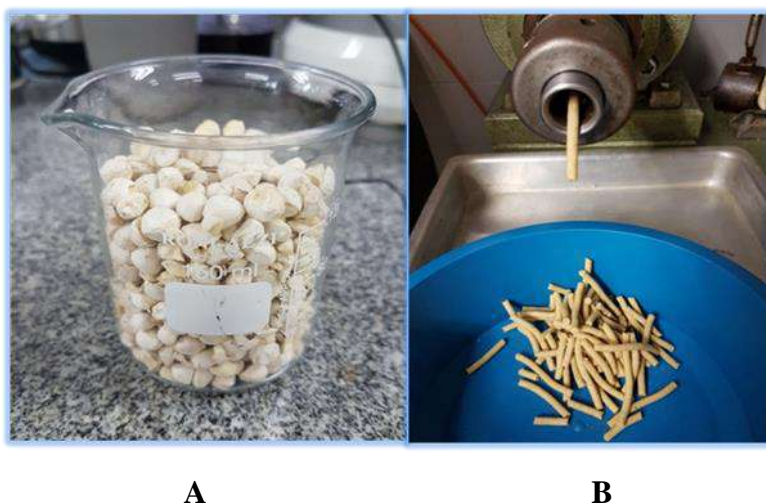


Figura 4.5 – Amêndoas (A) e torta resultante da primeira prensagem – T01 (B). Fonte: Autoria própria.

4.2.2. Avaliação do teor de umidade da torta

Por meio da avaliação do teor de umidade das amêndoas, foi encontrado um valor em torno de 5% (conforme procedimento descrito no Anexo 1). Dessa forma, à massa de amêndoas foi adicionada uma quantidade de água, de forma a ajustar a umidade para 12%, de acordo com os cálculos ilustrados no Anexo 2.

O processo de prensagem das amêndoas, após adição de água, foi conduzido como descrito a seguir. As amêndoas umidificadas foram prensadas por três vezes consecutivas, obtendo-se um líquido rico em lipídeos, contendo pequenas quantidades de água e partículas insolúveis, o que resultou em uma massa total de extrato igual a 21,75 g, o equivalente a 39% da massa de torta inicial (Figura 4.6). Este rendimento é comparável ao descrito na literatura [50], cujo teor médio de óleo bruto reportado é em torno de 40%. Além disso, obteve-se como co-produtos, o extrato hidro-etanólico (EM) e o farelo de moringa (FM), que corresponde ao resíduo das amêndoas após deslipidificação e extração com etanol 90 °GL.

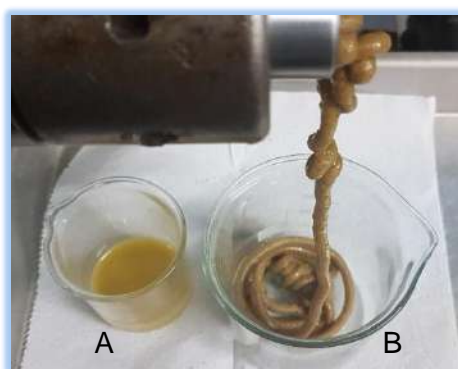


Figura 4.6 –Prensagem das amêndoas reumidificada. A) extrato rico em óleo e B) torta desengordurada (TM). Autoria própria.

4.2.3. Prensagem da torta seguida da extração hidro-etanólica

Nas Figuras 4.7A e 4.7B, estão ilustrados o extrato hidro-etanólico (EE) e o farelo (FM) obtidos. O extrato apresentou aspecto gelatinoso e coloração amarela, e o resíduo ou farelo obtido após a extração hidro-etanólica.

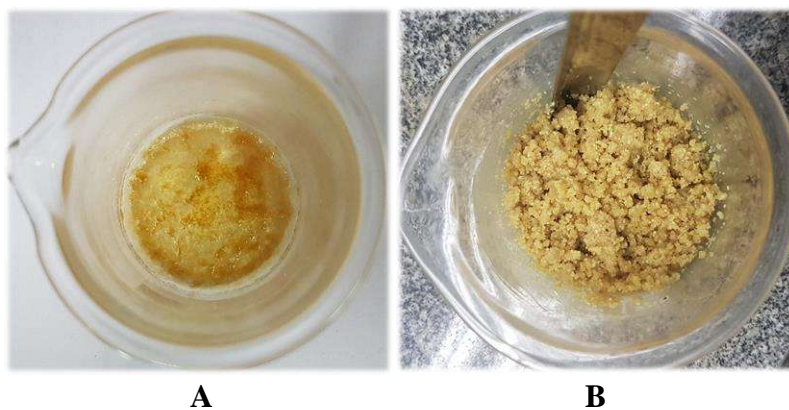


Figura 4.7 – Extrato etanólico (A) e farelo resultante da extração (B). Fonte: Autoria própria.

4.3. Caracterização do óleo e coprodutos da semente de Moringa por RMN

4.3.1. Caracterização do óleo de semente de Moringa

Na Figura 4.8 é mostrado o espectro de RMN de ^1H em solução (CDCl_3) do óleo de Moringa. Foram observados sinais na região de 0,5 a 2,5 ppm, correspondentes aos grupos CH_3 , $(\text{CH}_2)_n$, $\text{CH}_2\text{-C-C=O}$, $\text{CH}_2\text{-C=C}$ e $\text{CH}_2\text{-C=O}$. Não foram observados sinais na região entre 2,5 e 3,0 ppm, que apareceriam caso houvesse hidrogênios do tipo $\text{C=C-CH}_2\text{-C=C}$ (correspondentes a presença de pelo menos duas duplas conjugadas na cadeia de ácido graxo).

A partir das áreas do sinal em torno de 5,35 ppm (HC=CH , área relativa igual a 1,37), comparado com a área na região de 2,30 ppm ($\text{CH}_2\text{-C=O}$, área relativa igual a 1,77), foi possível calcular o teor de cadeias monoinsaturadas presente, igual a 77,4%. Esse resultado é comparável ao publicado por Nadeem [64].

O espectro de RMN de ^{13}C (Figura 4.9) apresentou sinais correspondentes aos grupos C=O (na região de 173 ppm), sinais referentes aos carbonos das duplas ligações cis HC=CH (em torno de 130 ppm), sinais correspondentes aos carbonos HC-O e $\text{H}_2\text{C-O}$ do esqueleto de glicerol (em torno de 69 e 62 ppm, respectivamente), e os demais sinais da cadeia hidrocarbônica.

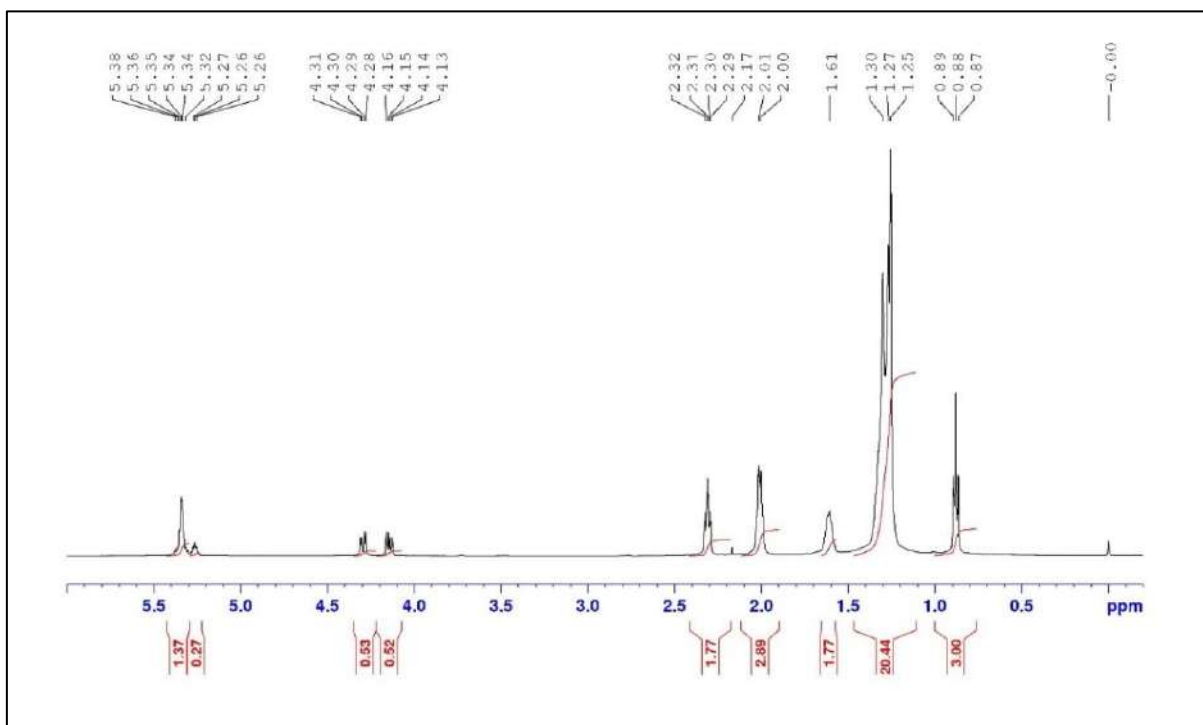


Figura 4.8 – Espectro de RMN de ^1H (500 MHz, CDCl_3) do óleo de Moringa, obtido por prensagem.

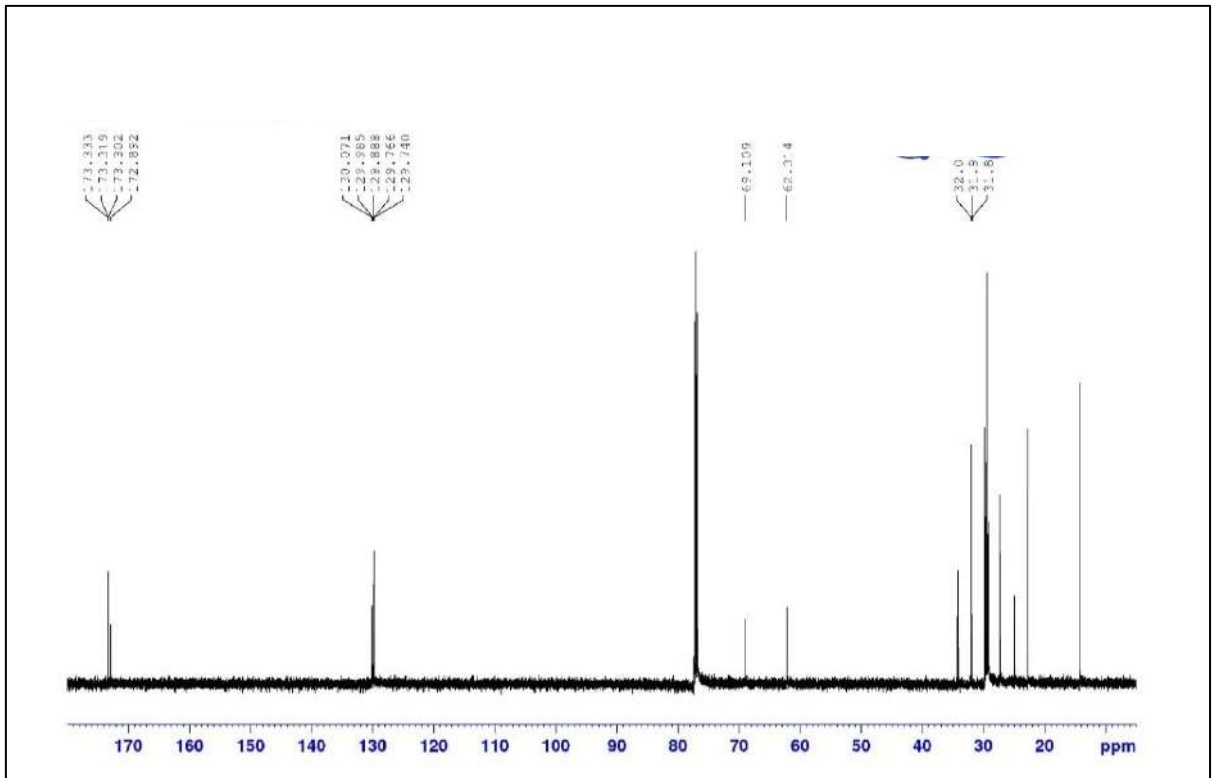


Figura 4.9 – Espectro de RMN de ^{13}C desacoplado de hidrogênio (125,77 MHz, CDCl_3) do óleo de Moringa, obtido por prensagem.

Vlahov et al. [40] realizaram uma análise detalhada de caracterização de triacilgliceróis presentes no óleo de semente de *Moringa oleifera* por RMN de ^{13}C , a partir da comparação com amostras padrões de triglicerídeos, de composição conhecida. Dessa forma, a análise do espectro de RMN obtido nessa monografia baseou-se nas informações reportadas por esses autores.

Na Figura 4.10 está mostrada a região referente aos carbonos dos grupos $\text{C}=\text{O}$. O sinal em 173,333ppm refere-se a carbonila dos resíduos de cadeias saturadas, tanto nas posições 1 e 3 quanto na posição 2 do glicerol. Por outro lado, a cadeia de oleato apresenta deslocamento químico distinto: em 173,302 ppm se estiver na posição 1 ou na posição 3 e em 172,892ppm se estiver na posição 2. O sinal observado em 173,319 ppm refere-se a cadeia do ácido 11-cis-octadecenóico (ácido vacênico), um isômero do ácido oleico, quando presente nas posições 1 ou 3 do esqueleto do glicerol no triglicerídeo. A partir das áreas correspondentes aos sinais observados para os grupos $\text{C}=\text{O}$, foram calculados os teores de ácido oleico, vacênico e ácidos saturados presentes. A composição da mistura também pode ser inferida considerando-se os deslocamentos químicos dos carbonos dos grupos metileno do tipo $\omega 3$ ($\text{R}-\underline{\text{CH}}_2-\text{CH}_2-\text{CH}_3$), que absorvem na região de 32 ppm (Figura 4.11).

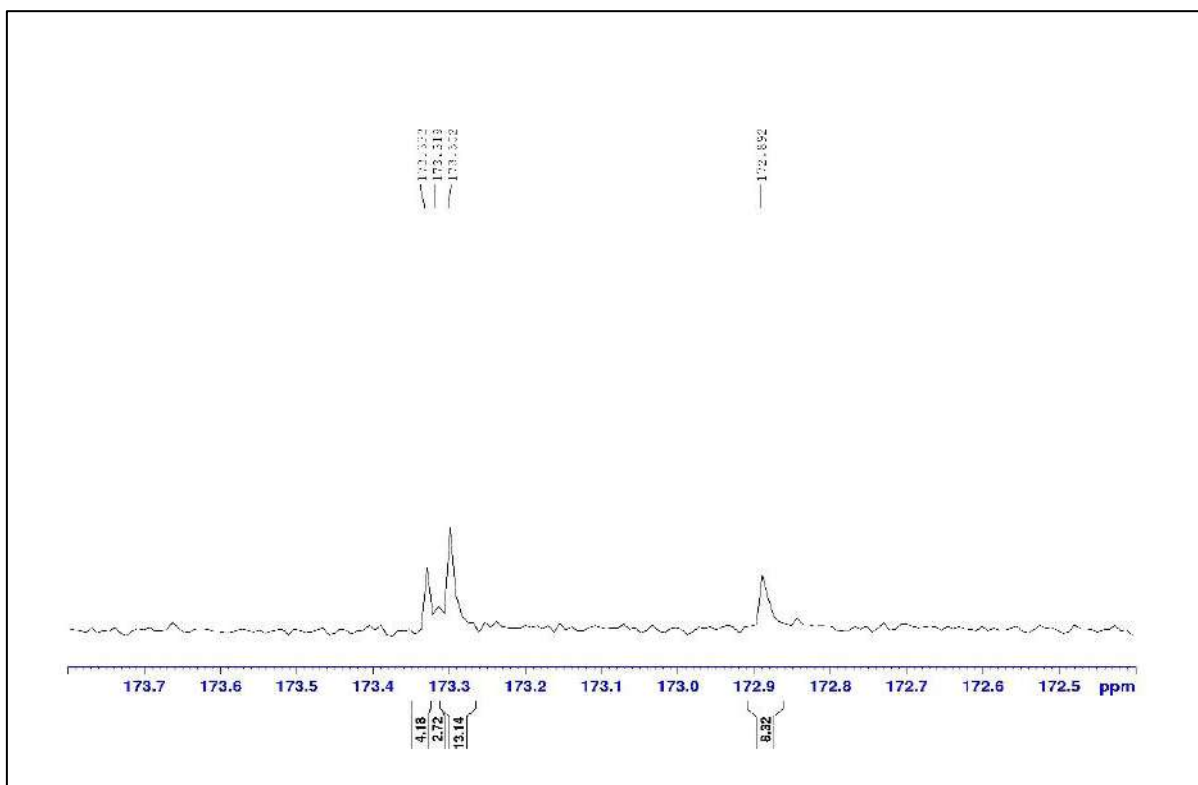


Figura 4.10 – Expansão da região 173,8-172,4 ppm correspondente aos grupos $\text{C}=\text{O}$, do espectro de RMN de ^{13}C desacoplado de hidrogênio (125,77 MHz, CDCl_3) do óleo de *Moringa*.

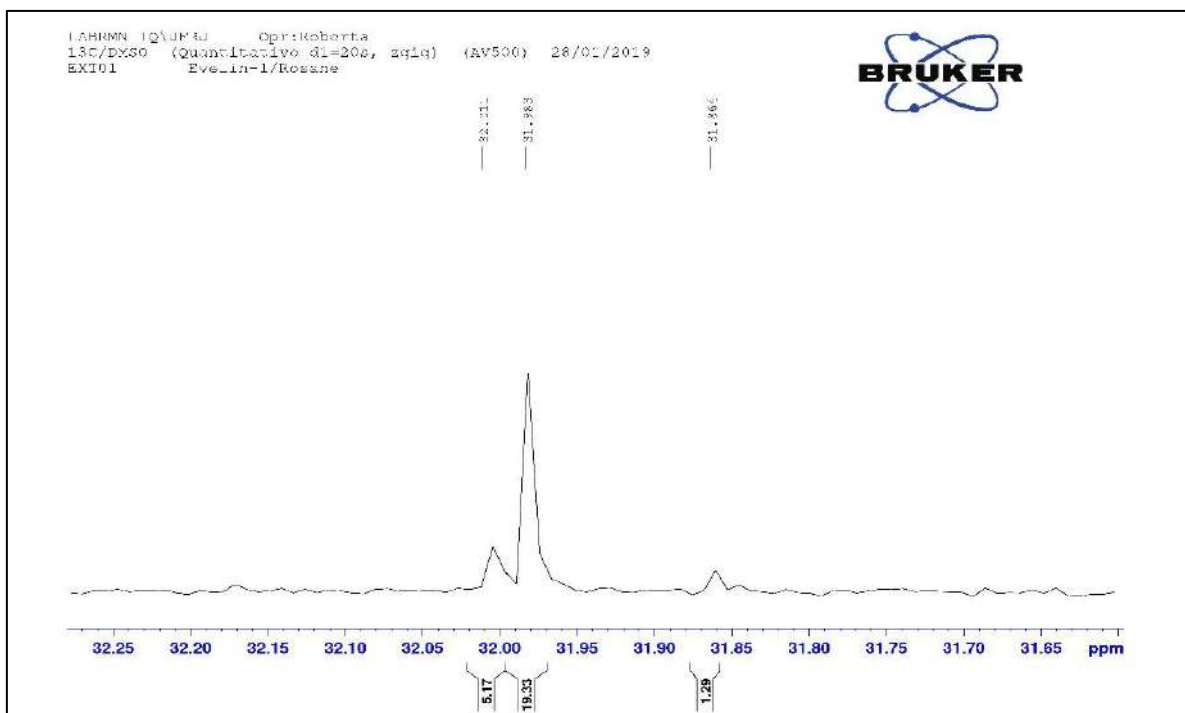


Figura 4.11 – Expansão da região 32,3 – 31,60 ppm correspondente aos grupos metileno ω_3 , no espectro de RMN de ^{13}C desacoplado de hidrogênio (125,77 MHz, CDCl_3) do óleo de Moringa.

O sinal em 32,011 ppm refere-se a cadeia de ácidos saturados, enquanto os sinais em 31,983 e em 31,854 ppm referem-se as cadeias dos ácidos oleico e vacênico, respectivamente. Os resultados estão listados na Tabela 4.6.

Tabela 4.6 – Composição do óleo de Moringa obtido por RMN de ^1H e de ^{13}C em solução e valores quanto a regioseletividade.

Composição do óleo de Moringa oleifera (%)	RMN de ^1H	RMN de ^{13}C		Literatura
		C = O	CH_2	
Saturados	22,6	14,7	20	21,4
Insaturados	77,4	85,3	80	78,6
Regioseletividade da cadeia de oleato (%)	RMN de ^{13}C			Literatura
	C = O	C = C_9		
Posições 1 ou 3	61	56,6		52,7
Posição 2	39	43,4		47,3

A distribuição de cadeias de ácido oleico nas posições 1 ou 3 e na posição 2 do esqueleto de glicerol foi estimada a partir das áreas dos sinais dos grupos C=O respectivos. O valor encontrado foi 39% no carbono 2 e de 61% nos carbonos 1 ou 3. Essa distribuição foi também calculada utilizando-se a região de absorção dos carbonos das duplas ligações

presentes. Na Figura 4.12 encontra-se a expansão da região de 130 ppm, típica desses carbonos.

Segundo Vlahov et al. [35], os sinais na região de menor frequência, em 129,655 e em 129,628 ppm (no espectro obtido nessa monografia esses sinais foram observados em 129,766 e 129,740 ppm) corresponderiam ao carbono C9 do resíduo de ácido oleico, quando ligado nas posições 1 ou 3 e na posição 2 do esqueleto de glicerol, respectivamente. Por outro lado, no caso do carbono C10 da cadeia de ácido oleico, esses mesmos sinais seriam observados em 129,959 e em 129,972 ppm respectivamente.

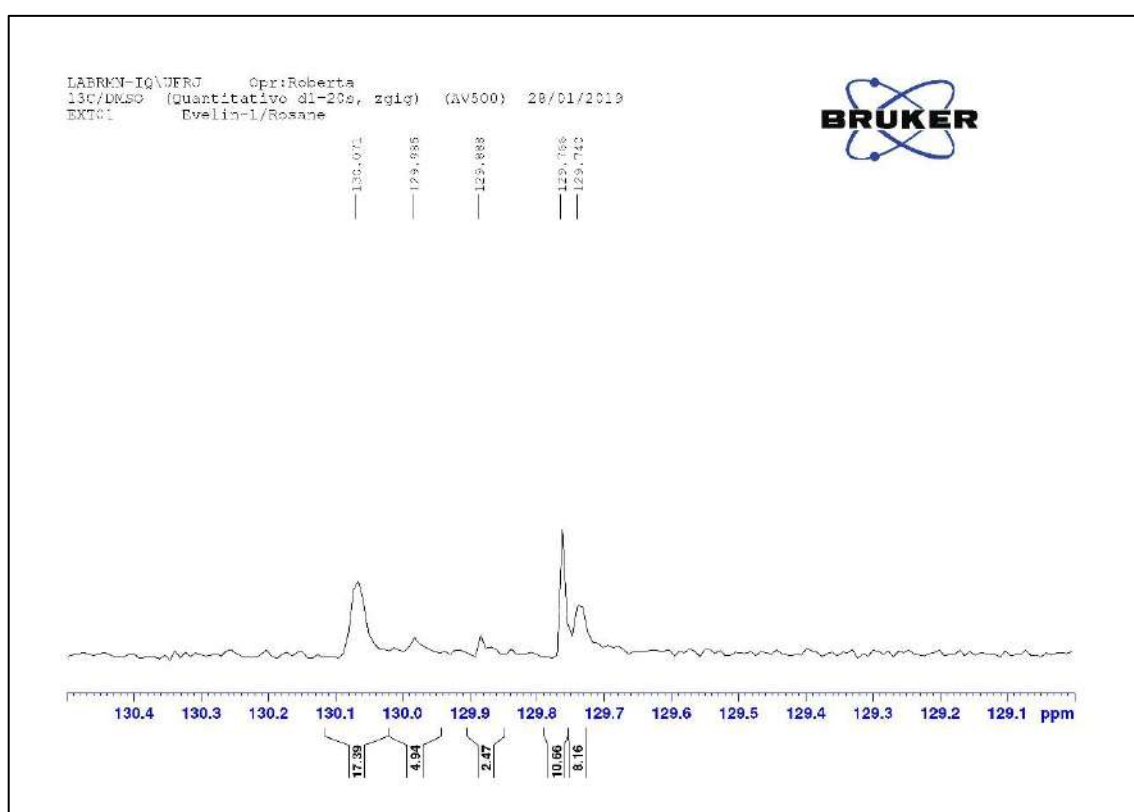


Figura 4.12 – Expansão da região 129,0-130,5 ppm correspondentes a região do carbono com dupla ligação no esqueleto de glicerol, no espectro de RMN de ¹³C desacoplado de hidrogênio (125,77 MHz, CDCl₃) do óleo de Moringa.

Infelizmente não foi possível visualizar os dois sinais do carbono C10, porém ao usarmos as áreas obtidas com o carbono C9 estimou-se em 43,4% de cadeias de ácido oleico na posição 2 e 56,6% de cadeias de ácido oleico nas posições 1 ou 3. Tendo em vista que só foi obtido um único espectro de RMN de ¹³C, estudos posteriores serão necessários com número maior de replicatas.

4.3.2. Caracterização da fração polar solúvel em etanol 92% (m/m)

O espectro de RMN de ^1H da fração de compostos extraídos com etanol 90 °GL (Figura 4.13) apresentou perfil bastante distinto do obtido para o óleo de Moringa, mostrado na Figura 4.8. Foram observados sinais bem resolvidos na região em torno de 7,0 ppm devido a presença de hidrogênios aromáticos. Também foram observados sinais na região de 5 ppm que podem corresponder a hidrogênios ligados a carbonos anoméricos de açúcares. Os sinais detectados na região de 2,9 a 3,3 ppm e de 3,6 a 4,5 ppm podem ser de grupos CH_3 de éteres ou ligados a anéis aromáticos, assim como de grupos CH-O ou $\text{CH}_2\text{-O}$ de açúcares, respectivamente.

A natureza complexa da fração foi confirmada pelo espectro de RMN de ^{13}C , apresentado na Figura 4.14. Foram observados sinais de carbonos aromáticos ligados a oxigênio ($=\text{C-O}$), na região de 155ppm. Esses sinais confirmam a presença de compostos fenólicos no extrato hidroalcoólico. Os sinais na região de 130 a 115 ppm referem-se aos demais carbonos dos anéis aromáticos fenólicos. Trata-se de uma mistura bastante complexa que deve ser futuramente analisada por métodos cromatográficos acoplados à espectrometria de massas.

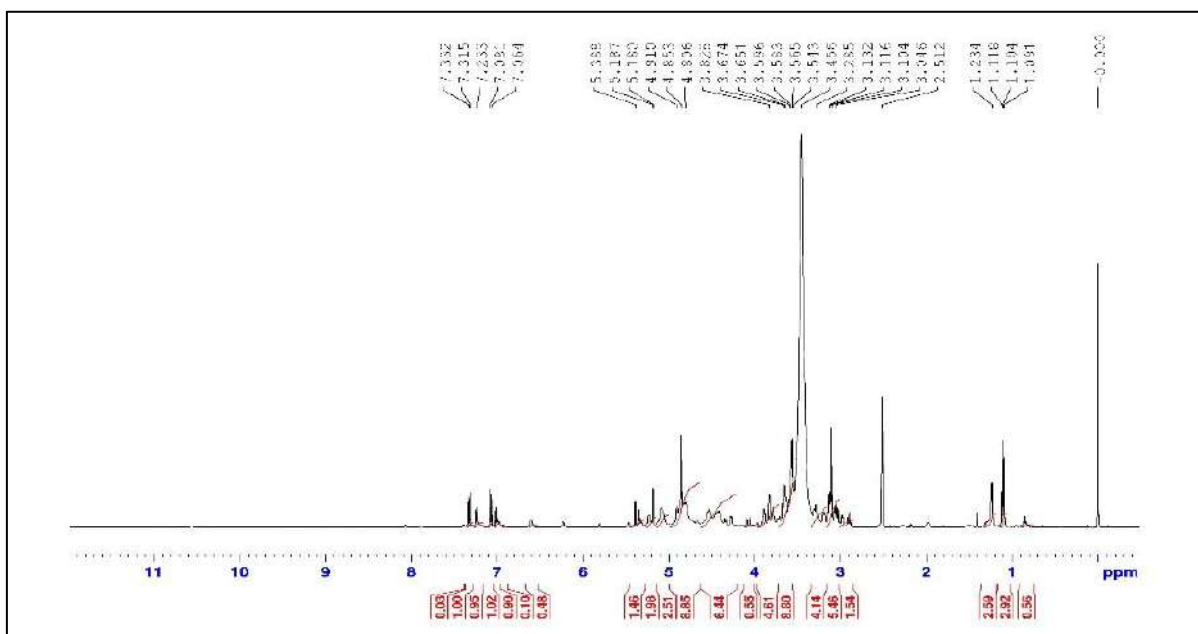


Figura 4.13 – Espectro de RMN de ^1H (500 MHz, DMSO-d_6) da fração polar extraída do farelo da Moringa (FM).

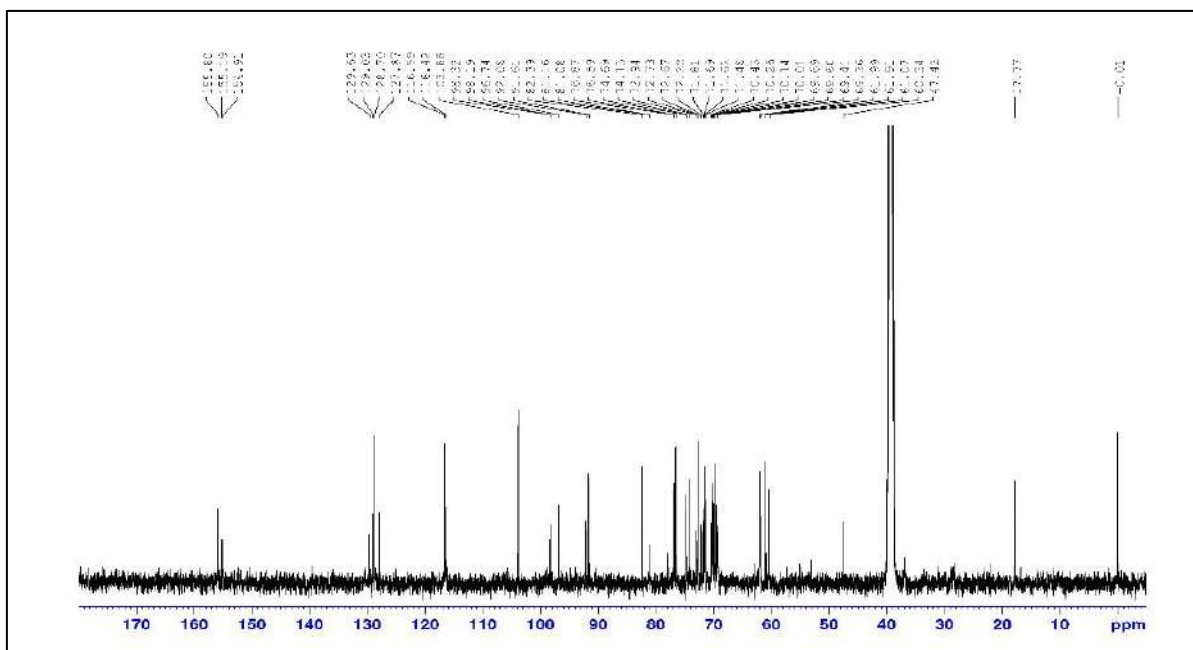


Figura 4.14 – Espectro de RMN de ^{13}C (125 MHz, DMSO- d_6) da fração polar extraída da torta da Moringa.

4.3.3. Caracterização das amêndoas e da torta desengorduradas (TM)

Nessa monografia, a RMN de sólidos de ^{13}C foi empregada como técnica exploratória para o acompanhamento das modificações estruturais ocorridas na torta e no farelo em função dos tratamentos efetuados, e por tratar-se de metodologia inédita na literatura para essa biomassa. Na Figura 4.15 são mostrados os espectros de RMN de sólidos de ^{13}C (sequencia HPDEC, D1=2s), que seleciona os componentes presentes na amostra solida que apresentam maior mobilidade molecular. Nos espectros de ^{13}C de sólidos das cascas (casca 1 e casca 2) constata-se que poucos sinais foram detectados, o que confirma a natureza rígida das estruturas químicas presentes. Por outro lado, tanto nas amêndoas quanto nas tortas e no farelo predominam os sinais dos carbonos da fração de triglicerídeo, cujo perfil pode ser comparado com o obtido por RMN de ^{13}C em solução, discutido anteriormente. Este resultado indica que após a prensagem das amêndoas, mesmo em condições otimizadas de umidade, ainda resta um resíduo de óleo nas tortas. Este resultado é típico do processo de extração mecânica cujo rendimento reportado na literatura é inferior a 85%.

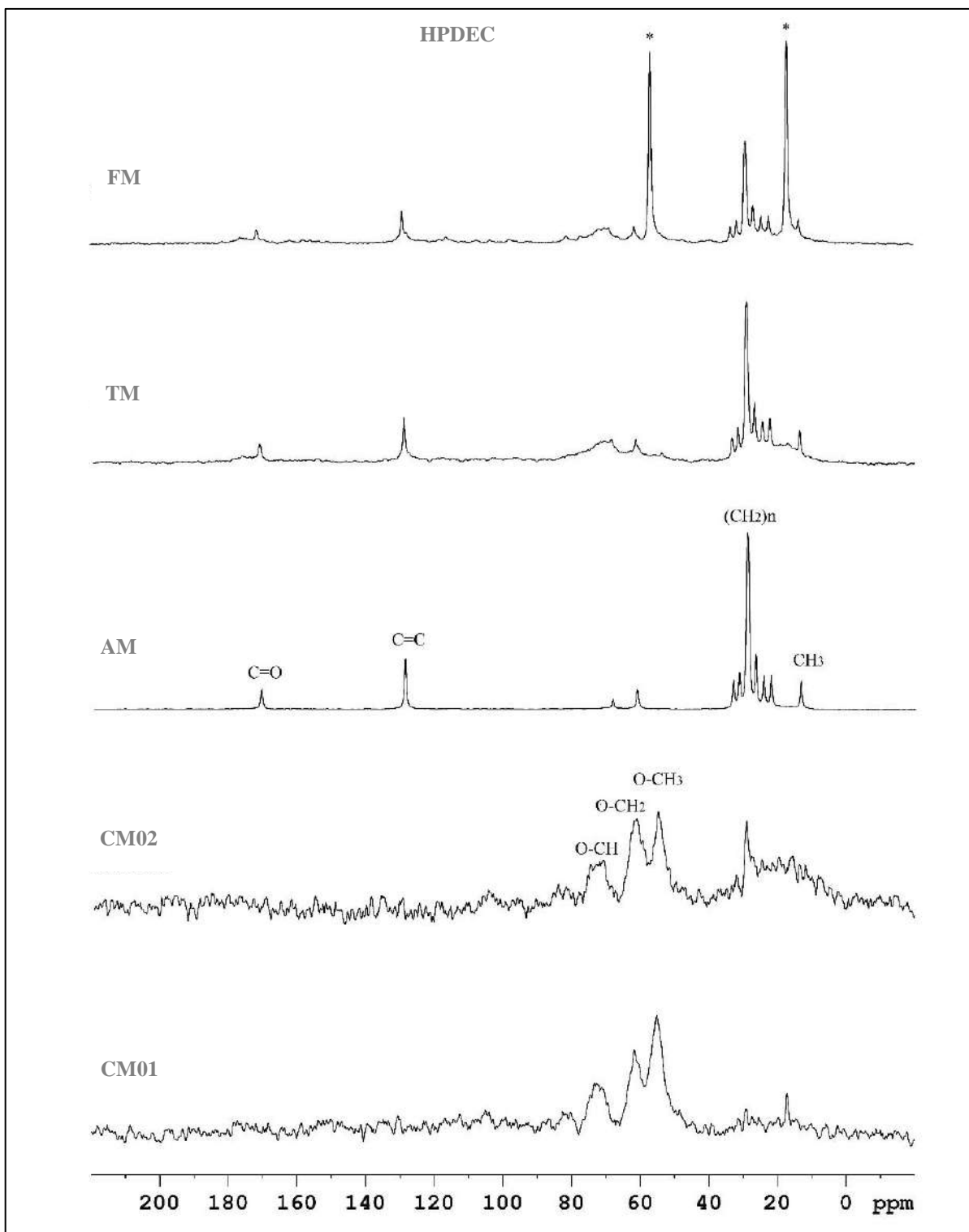


Figura 4.15 – Espectros de RMN HPDEC de ^{13}C de biomassa de Moringa: CM01 - Casca triturada; CM02 - Casca triturada e peneirada; AM - amêndoas descascadas; TM - Torta após extração do óleo FM - farelo após extração com EtOH-92%.

Dando continuidade a caracterização, foram obtidos espectros de RMN CPMAS de ^{13}C , que permitem visualizar os componentes majoritários, utilizando-se tempos de contato de $2000\ \mu\text{s}$ (Figura 4.16).

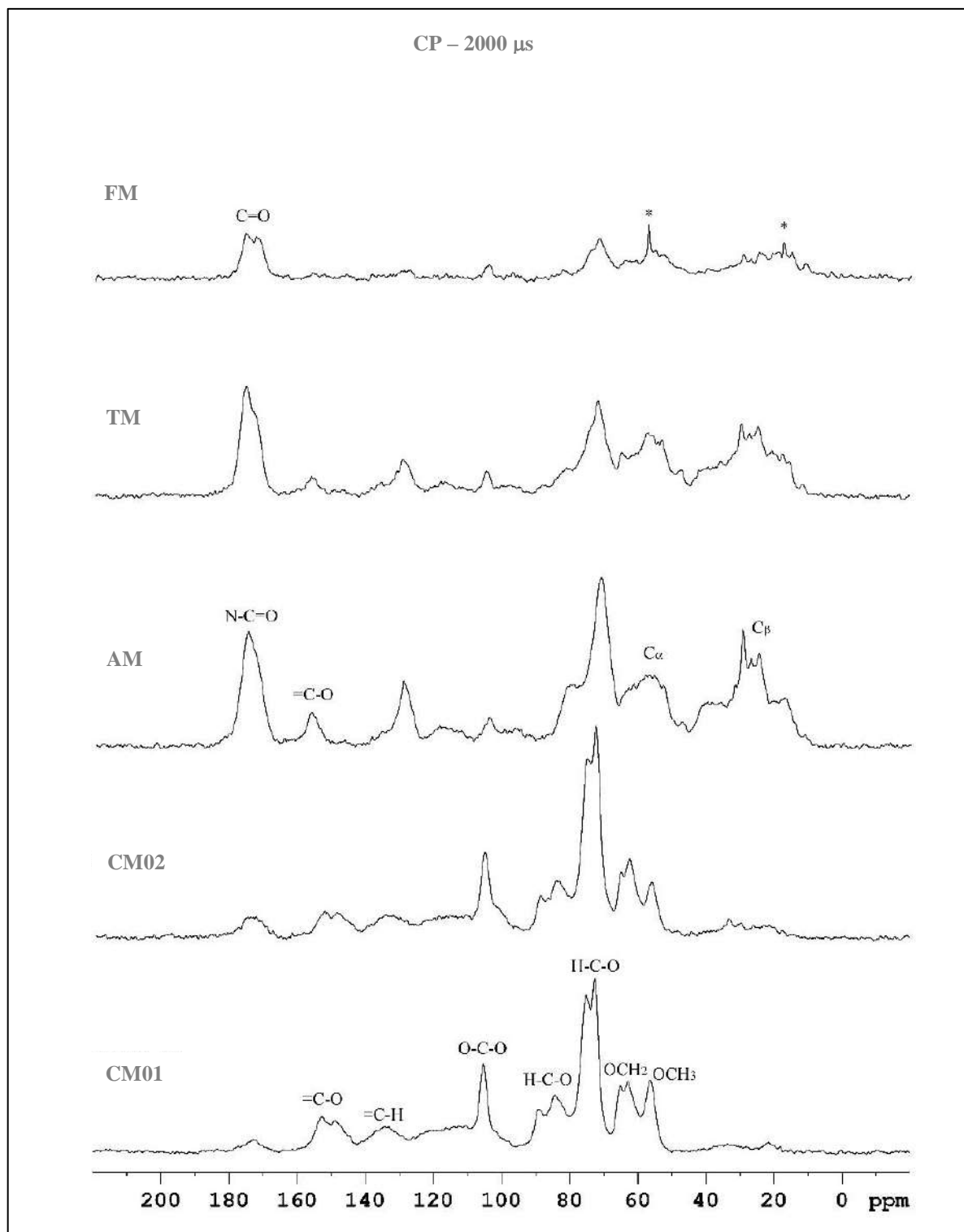


Figura 4.16 – Espectros de RMN CPMAS de ^{13}C de biomassa de Moringa: CM01 - Casca triturada; CM02 - Casca triturada e peneirada; AM- Sementes descascadas; TM: Torta após extração do óleo; FM: sólidos residuais após extração com EtOH-92%. (*) refere-se aos sinais residuais de etanol.

As amostras de CM01 e CM02 apresentaram sinais típicos de carbonos de polissacarídeos, assim como de carbonos de anéis aromáticos (compostos fenólicos). Por outro lado, nos espectros das amostras das amêndoas e das tortas, novos sinais foram detectados, devido a presença de proteínas. Hong e Jakes [65] e Franks et al.[66] caracterizaram amostras sólidas

de proteínas por RMN CPMAS de ^{13}C . As propostas de assinalamento dos sinais de ^{13}C sugeridas por esses autores foram as que utilizamos para fazer uma análise qualitativa exploratória das amostras sólidas preparadas nessa monografia. Um resumo dos principais resultados está indicado na Tabela 4.7.

Tabela 4.7 – Assinalamento dos sinais observados nos espectros de RMN CPMAS de ^{13}C das amostras sólidas estudadas: cascas, amêndoas, torta e farelo de Moringa.

FAIXA DE DESLOCAMENTO QUÍMICO (ppm)	PROPOSTA DE ASSINALAMENTO
180-165	N-C=O de grupos amida de ligações peptídicas
160 - 140	carbonos aromáticos do tipo =C-O
140 - 115	carbonos aromáticos protonados e não protonados carbonos de duplas ligações
110 - 90	carbonos anoméricos O-C-O de carboidratos
90 - 70	carbonos do tipo O-CH de carboidratos
70 - 50	carbonos do tipo HO-CH ₂ de carboidratos, do tipo OCH ₃ de ligninas, e carbonos alfa a carbonilas, em cadeias peptídicas
50 - 5	carbonos beta a carbonilas, em cadeias peptídicas

A diferença na composição das cascas e amêndoas de Moringa ficou evidenciada pela presença dos sinais correspondentes aos carbonos beta dos aminoácidos que compõem a cadeia proteica no espectro da torta moída, que não foi observado nas cascas. Por outro lado, a extração da fração lipídica (óleo) causou a diminuição dos sinais na região de 110 a 140 ppm no espectro da torta desengordurada (TM), devido a retirada dos carbonos insaturados das cadeias de ácido oleico. Como esperado, pode-se constatar no espectro do farelo, obtido após o tratamento da torta com etanol 90%, que houve redução significativa dos sinais na região aromática, devido à extração da fração polar, contendo compostos fenólicos solúveis na solução extratora.

5. Considerações Finais

Por meio da revisão bibliográfica sobre a *Moringa oleífera* e de suas sementes, procedimentos de extração e caracterização do óleo das amêndoas, e aplicações até o momento exploradas na literatura, torna-se evidente a importância de se investir em novas pesquisas para elaboração de produtos de interesse comercial que a utilizam como matéria-prima.

A prática do procedimento de extração evidenciou a importância da pesquisa e conhecimento científico na realização de procedimento experimental. O ajuste da umidade da amêndoa a ser prensada para extração de óleo foi fundamental para viabilizar a extração e separação do óleo, cujo rendimento foi muito próximo da quantidade de óleo contido nas sementes, ou seja, cerca de 40%, como descrito na literatura.

Utilizando-se a RMN para a caracterização do óleo isolado das sementes estudadas nessa monografia, foi possível quantificar a composição das cadeias de ácidos graxos presentes: ácido oleico, ácido vacênico e ácidos saturados, sem necessidade de derivatização da amostra, e comparáveis aos valores reportados na literatura. Além disso foi também possível inferir, a partir do espectro de RMN de ^{13}C em solução, sobre a distribuição da cadeia de ácido oleico nos carbonos 1(3) e no carbono 2 do esqueleto do glicerol.

A técnica de RMN de sólidos, ainda muito pouco explorada para análise de biomassa de *Moringa* e suas partes vegetativas, foi utilizada nessa monografia. Foi possível acompanhar as alterações ocorridas nas amostras estudadas em função dos tratamentos impostos ao material. A possibilidade de utilizar a torta como substrato para extração de compostos polares bioativos, de forma a contribuir para agregar valor a esse resíduo (que usualmente é descartado no ambiente), foi comprovada nessa monografia.

Nossos resultados apontam para a viabilidade do uso dessa técnica como ferramenta analítica, de forma a contribuir para a pesquisa e desenvolvimento de alimentos, e mesmo de medicamentos fitoterápicos, possíveis de serem produzidos a partir da *Moringa*.

O presente estudo poderá ser aprofundado ao se avaliar o rendimento para extração de óleo, assim como para extração de extrato polar, tendo em vista a análise e quantificação de compostos majoritários. Dessa forma seria possível a proposição de uma rota sustentável para extração e utilização destes compostos na indústria de alimentos.

6. Referências Bibliográficas

- [1] CONHEÇA a “planta milagrosa” que teria curado Fidel. **BBC News Brasil**, São Paulo, 20 de jan. de 2016. Disponível em: <https://www.bbc.com/portuguese/noticias/2016/01/160119_moringa_rp> Acesso em: 12 de dez. de 2018.
- [2] MORINGA Facts, Science, Research, Berlin, Germany, 2015. Disponível em: <<https://miracletrees.org/arvoremoringa.html>> Acesso em: 12 de dez. de 2018.
- [3] A. Singhai, A. Baharani, Blood sugar lowering effects of Moringa oleifera extracts on Normal and Hyperglycemic Patients, *Int. J. Med. Heal. Sci.* 5 (2016) 104–106.
- [4] S. Sreelatha, A. Jeyachitra, P.R. Padma, Antiproliferation and induction of apoptosis by Moringa oleifera leaf extract on human cancer cells, *Food Chem. Toxicol.* 49 (2011) 1270–1275. doi:10.1016/j.fct.2011.03.006.
- [5] S. Chattopadhyay, S. Maiti, G. Maji, B. Deb, B. Pan, D. Ghosh, Protective role of Moringa oleifera (Sajina) seed on arsenic-induced hepatocellular degeneration in female albino rats, *Biol. Trace Elem. Res.* 142 (2011) 200–212. doi:10.1007/s12011-010-8761-7.
- [6] M. Ouédraogo, A. Lamien-Sanou, N. Ramdé, A.S. Ouédraogo, M. Ouédraogo, S.P. Zongo, O. Goumbri, P. Duez, P.I. Guissou, Protective effect of Moringa oleifera leaves against gentamicin-induced nephrotoxicity in rabbits, *Exp. Toxicol. Pathol.* 65 (2013) 335–339. doi:10.1016/j.etp.2011.11.006.
- [7] H.M. Osman, M.E. Shayoub, E.M. Babiker, B. Osman, A.M. Elhassan, Effect of Ethanolic Leaf Extract of Moringa oleifera on Aluminum-induced Anemia in White Albino Rats, *Jordan J. Biol. Sciences.* 5 (2012) 255–260.
- [8] M.M. Rahman, M.M.I. Sheikh, S.A. Sharmin, M.S. Islam, Antibacterial Activity of Leaf Juice and Extracts of Moringa oleifera Lam. against Some Human Pathogenic Bacteria, *Chiang Mai Univ. J. Nat. Sci. - C.* 8 (2009) 219–227. doi:10.1111/ajpy.12102.
- [9] S. Ghasi, E. Nwobodo, J.O. Ofili, Hypocholesterolemic effects of crude extract of leaf of Moringa oleifera Lam in high-fat diet fed wistar rats, *J. Ethnopharmacol.* 69 (2000) 21–25. doi:10.1016/S0378-8741(99)00106-3.
- [10] S. Luqman, S. Srivastava, R. Kumar, A.K. Maurya, D. Chanda, Experimental assessment of Moringa oleifera leaf and fruit for its antistress, antioxidant, and scavenging potential using in vitro and in vivo assays, *Evidence-Based Complement. Altern. Med.* 2012 (2012). doi:10.1155/2012/519084.
- [11] S. Boukandoul, S. Casal, F. Zaidi, The Potential of Some Moringa Species for Seed Oil Production, *Agriculture.* 8 (2018) 150. doi:10.3390/agriculture8100150.
- [12] A. Leone, A. Spada, A. Battezzati, A. Schiraldi, J. Aristil, S. Bertoli, Moringa oleifera seeds and oil: Characteristics and uses for human health, *Int. J. Mol. Sci.* 17 (2016) 1–14. doi:10.3390/ijms17122141.

- [13] A. Ndabigengesere, K. Subba Narasiah, Quality of water treated by coagulation using *Moringa oleifera* seeds, *Water Res.* 32 (1998) 781–791. doi:10.1016/S0043-1354(97)00295-9.
- [14] S. Emmanuel, B. Emmanuel, Biodiversity and agricultural productivity enhancement in Nigeria: application of processed *Moringa oleifera* seeds for improved organic farming, *Agric. Biol. J. North Am.* 2 (2011) 867–871. doi:10.5251/abjna.2011.2.5.867.871.
- [15] C. Beres, G.N.S. Costa, I. Cabezudo, N.K. da Silva-James, A.S.C. Teles, A.P.G. Cruz, C. Mellinger-Silva, R. V. Tonon, L.M.C. Cabral, S.P. Freitas, Towards integral utilization of grape pomace from winemaking process: A review, *Waste Manag.* 68 (2017) 581–594. doi:10.1016/j.wasman.2017.07.017.
- [16] Portal , (n.d.).
- [17] J.E. Udoh, T.M.A. Olayanju, O.U. Dairo, A.F. Alonge, Effect of moisture content on the mechanical and oil properties of soursop seeds, *Chem. Eng. Trans.* 58 (2017) 361–366. doi:10.3303/CET1758061.
- [18] M.C. Udechukwu, L. Abbey, U. NWODO, C.C. UDENIGWE, Potential of *Moringa oleifera* seeds and leaves as functional food ingredients for human health promotion., *J. Food Nutr. Res.* 57 (2018) 1–14. <https://proxying.lib.ncsu.edu/index.php?url=http://search.ebscohost.com/login.aspx?direct=true&db=a9h&AN=128610143&site=eds-live&scope=site>.
- [19] M.S. Amjad, H. Qureshi, M. Arshad, S.K. Chaudhari, M. Masood, The incredible queen of green: Nutritive value and therapeutic potential of *Moringa oleifera* Lam., *J. Coast. Life Med.* 3 (2015) 744–751. doi:10.12980/jclm.3.2015j5-34.
- [20] F. Anwar, M.I. Bhangar, Analytical Characterization of *Moringa oleifera* Seed Oil Grown in Temperate Regions of Pakistan, *J. Agric. Food Chem.* 51 (2003) 6558–6563. doi:10.1021/jf0209894.
- [21] K.T. Mahmood, T. Mugal, I.U. Haq, *Moringa oleifera*: A natural gift-a review, *J. Pharm. Sci. Res.* 2 (2010) 775–781. doi:https://doi.org/10.1016/B978-0-12-800070-0.00018-9.
- [22] M. Mbikay, Therapeutic potential of *Moringa oleifera* leaves in chronic hyperglycemia and dyslipidemia: A review, *Front. Pharmacol.* 3 MAR (2012) 1–12. doi:10.3389/fphar.2012.00024.
- [23] J.F. Morton, J.M. Collectanea, *The Horseradish Tree , Moringa pterygosperma (Moringaceae) : A Boon to Arid Lands ?* Author (s): Julia F . Morton Reviewed work (s): Published by : Springer on behalf of New York Botanical Garden Press Stable URL : <http://www.jstor.org/stable/4255362> , 45 (2012) 318–333.
- [24] F. Anwar, S. Latif, M. Ashraf, A.H. Gilani, *Moringa oleifera*: A Food Plant with Multiple Medicinal Uses, *Phyther. Res.* 21 (2007) 17–25. doi:10.1002/ptr.
- [25] J. Fahey, *Moringa oleifera*: A Review of the Medical Evidence for Its Nutritional, Therapeutic, and Prophylactic Properties. Part 1, (2005) 157–164. doi:10.1201/9781420039078.ch12.

- [26] S.G. Mahajan, R.G. Mali, A.A. Mehta, Protective effect of ethanolic extract of seeds of *Moringa oleifera* Lam. against inflammation associated with development of arthritis in rats, *J. Immunotoxicol.* 4 (2007) 39–47. doi:10.1080/15476910601115184.
- [27] S. Sreelatha, P.R. Padma, Antioxidant activity and total phenolic content of *Moringa oleifera* leaves in two stages of maturity, *Plant Foods Hum. Nutr.* 64 (2009) 303–311. doi:10.1007/s11130-009-0141-0.
- [28] R. Devisetti, Y.N. Sreerama, S. Bhattacharya, Processing effects on bioactive components and functional properties of moringa leaves: development of a snack and quality evaluation, *J. Food Sci. Technol.* 53 (2016) 649–657. doi:10.1007/s13197-015-1962-5.
- [29] S. Saucedo-Pompa, J.A. Torres-Castillo, C. Castro-López, R. Rojas, E.J. Sánchez-Alejo, M. Ngangyo-Heya, G.C.G. Martínez-Ávila, *Moringa* plants: Bioactive compounds and promising applications in food products, *Food Res. Int.* 111 (2018) 438–450. doi:10.1016/j.foodres.2018.05.062.
- [30] M.A. Shah, S.J.D. Bosco, S.A. Mir, Effect of *Moringa oleifera* leaf extract on the physicochemical properties of modified atmosphere packaged raw beef, *Food Packag. Shelf Life.* 3 (2015) 31–38. doi:10.1016/j.fpsl.2014.10.001.
- [31] K.B. Dachana, J. Rajiv, D. Indrani, J. Prakash, Effect of dried moringa (*moringa oleifera* lam) leaves on rheological, microstructural, nutritional, textural and organoleptic characteristics of cookies, *J. Food Qual.* 33 (2010) 660–677. doi:10.1111/j.1745-4557.2010.00346.x.
- [32] I.F. Bolarinwa, T.E. Aruna, A.O. Raji, Nutritive value and acceptability of bread fortified with moringa seed powder, *J. Saudi Soc. Agric. Sci.* (2018) 0–5. doi:10.1016/j.jssas.2017.05.002.
- [33] L.A. Al_husnan, M.D.F. Alkahtani, Impact of *Moringa* aqueous extract on pathogenic bacteria and fungi in vitro, *Ann. Agric. Sci.* 61 (2016) 247–250. doi:10.1016/j.aogas.2016.06.003.
- [34] J.M. Gifoni, J.T.A. Oliveira, H.D. Oliveira, A.B. Batista, M.L. Pereira, A.S. Gomes, H.P. Oliveira, T.B. Grangeiro, I.M. Vasconcelos, A novel chitin-binding protein from *Moringa oleifera* seed with potential for plant disease control., *Biopolymers.* 98 (2012) 406–415. doi:10.1002/bip.22068.
- [35] N.K. Amaglo, R.N. Bennett, R.B. Lo Curto, E.A.S. Rosa, V. Lo Turco, A. Giuffrida, A. Lo Curto, F. Crea, G.M. Timpo, Profiling selected phytochemicals and nutrients in different tissues of the multipurpose tree *Moringa oleifera* L., grown in Ghana, *Food Chem.* 122 (2010) 1047–1054. doi:10.1016/j.foodchem.2010.03.073.
- [36] C. Rodríguez-Pérez, R. Quirantes-Piné, A. Fernández-Gutiérrez, A. Segura-Carretero, Optimization of extraction method to obtain a phenolic compounds-rich extract from *Moringa oleifera* Lam leaves, *Ind. Crops Prod.* 66 (2015) 246–254. doi:10.1016/j.indcrop.2015.01.002.
- [37] C. Makita, L. Chimuka, P. Steenkamp, E. Cukrowska, E. Madala, Comparative

- analyses of flavonoid content in *Moringa oleifera* and *Moringa ovalifolia* with the aid of UHPLC-qTOF-MS fingerprinting, *South African J. Bot.* 105 (2016) 116–122. doi:10.1016/j.sajb.2015.12.007.
- [38] W. Nouman, F. Anwar, T. Gull, A. Newton, E. Rosa, R. Domínguez-Perles, Profiling of polyphenolics, nutrients and antioxidant potential of germplasm's leaves from seven cultivars of *Moringa oleifera* Lam., *Ind. Crops Prod.* 83 (2016) 166–176. doi:10.1016/j.indcrop.2015.12.032.
- [39] C. Makita, L. Chimuka, E. Cukrowska, P.A. Steenkamp, M. Kandawa-Schutz, A.R. Ndhlala, N.E. Madala, UPLC-qTOF-MS profiling of pharmacologically important chlorogenic acids and associated glycosides in *Moringa ovalifolia* leaf extracts, *South African J. Bot.* 108 (2017) 193–199. doi:10.1016/j.sajb.2016.10.016.
- [40] C.F. Umamo, P. Alto, ¹³C NMR Characterization of Triacylglycerols of *Moringa oleifera* Seed Oil : An “ Oleic-Vaccenic Acid ” Oil, 39 (2002) 970–975.
- [41] A.F.S. Santos, A.C.C. Argolo, L.C.B.B. Coelho, P.M.G. Paiva, Detection of water soluble lectin and antioxidant component from *Moringa oleifera* seeds, *Water Res.* 39 (2005) 975–980. doi:10.1016/j.watres.2004.12.016.
- [42] J.T.A. Oliveira, S.B. Silveira, I.M. Vasconcelos, B.S. Cavada, R.A. Moreira, Compositional and nutritional attributes of seeds from the multiple purpose tree *Moringa oleifera* Lamarck, *J. Sci. Food Agric.* 79 (1999) 815–820. doi:10.1002/(SICI)1097-0010(19990501)79:6<815::AID-JSFA290>3.0.CO;2-P.
- [43] L. Gopalakrishnan, K. Doriya, D.S. Kumar, *Moringa oleifera*: A review on nutritive importance and its medicinal application, *Food Sci. Hum. Wellness.* 5 (2016) 49–56. doi:10.1016/j.fshw.2016.04.001.
- [44] E.S. Du Toit, H. Fotouo, P.J. Robbertse, Seed storage conditions influence germination of *Moringa oleifera* Lam. seed, *Acta Hort.* 1158 (2017) 441–446. doi:10.17660/ActaHortic.2017.1158.51.
- [45] C.S.T. Araújo, V.N. Alves, H.C. Rezende, I.L.S. Almeida, R.M.N. De Assunção, C.R.T. Tarley, M.G. Segatelli, N.M.M. Coelho, Characterization and use of *Moringa oleifera* seeds as biosorbent for removing metal ions from aqueous effluents, *Water Sci. Technol.* 62 (2010) 2198–2203. doi:10.2166/wst.2010.419.
- [46] F. Al Juhaimi, K. Ghafour, E.E. Babiker, B. Matthäus, M.M. Özcan, The biochemical composition of the leaves and seeds meals of moringa species as non-conventional sources of nutrients, *J. Food Biochem.* 41 (2017) 1–7. doi:10.1111/jfbc.12322.
- [47] O.K. Fadele, A.K. Aremu, Optimization of shelling efficiency of a *Moringa oleifera* seed shelling machine based on seed sizes, *Ind. Crops Prod.* 112 (2018) 775–782. doi:10.1016/j.indcrop.2018.01.011.
- [48] P.H.F. Cardines, A.T.A. Baptista, R.G. Gomes, R. Bergamasco, A.M.S. Vieira, *Moringa oleifera* seed extracts as promising natural thickening agents for food industry: Study of the thickening action in yogurt production, *Lwt.* 97 (2018) 39–44. doi:10.1016/j.lwt.2018.06.028.

- [49] M. Vilaseca, V. López-Grimau, C. Gutiérrez-Bouzán, Valorization of waste obtained from oil extraction in *Moringa oleifera* seeds: Coagulation of reactive dyes in textile effluents, *Materials (Basel)*. 6 (2014) 6569–6584. doi:10.3390/ma7096569.
- [50] M. Nadeem, M. Imran, Promising features of *Moringa oleifera* oil: Recent updates and perspectives, *Lipids Health Dis.* 15 (2016) 1–8. doi:10.1186/s12944-016-0379-0.
- [51] J. Zhong, Y. Wang, R. Yang, X. Liu, Q. Yang, X. Qin, The application of ultrasound and microwave to increase oil extraction from *Moringa oleifera* seeds, *Ind. Crops Prod.* 120 (2018) 1–10. doi:10.1016/j.indcrop.2018.04.028.
- [52] K. Ruttarattanamongkol, A. Petrasch, Oxidative Susceptibility and Thermal Properties of *Moringa Oleifera* Seed Oil Obtained by Pilot-Scale Subcritical and Supercritical Carbon Dioxide Extraction, *J. Food Process Eng.* 39 (2016) 226–236. doi:10.1111/jfpe.12213.
- [53] S.M. Abdulkarim, K. Long, O.M. Lai, S.K.S. Muhammad, H.M. Ghazali, Some physico-chemical properties of *Moringa oleifera* seed oil extracted using solvent and aqueous enzymatic methods, *Food Chem.* 93 (2005) 253–263. doi:10.1016/j.foodchem.2004.09.023.
- [54] Y. Vaknin, A. Mishal, The potential of the tropical “miracle tree” *Moringa oleifera* and its desert relative *Moringa peregrina* as edible seed-oil and protein crops under Mediterranean conditions, *Sci. Hortic. (Amsterdam)*. 225 (2017) 431–437. doi:10.1016/j.scienta.2017.07.039.
- [55] Y. Melaku, N. Arnold, J. Schmidt, E. Dagne, Analysis of the husk and kernel of the seeds of *Moringa stenopetala*, *Bull. Chem. Soc. Ethiop.* 31 (2017) 107–113. doi:10.4314/bcse.v31i1.9.
- [56] H.A.O. Gbunugafor, H.A. Ogbunugafor, F.U. Eneh, A.N. Ozumba, M.N. Igwo-Ezikpe, J. Okpuzor, I.O. Igwilo, S.O. Adenekan, O.A. Onyekwelu, Physico-chemical and Antioxidant Properties of *Moringa oleifera* Seed Oil, *Pakistan J. Nutr.* 10 (2011) 409–414. doi:10.3923/pjn.2011.409.414.
- [57] S. Lalas, J. Tsaknis, K. Sflomos, Characterisation of *Moringa stenopetala* seed oil variety “Marigat” from island Kokwa, *Eur. J. Lipid Sci. Technol.* 105 (2003) 23–31. doi:10.1002/ejlt.200390002.
- [58] G. de F. Andrade, T.M.S. Melo, C.D. Guedes, K.M. Novack, R.C. dos Santos, M.E. Silva, Biological evaluation of crude and degummed oil from *Moringa oleifera* seeds, *Brazilian Arch. Biol. Technol.* 54 (2011) 1003–1006. doi:10.1590/S1516-89132011000500018.
- [59] I.A. Jahan, M.H. Hossain, K.S. Ahmed, Z. Sultana, P.K. Biswas, K. Nada, Antioxidant activity of *Moringa oleifera* seed extracts, *Orient. Pharm. Exp. Med.* 18 (2018) 299–307. doi:10.1007/s13596-018-0333-y.
- [60] M. Premi, H.K. Sharma, Effect of extraction conditions on the bioactive compounds from *Moringa oleifera* (PKM 1) seeds and their identification using LC–MS, *J. Food Meas. Charact.* 11 (2017) 213–225. doi:10.1007/s11694-016-9388-y.

- [61] I.A. Adebayo, H. Arsad, M.R. Samian, Total Phenolics, Total Flavonoids, Antioxidant Capacities, and Volatile Compounds Gas Chromatography-Mass Spectrometry Profiling of *Moringa oleifera* Ripe Seed Polar Fractions, *Pharmacogn. Mag.* 14 (2018) 191–194. doi:10.4103/pm.pm_212_17.
- [62] O. Damage, Antioxidants , Oxidative Damage and Oxygen Deprivation Stress : a Review, (2015) 1–28. doi:10.1093/aob/mcf118.
- [63] I. Rowland, Optimal nutrition: Fibre and phytochemicals, *Proc. Nutr. Soc.* 58 (1999) 415–419. doi:10.1093/bjps/axq039.
- [64] M. Nadeem, M. Abdullah, I. Hussain, Improvement of the oxidative stability of butter oil by blending with *Moringa Oleifera* oil, *J. Food Process. Preserv.* 38 (2014) 1491–1500. doi:10.1111/jfpp.12108.
- [65] M. Honga, K. Jakesb, Selective and extensive ¹³C labeling of a membrane protein for solid-state NMR investigations, *J. Biomol. NM.* 14 (1999) 4. doi:10.1116/1.584911.
- [66] W.T. Franks, D.H. Zhou, B.J. Wylie, B.G. Money, D.T. Graesser, H.L. Frericks, G. Sahota, C.M. Rienstra, Magic-angle spinning solid-state NMR spectroscopy of the β 1 immunoglobulin binding domain of protein G (GB1): ¹⁵N and ¹³C chemical shift assignments and conformational analysis, *J. Am. Chem. Soc.* 127 (2005) 12291–12305. doi:10.1021/ja044497e.

ANEXO 1: Avaliação do teor de umidade

O teor de umidade da torta de sementes prensadas foi avaliado de forma a se identificar e corrigir sua umidade, para em torno de 12%, a fim de favorecer o aumento do volume de óleo extraído das sementes. Os dados relacionados a esta análise, cujo procedimento encontra-se descrito no tópico 1.2 Metodologia, são exibidos nos quadros de 1 a 5 abaixo.

Data:	31/10/2018		t = 0h	T = 25°C
Vidro de Relógio (VR)	Massa do VR (g)	Massa pesa-filtro com tampa + VR (g)	Massa de amostra (torta) (g)	Massa total inicial (g)
V1	45,2671	72,6634	0,5008	73,1642
V2	45,3626	79,5530	0,5008	80,0538
V3	45,3935	80,1149	0,5001	80,6150

Quadro A.1 – Dados iniciais para mensuração do teor de umidade da torta resultante da prensagem das sementes de Moringa. Fonte: Autoria própria.

Data:	31/10/2018	01/11/2018	t = 24h	T = 103°C
Vidro de Relógio (VR)	Massa total inicial (g)	[Massa de amostra (torta) + massa VR] = P1 (g)	Varição (Massa total inicial - P1) = massa perdida (g)	% (massa perdida/ massa total inicial)
V1	73,1642	73,1405	0,0237	4,73
V2	80,0538	80,0279	0,0259	5,17
V3	80,6150	80,5905	0,0245	4,90

Quadro A.2 – Dados sobre as amostras: tempo na estufa igual a 24 horas. Após esta pesagem, as amostras foram armazenadas no dessecador até o dia 07/11/2018. Fonte: Autoria própria.

Data:	07/11/2018	08/11/2018	t = 21h	T = 105°C
Vidro de Relógio (VR)	[Massa de amostra (torta) + massa VR] = P3 (g)	[Massa de amostra (torta) + massa VR] = P4 (g)	Varição (Massa total inicial - P4) = massa perdida (g)	% (massa perdida/ massa total inicial)
V1	73,1464	73,1390	0,0252	5,03
V2	80,0343	80,0280	0,0258	5,15
V3	80,5972	80,5893	0,0257	5,14

Quadro A.3 – Dados sobre as amostras: tempo na estufa igual a 21 horas. Após esta pesagem, as amostras foram recolocadas na estufa até o dia 09/11/2018. Fonte: Autoria própria.

Data:	08/11/2018	09/11/2018	t = 33h	T = 105°C
Vidro de Relógio (VR)	[Massa de amostra (torta) + massa VR] = P4 (g)	[Massa de amostra (torta) + massa VR] = P5 (g)	Varição (Massa total inicial - P4) = massa perdida (g)	% (massa perdida/ massa total inicial)
V1	73,1390	73,1378	0,0264	5,27
V2	80,0280	80,0260	0,0278	5,55
V3	80,5893	80,5887	0,0263	5,26

Quadro A.4 – Dados sobre as amostras: tempo na estufa igual a 33 horas. Após esta pesagem, as amostras foram colocadas no dessecador até o dia 13/11/2018. Fonte: Autoria própria.

Data:	13/11/2018	13/11/2018	t = 8h	T = 105°C
Vidro de Relógio (VR)	[Massa de amostra (torta) + massa VR] = P6 (g)	[Massa de amostra (torta) + massa VR] = P7 (g)	Varição (Massa total inicial - P7) = massa perdida (g)	% (massa perdida/ massa total inicial)
V1	73,1424	73,1405	0,0237	4,73
V2	80,0328	80,0283	0,0255	5,09
V3	80,5964	80,5912	0,0238	4,76

Quadro A.5 – Dados sobre as amostras: tempo na estufa igual a 8 horas. Após esta pesagem, as amostras foram reservadas no dessecador. Fonte: Autoria própria

ANEXO II: Cálculo de Massa de água

- Massa de torta = 52,17 g = MT
- % de água na torta = 5%
- Massa de água na torta = X = 2,61 g

- % desejada de água na torta = 12
- Massa de água a ser adicionada à torta = Y

$$\frac{X + Y}{MT + Y} = 12\%$$

- Y ≅ 4 g