

CONCENTRAÇÃO DE SOLUÇÕES EXTRATIVAS DE FOLHAS DE *Vitis vinifera* L. SOBRE MEMBRANA DE OSMOSE INVERSA

BASSANI, V.L.*; CASADEBAIG, J.**; JACOB, M.**

*FACULDADE DE FARMÁCIA, UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO SUL, PORTO ALEGRE, RS, BRASIL.

**FACULTÉ DE PHARMACIE, UNIVERSITÉ DE MONTPELLIER I, MONTPELLIER, FRANÇA.

INTRODUÇÃO: As técnicas de filtração tangencial sobre membrana tais como a microfiltração, ultrafiltração e osmose inversa (OI) são procedimentos que permitem a separação de compostos de tamanho e natureza diversas sem a intervenção de mudanças de estado físico ou utilização de calor. Tais técnicas proporcionam desta forma a preservação de compostos termolábeis e voláteis bem como um baixo consumo energético. As membranas de osmose inversa são capazes de separar compostos de peso molecular compreendidos entre 100 e 1000 e são freqüentemente relacionadas à separação de misturas de compostos de peso molecular semelhantes. A escolha da natureza química e da estrutura física apropriada da membrana é essencial para o sucesso de um procedimento de separação. A produção de água potável ou de irrigação pela dessalinização de água do mar foi uma das primeiras aplicações da osmose inversa (KO & GUY, 1988). Na indústria agro-alimentar a OI é empregada na clarificação, fracionamento ou concentração de sucos de frutas e soros obtidos na produção de queijo, bem como na produção de cervejas e vinhos contendo baixo teor alcoólico (FENTON-MAY *et al.*, 1971; MATSUURA *et al.*, 1974; NIELSEN, 1982; CUENAT *et al.*, 1985). Na indústria farmacêutica as membranas de OI são utilizadas na produção de água ultra-pura para injetáveis (PARISE, 1985) e na concentração de meios de cultura na produção de antibióticos termolábeis (FRIES, 1986). Investigações sobre a utilização da filtração tangencial sobre membrana de OI na preparação de extratos de *Rosmarinus officinalis* contendo baixo teor alcoólico foi recentemente relatada (BASSANI *et al.*, 1990). O presente trabalho descreve a aplicação desta técnica à concentração de soluções extrativas de folhas de *Vitis vinifera* de duas proveniências utilizando uma membrana de OI em poliamida. A influência desta técnica de concentração por membrana sobre a substância escolhida como referência (antocianos) é avaliada.

MATERIAL E MÉTODOS: Duas soluções extrativas aquosas de folhas de *Vitis vinifera* de diferentes proveniências foram preparadas a partir de pó adquirido no comércio (SE1) e a partir de pó de folhas coletadas no sul da França (*Vitis vinifera* L. var. Alicante-Bouschet) (SE2). As soluções extrativas foram preparadas por percolação dos pós em água numa relação planta:solvente de 1:5. Um módulo Millipore de osmose inversa foi utilizado para preparar os extratos concentrados. Este módulo é constituído de uma bomba Millipore tipo HPCF 130F, de um filtro Durapore de poros de 0,65 µm de diâmetro e de duas membranas Millipore CVDR 012 SO, composta, poliamida, configuração espiralada apresentando 1,39 m² de superfície filtrante; estas membranas foram caracterizadas, respectivamente, por taxas de rejeição ao NaCl de 85 e 94% e permeabilidade à água purificada de 11 e 13,9 l/h por m². Separadamente, 6,5 l de SE1 e SE2 foram previamente filtrados através do filtro Durapore e em seguida enviados sob pressão sobre membrana de OI. As frações retidas pelas membranas (concentrados) foram recicladas por 35 e 60 minutos, respectivamente, para SE1 e SE2. As frações aquosas que atravessaram as membranas constituíram os permeados. Os concentrados (C) e os permeados

(P) finais correspondentes às SE1 e SE2 são denominados, respectivamente, de C1, C2 e P1, P2. Após as experiências, o aparelho foi lavado com solução etanólica 25% e as soluções de lavagem foram denominadas L1 e L2. Todas as experiências foram conduzidas à temperatura ambiente que variou entre 15 e 25°C e a uma pressão hidráulica de 9 bar. As soluções extrativas iniciais, os concentrados, permeados e soluções de lavagem do módulo foram analisados no que se refere à determinação de pH, teor de antocianos totais e de sólidos solúveis totais. A velocidade de permeação das soluções através da membrana foi determinada. A determinação de pH foi realizada por potenciometria, de sólidos solúveis totais por gravimetria (resíduo seco) e a determinação de antocianos totais por espectrofotometria no visível com prévia extração dos mesmos em Soxhlet utilizando uma mistura de MeOH:HCl (99:1, v/v) como líquido extrator. O teor de antocianos totais foi expresso em cloreto de cianidol tendo sido obtido por comparação das densidades óticas (DO) de soluções padrão e amostra à 535 nm. A linearidade de resposta da experiência (DO x concentração) foi determinada utilizando-se concentrações de cloreto de cianidol em MeOH:HCl (99:1) de 5, 10, 12,5 e 15 µg/ml; a equação da curva foi estabelecida por regressão linear: $C = 9,345 X + 0,349$ onde C representa a concentração (µg/ml) e X a DO à 535 nm. O coeficiente de correlação foi de 0,9997.

RESULTADOS E DISCUSSÃO: Dois extratos concentrados (C1 e C2) de Vitis vinífera (2,7 e 3,2 l) foram respectivamente obtidos a partir de 6,5 l de soluções extrativas SE1 e SE2. C1 e C2 apresentaram valores de pH idênticos àqueles apresentados pelas SE1 e SE2, respectivamente, 6,0 e 4,6. A velocidade de permeação das soluções através das membranas, a concentração de sólidos solúveis totais bem como sua recuperação nos concentrados C1 e C2 são apresentados na tabela 1.

Tabela 1. Velocidade de permeação (l/h por m²), concentração (C_{ss}, g/l) e recuperação (R_{ss}, %) de sólidos solúveis totais nas frações das soluções de Vitis vinífera submetidas à filtração tangencial sobre membrana de OI

Fração	Tempo (min)	Velocidade de permeação	C _{ss}	R _{ss}
SE1	5	6,47	22,3	-
C1	50	1,21	38,3	72
SE2	5	3,70	29,9	-
C2	65	0,86	49,6	83

O aumento da concentração de sólidos solúveis totais de 22,27 à 38,28 g/l em SE1 e de 29,9 à 49,6 g/l em SE2, acrescido do fenômeno de polarização de concentração da membrana explicam a diminuição da velocidade de permeação, respectivamente de 6,47 à 1,21 l/h por m² e de 3,70 à 0,86 l/h por m². A

tabela 2 apresenta as concentrações e percentuais de recuperação de antocianos totais nas soluções SE1 e SE2 e nas frações C1, C2, P1 e P2.

Tabela 2. Concentração (C, µg/ml) e recuperação (R%) de antocianos totais nas frações de soluções de Vitis vinífera concentradas sobre membrana de OI

Fração	C	R%
SE1	43,7	-
SE2	162,4	-
C1	69,8	67,0
C2	291,9	89,8
P1	5,2	6,9
P2	3,1	1,0

Nas soluções L1 e L2 foram encontradas quantidades de antocianos correspondentes à diferença SE1-(C1+P1) e SE2-(C2+P2). A presença de maiores quantidades de antocianos sob forma não ionizada em SE1 (ph 6,0) e a taxa de rejeição iônica da membrana (85%) explicam a presença de maiores quantidades de antocianos em P1 que em P2. Para a solução extrativa de folhas de Vitis vinífera var. Alicantense-Bouschet onde os antocianos encontram-se em maior teor sob forma ionizada (pH 4,5) e a taxa de rejeição iônica da membrana é superior à 90%, a membrana apresenta uma excelente seletividade, permitindo uma recuperação de antocianos no extrato final de aproximadamente 90%.

CONCLUSÃO: A boa performance do módulo de OI empregado, a boa preservação dos compostos antocianínicos em soluções de pH 4,6 e o custo operacional pouco elevado nos permitem propor a utilização deste procedimento de concentração para a preparação de soluções concentradas ou pré-concentradas de folhas de Vitis vinífera L.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- BASSANI, V. *et al.* (1990). *Int. J. Pharm.*, **63**, 57-63.
 CUENAT, Ph. *et al.* (1985). *Rev. Suiss. Vitic. Arboric. Hortic.*, **17**, 367-371.
 FENTON-MAY, R.H. *et al.* (1971). *J. Food Sci.*, **36**, 14-21.
 FRIES, L.S. (1985). *World Biotech.*, **2**, 393-407.
 KO, A. e GUY, D.B. (1988). In: *Reverse osmosis technology application for high purity water production*, PAREKH, B.S. (ed.), Marcel Dekker: New York; pp 185-278.
 MATSUURA, T. *et al.* (1974). *J. Food Sci.*, **39**, 704-711.
 NIELSEN, C.E. (1982). *Brew. Distill. Int.*, **12**, 39-41.
 PARISE, P.L. *et al.* (1985). In: *Reverse osmosis and ultrafiltration*, SOURIRAJAN, S. e MATSUURA, T. (eds.) Am. Chem. Soc. Symposium Series: Washington, D.C., pp 298.