

Cofinanciado por:



UNIÃO EUROPEIA
Fundo Europeu
de Desenvolvimento Regional



Designação do projeto | AllNat - Using natural deep eutectic solvents for the extraction of bioactive compounds from plant material

Código do projeto | POCI-01-0145-FEDER-030463

Objetivo principal | O principal objetivo deste projeto é o desenvolvimento de processos de extração mais eficientes e sustentáveis de compostos bioativos da biomassa utilizando solventes eutéticos.

Região de intervenção | Norte e Centro

Entidade beneficiária | Instituto Politécnico de Bragança (IPB) | **Parceiros:** Universidade de Aveiro (UA).

Data de aprovação | 2018-02-27

Data de início | 2018-06-01

Data de conclusão | 2022-05-31

Custo total elegível | 238.725,80 Euros

Apoio financeiro | 202.916,93 Euros (FEDER); 35.808,87 (OE)

Estado | Ativo

Objetivos:

- Seleção preliminar dos solventes eutéticos mais adequados ao processo de extração de compostos fenólicos, através de estudos de solubilidade de compostos-modelo.
- Otimização das condições de operação de forma a maximizar o rendimento da extração e a bioatividade dos extratos obtidos.
- Desenvolvimento de uma formulação dermocosmética, por incorporação dos extratos de maior bioatividade.
- Desenvolvimento de processos de pré-concentração e fracionamento dos compostos bioativos a partir do extrato.

Atividades:

O projeto encontra-se organizado em oito atividades principais:

- 1- Caracterização química do extrato.
- 2- Seleção de solventes utilizando compostos modelo.
- 3- Otimização das condições de extração.
- 4- Estudos de bioatividade.
- 5- Desenvolvimento de géis hidrofílicos.
- 6- Pré-concentração do extrato.
- 7- Fracionamento do extrato.
- 8- Gestão do projeto e disseminação.

Principais resultados:

A composição e estrutura dos compostos fenólicos presentes em três matrizes naturais foi avaliada, bem como a sua bioatividade em diversas dimensões. Realizou-se a seleção inicial dos solventes, medindo-se a solubilidade de compostos fenólicos modelo (flavonoides e ácidos fenólicos) em solventes orgânicos convencionais e em solventes eutéticos. Depois, os solventes mais promissores foram

utilizados na etapa de extração e ptimizaram-se as condições operacionais. A bioatividade dos extratos com maior conteúdo em polifenóis foi caracterizada. O rendimento de extração em compostos fenólicos obtido com os solventes eutécticos selecionados foi semelhante ao obtido com solventes orgânicos voláteis convencionais, com a vantagem de poderem ser incorporados diretamente em formulações dermocosméticas, sem separação do solvente. Assim, incorporaram-se os extratos com melhor bioatividade em formulações dermocosméticas comerciais. Em paralelo, realizaram-se estudos fundamentais sobre propriedades físicas de solventes eutécticos bem como sobre fenómenos de hidrotropia associados à sua utilização em soluções aquosas. Desenvolveram-se ainda estratégias para a recuperação dos compostos fenólicos do extrato não volátil de DES. É ainda importante realçar que as metodologias desenvolvidas poderão ser alargadas a outros resíduos de biomassa.

Os principais resultados obtidos encontram-se nas seguintes publicações científicas em revistas internacionais SCI:

- (1) Teixeira, G.; Abranches, D. O.; Silva, L. P.; Vilas-Boas, S. M.; Pinho, S. P.; Ferreira, A. I. M. C. L.; Santos, L. M. N. B. F.; Ferreira, O.; Coutinho, J. A. P. Liquefying Flavonoids with Terpenoids through Deep Eutectic Solvent Formation. *Molecules* 2022, 27 (9), 2649. <https://doi.org/10.3390/molecules27092649>.
- (2) Lobo Ferreira, A. I. M. C.; Vilas-Boas, S. M.; Silva, R. M. A.; Martins, M. A. R.; Abranches, Dinis. O.; Soares-Santos, P. C. R.; Almeida Paz, F. A.; Ferreira, O.; Pinho, S. P.; Santos, L. M. N. B. F.; Coutinho, J. A. P. Extensive Characterization of Choline Chloride and Its Solid–Liquid Equilibrium with Water. *Physical Chemistry Chemical Physics* 2022, 24 (24), 14886–14897. <https://doi.org/10.1039/D2CP00377E>.
- (3) Besrou, N.; Oludemi, T.; Mandim, F.; Pereira, C.; Dias, M. I.; Soković, M.; Stojković, D.; Ferreira, O.; Ferreira, I. C. F. R.; Barros, L. Article Valorization of *Juglans Regia* Leaves as Cosmeceutical Ingredients: Bioactivity Evaluation and Final Formulation Development. *Antioxidants* 2022, 11 (4). <https://doi.org/10.3390/antiox11040677>.
- (4) Vilas-Boas, S. M.; Cordova, I. W.; Kurnia, K. A.; Almeida, H. H. S.; Gaschi, P. S.; Coutinho, J. A. P.; Pinho, S. P.; Ferreira, O. Comparison of Two Computational Methods for Solvent Screening in Countercurrent and Centrifugal Partition Chromatography. *Journal of Chromatography A* 2022, 1666. <https://doi.org/10.1016/j.chroma.2022.462859>.
- (5) Añibarro-Ortega, M.; Pinela, J.; Ćirić, A.; Lopes, E.; Molina, A. K.; Calhelha, R. C.; Soković, M.; Ferreira, O.; Ferreira, I. C. F. R.; Barros, L. Extraction of Aloesin from Aloe vera Rind Using Alternative Green Solvents: Process Optimization and Biological Activity Assessment. *Biology (Basel)* 2021, 10 (10). <https://doi.org/10.3390/biology10100951>.
- (6) Abranches, D. O.; Benfica, J.; Soares, B. P.; Ferreira, A. M.; Sintra, T. E.; Shimizu, S.; Coutinho, J. A. P. The Impact of the Counterion in the Performance of Ionic Hydrotropes. *Chemical Communications* 2021, 57 (23), 2951–2954. <https://doi.org/10.1039/D0CC08092F>.
- (7) Abranches, D. O.; Benfica, J.; Shimizu, S.; Coutinho, J. A. P. The Perspective of Cooperative Hydrotrophy on the Solubility in Aqueous Solutions of Cyrene. *Industrial & Engineering Chemistry Research* 2020, 59 (41), 18649–18658. <https://doi.org/10.1021/acs.iecr.0c02346>.
- (8) Abranches, D. O.; Benfica, J.; Shimizu, S.; Coutinho, J. A. P. Solubility Enhancement of Hydrophobic Substances in Water/Cyrene Mixtures: A Computational Study. *Industrial & Engineering Chemistry Research* 2020, 59 (40), 18247–18253. <https://doi.org/10.1021/acs.iecr.0c03155>.
- (9) Vilas-Boas, S. M.; Alves, R. S.; Brandão, P.; Campos, L. M. A.; Coutinho, J. A. P.; Pinho, S. P.; Ferreira, O. Solid-Liquid Phase Equilibrium of *trans*-Cinnamic Acid, *p*-Coumaric Acid and Ferulic Acid in Water and Organic Solvents: Experimental and Modelling Studies. *Fluid Phase Equilibria* 2020, 521. <https://doi.org/10.1016/j.fluid.2020.112747>.

- (10) Vieira, V.; Calhelha, R. C.; Barros, L.; Coutinho, J. A. P.; Ferreira, I. C. F. R.; Ferreira, O. Insights on the Extraction Performance of Alkanediols and Glycerol: Using *Juglans Regia* L. Leaves as a Source of Bioactive Compounds. *Molecules* 2020, 25 (11). <https://doi.org/10.3390/molecules25112497>.
- (11) Vieira, V.; Pereira, C.; Abreu, R. M. V.; Calhelha, R. C.; Alves, M. J.; Coutinho, J. A. P.; Ferreira, O.; Barros, L.; Ferreira, I. C. F. R. Hydroethanolic Extract of *Juglans Regia* L. Green Husks: A Source of Bioactive Phytochemicals. *Food and Chemical Toxicology* 2020, 137. <https://doi.org/10.1016/j.fct.2020.111189>.
- (12) Vilas-Boas, S. M.; Abranches, D. O.; Crespo, E. A.; Ferreira, O.; Coutinho, J. A. P.; Pinho, S. P. Experimental Solubility and Density Studies on Aqueous Solutions of Quaternary Ammonium Halides, and Thermodynamic Modelling for Melting Enthalpy Estimations. *Journal of Molecular Liquids* 2020, 300. <https://doi.org/10.1016/j.molliq.2019.112281>.
- (13) Finimundy, T. C.; Pereira, C.; Dias, M. I.; Caleja, C.; Calhelha, R. C.; Sokovic, M.; Stojković, D.; Carvalho, A. M.; Rosa, E.; Barros, L.; Ferreira, I. C. F. R. Infusions of Herbal Blends as Promising Sources of Phenolic Compounds and Bioactive Properties. *Molecules* 2020, 25 (9). <https://doi.org/10.3390/molecules25092151>.
- (14) Añibarro-Ortega, M.; Pinela, J.; Barros, L.; Ćirić, A.; Silva, S. P.; Coelho, E.; Mocan, A.; Calhelha, R. C.; Soković, M.; Coimbra, M. A.; Ferreira, I. C. F. R. Compositional Features and Bioactive Properties of Aloe vera Leaf (Fillet, Mucilage, and Rind) and Flower. *Antioxidants* 2019, 8 (10). <https://doi.org/10.3390/antiox8100444>.
- (15) Vilas-Boas, S. M.; Vieira, V.; Brandão, P.; Alves, R. S.; Coutinho, J. A. P.; Pinho, S. P.; Ferreira, O. Solvent and Temperature Effects on the Solubility of Syringic, Vanillic or Veratric Acids: Experimental, Modeling and Solid Phase Studies. *Journal of Molecular Liquids* 2019, 289. <https://doi.org/10.1016/j.molliq.2019.111089>.
- (16) Vieira, V.; Pereira, C.; Pires, T. C. S. P.; Calhelha, R. C.; Alves, M. J.; Ferreira, O.; Barros, L.; Ferreira, I. C. F. R. Phenolic Profile, Antioxidant and Antibacterial Properties of *Juglans Regia* L. (Walnut) Leaves from the Northeast of Portugal. *Industrial Crops and Products* 2019, 134, 347–355. <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2019.04.020>.
- (17) Vilas-Boas, S. M.; Brandão, P.; Martins, M. A. R.; Silva, L. P.; Schreiner, T. B.; Fernandes, L.; Ferreira, O.; Pinho, S. P. Solubility and Solid Phase Studies of Isomeric Phenolic Acids in Pure Solvents. *Journal of Molecular Liquids* 2018, 272, 1048–1057. <https://doi.org/10.1016/j.molliq.2018.10.108>.