

UNIVERSIDADE FEDERAL DE ALAGOAS
CENTRO DE TECNOLOGIA – CTEC
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA QUÍMICA

DANIEL ANISIO DO NASCIMENTO COSTA

**ESTUDO DO PROCESSO DE EXTRAÇÃO DO ÓLEO DA MACAÚBA (*ACROCOMIA
INTUMESCENS*)**

Maceió (AL)

2016

DANIEL ANISIO DO NASCIMENTO COSTA

**ESTUDO DO PROCESSO DE EXTRAÇÃO DO ÓLEO DA MACAÚBA (*ACROCOMIA
INTUMESCENS*)**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-graduação em Engenharia Química da Universidade Federal de Alagoas, como requisito para obtenção do título de Mestre em Engenharia Química.

Orientadora: Prof.^a. Dr.^a Sandra Helena Vieira de Carvalho

Coorientador: Prof. Dr. João Inácio Soletti

Maceió (AL)

2016

Catálogo na fonte
Universidade Federal de Alagoas
Biblioteca Central
Divisão de Tratamento Técnico

Bibliotecária Responsável: Helena Cristina Pimentel do Vale

C837g Costa, Daniel Anísio do Nascimento.
Estudo do processo de extração do óleo da macaúba (*Acrocomia intumescens*)
/ Daniel Anísio do Nascimento Costa. – 2016.
84 f. : il., tabs., graf.

Orientadora: Sandra Helena Vieira de Carvalho.

Coorientador: João Inácio Soletti.

Dissertação (mestrado em Engenharia Química) – Universidade Federal de Alagoas. Centro de Tecnologia. Maceió, 2016.

Bibliografia: f. 77-84.

1. Macaúba. 2. *Acrocomia intumescens*. 3. Óleos vegetais – Extração mecânica.
4. Óleos vegetais – Extração com solventes. I. Título.

CDU: 665.3

Daniel Anísio do Nascimento Costa

**ESTUDO DO PROCESSO DE EXTRAÇÃO DO ÓLEO DA
MACAÚBA (*ACROCOMIA INTUMESCENS*)**

Dissertação apresentada à Universidade
Federal de Alagoas, como requisito para a
obtenção do Título de Mestre em Engenharia
Química

Aprovada em: Maceió, 25 de Maio de 2016.

BANCA EXAMINADORA

Sandra Carvalho

Prof^a. Dr^a. Sandra Helena Vieira de Carvalho (PPGEQ/UFAL – Orientadora)

João Inácio Soletti

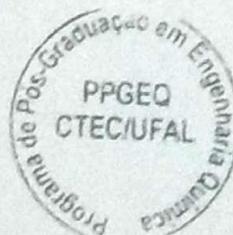
Prof. Dr. João Inácio Soletti (PPGEQ/UFAL – Coorientador)

Lucas Meili

Prof. Dr. Lucas Meili (PPGEQ/UFAL)

Johnnatan Duarte de Freitas

Prof. Dr. Johnnatan Duarte de Freitas (IFAL)



Dedico este trabalho aos meus pais, José Daniel Costa e Cléa Costa do Nascimento.

AGRADECIMENTOS

Primeiramente a Deus, por iluminar minha trajetória e pelas bênçãos concedidas.

A minha mãe, Cléa Costa, que me confortou durante os momentos mais difíceis, por todo o afeto, carinho e amor. Ao meu pai, Daniel Costa, pela compreensão, apoio, e por ser minha referência.

A minha namorada, Paula, por todos os momentos compartilhados, tanto de alegria quanto de dificuldade, pelo constante incentivo e encorajamento, e por toda a ajuda para a elaboração e conclusão deste trabalho.

Aos meus irmãos, Rodrigo e Diogo, por tornarem o meu dia-a-dia mais leve e menos estressante. A minha irmã, Daniele, por toda a brandura e ao meu irmão Dântani, pelo qual tenho grande admiração.

As minhas tias Cristiane e Carla, aos meus tios Cláudio e Daltinho, meus primos Lula e Ícaro e ao meu avô Demar, pelos momentos de felicidade, os quais por muitas vezes aliviaram minhas tensões, esclareceram meus pensamentos e me fortaleceram para continuar minha jornada.

Ao CNPQ por ter possibilitado e financiado essa pesquisa.

Aos meus amigos e colegas de pós-graduação, pelos momentos de aprendizado.

A minha orientadora, Prof.^a Dr.^a. Sandra Helena Vieira de Carvalho, pela oportunidade e ao meu coorientador Prof. Dr. João Inácio Soletti pelos ensinamentos e incentivo.

Aos colegas do Laboratório de Sistema de Separação e Otimização de Processos (LASSOP), pelo apoio na realização deste trabalho.

A todos os profissionais do Centro de Tecnologia da Universidade Federal de Alagoas que contribuíram de alguma forma para minha formação profissional e pessoal, principalmente, ao corpo docente de Engenharia Química, por me capacitarem.

RESUMO

A macaúba-barriguda (*Acrocomia intumescens*) é uma espécie de palmeira de comum ocorrência na Zona da Mata nordestina, com o fruto bastante consumido *in natura* pela população. Tanto sua polpa quanto sua amêndoa produzem óleos com propriedades pouco estudadas. O objetivo deste trabalho foi analisar a eficiência do processo de extração do óleo da amêndoa e da polpa da macaúba através de prensagem mecânica e da extração por solvente (lixiviação) com auxílio de um planejamento experimental. A caracterização biométrica dos frutos foi realizada com o auxílio de paquímetro e balança analítica. A polpa foi extraída, após secagem a 60°C, com uma faca, e as amêndoas foram retiradas através de uma prensa mecânica e secas na mesma temperatura, até atingirem massa constante. Na extração mecânica por prensa hidráulica, foram utilizadas as pressões: 330; 412,5; 495 e 577,5 kgf/cm². Para a lixiviação foi elaborado um planejamento fatorial 2³ completo, onde foram utilizadas três variáveis: tempo de extração, solvente e método de extração, em dois níveis de controle, inferior e superior, sendo o tempo definido em 3 horas e 6 horas, o solvente em hexano e isopropanol e o método de extração do óleo em soxhlet padrão e extração contínua. Os planejamentos fatoriais da extração do óleo da polpa e da amêndoa apresentaram resultados aproximadamente semelhantes, sendo o tempo de extração o fator mais significativo, seguido pelo solvente e as demais interações. A extração na pressão de 577,5 kgf/cm² apresentou a maior quantidade de óleo extraído, com 24,1 gramas de óleo em 100 g de polpa e 21,7 gramas de óleo para a mesma massa inicial de amêndoa. O maior rendimento em óleo obtido nos planejamentos experimentais foi superior a 31% para a amêndoa, utilizando a extração contínua, com o isopropanol como solvente por 6 horas de extração, e superior a 38% para a polpa nas mesmas condições. Os óleos extraídos foram caracterizados de acordo com a umidade, densidade, pH e índice de acidez. O óleo da amêndoa se mostrou propício a utilização para fins de produção de biodiesel, de acordo com as especificações desejadas, com exceção da densidade, a qual foi superior ao indicado. A combinação de extração mecânica e extração por solvente nas pressões inferiores se mostrou boa opção quanto ao teor de óleo obtido, apresentando resultados superiores aos encontrados através da pressão mecânica para as pressões superiores.

PALAVRAS-CHAVE: Macaúba; oleoquímica; extração mecânica; lixiviação; solvente.

ABSTRACT

The macaúba-barriguda (*Acrocomia intumescens*) is a palm tree species with common occurrence in the northeastern forest zone. The fruit is widely consumed in natura by the population. Both the pulp and the almond produce oils with unstudied properties. The objective of this study was to analyze the efficiency of macauba's almond and pulp oil extraction process through mechanical pressing and solvent extraction (leaching) with the help of an experimental design. The biometric characterization of the fruits was performed with the aid of a pachymeter and analytical balance. The pulp was extracted with a knife after drying at 60 ° C and the almonds were removed through a mechanical press and dried at the same temperature until reaching the constant mass. In mechanical extraction by the hydraulic press were used these pressures: 330; 412.5; 495 and 577.5 kgf/cm². For the leaching, a complete 23 factorial design was elaborated. Three variables were used: extraction time, solvent and extraction method, in two levels of control: inferior and superior, the time being defined in 3 hours and 6 hours, the solvent In hexane and isopropanol and the method of extracting the oil in standard soxhlet and continuous extraction. The factorial design of the pulp and almond oil extraction showed approximately similar results, being the time of extraction the most significant factor, followed by the solvent and the other interactions. The pressure extraction of 577.5 kgf/cm² showed the highest amount of extracted oil with 24.1 grams of oil in 100 g of pulp and 21.7 grams of oil for the same initial mass of almond. The highest oil yield obtained in the experimental design was higher than 31% on the almond using continuous extraction, with isopropanol as the solvent for 6 hours of extraction, and higher than 38% for the pulp under the same conditions. The extracted oils were characterized according to the humidity, density, pH, and acidity index. The oil almond proved suitable to use for purposes of biodiesel production according to the desired specifications. The exception was the density, which was higher than indicated. The combination of mechanical extraction and solvent extraction at lower pressures proved to be a good option for oil content, presenting higher results than those obtained through mechanical pressure at higher pressures.

KEYWORDS: Macaúba; oleochemicals; mechanical extraction; leaching; solvent.

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

<i>Figura 1</i> – Distribuição da macaúba no Brasil	20
<i>Figura 2</i> – A) Fruto da macaúba com casca; B) Polpa do fruto após retirada da casca; C) Endocarpo do fruto após retirada da polpa; D) Amêndoa da macaúba após quebra do endocarpo	21
<i>Figura 3</i> – Aproveitamento do fruto e dos resíduos da macaúba	23
<i>Figura 4</i> – Fluxograma de extração industrial dos óleos da polpa e da amêndoa de macaúba	25
<i>Figura 5</i> – A) Macaubeira; B) Cachos da macaúba em formação; C) Frutos maduros caídos	36
<i>Figura 6</i> – Fruto da macaúba: A) Fruto com casca; B) Casca; C) Fruto sem casca; D) Polpa do fruto; E) Castanha protegendo a amêndoa; F) Castanho quebrada; G) Amêndoa; H) Amêndoa cortada	37
<i>Figura 7</i> – Prensa hidráulica utilizada na extração de óleo	39
<i>Figura 8</i> – Extrator Soxhlet	41
<i>Figura 9</i> – Extração de óleo da polpa em função do tempo	54
<i>Figura 10</i> – Extração do óleo da amêndoa em função do tempo	55
<i>Figura 11</i> – Diagrama de Pareto em função dos valores estatísticos	58
<i>Figura 12</i> – Efeito do tempo em função do solvente e do método de extração sobre o teor de óleo da polpa	59
<i>Figura 13</i> – Efeito do solvente em função do tempo e do método de extração sobre o teor de óleo da polpa	60
<i>Figura 14</i> – Efeito do método de extração em função do tempo e do solvente sobre o teor de óleo da polpa	61
<i>Figura 15</i> – Valores observados e valores previstos pelo modelo estatístico	62
<i>Figura 16</i> – Superfície de resposta para o teor de óleo da polpa obtida em função do solvente e tempo (h)	63

<i>Figura 17</i> - Superfície de resposta para o teor de óleo da polpa obtida em função do método de extração e tempo (h)	64
<i>Figura 18</i> – Superfície de resposta para o teor de óleo da polpa obtida em função do solvente e método de extração	64
<i>Figura 19</i> – Diagrama de Pareto em função dos valores estatísticos	67
<i>Figura 20</i> – Efeito do tempo em função do solvente e do método de extração sobre o teor de óleo da amêndoa	68
<i>Figura 21</i> – Efeito do solvente em função do tempo e do método de extração sobre o teor de óleo da amêndoa	69
<i>Figura 22</i> – Efeito do método de extração em função do tempo e do solvente sobre o teor de óleo da amêndoa	70
<i>Figura 23</i> – Gráfico de valores observados e valores previstos pelo modelo estatístico	71
<i>Figura 24</i> – Superfície de resposta para o teor de óleo obtida em função do solvente e tempo (h)	72
<i>Figura 25</i> – Superfície de resposta para o rendimento em óleo obtida em função do método de extração e tempo (h)	73
<i>Figura 26</i> – Superfície de resposta para o rendimento em óleo obtida em função do solvente e método de extração	73

LISTA DE TABELAS

<i>Tabela 1</i> – Distribuição do gênero <i>Acrocomia</i> no Brasil	20
<i>Tabela 2</i> - Composição de ácido graxos (%) para o óleo da polpa do fruto de macaúba	26
<i>Tabela 3</i> - Composição de ácido graxos (%) para o óleo da amêndoa da macaúba	27
<i>Tabela 4</i> – Planejamento fatorial completo 2^3 para polpa e para amêndoa	43
<i>Tabela 5</i> – Matriz experimental codificada do planejamento fatorial para polpa e amêndoa	44
<i>Tabela 6</i> – Caracterização biométrica do fruto da macaúba	47
<i>Tabela 7</i> – Teor de óleo e umidade da amêndoa dos frutos coletados entre junho e fevereiro no Paraná	48
<i>Tabela 8</i> – Análises físico-químicas do óleo de polpa e da amêndoa da macaúba	49
<i>Tabela 9</i> – Resultados para a extração mecânica da polpa da macaúba	52
<i>Tabela 10</i> – Resultados para a extração mecânica da amêndoa da macaúba	52
<i>Tabela 11</i> – Comparativo do teor de óleo obtido por extração mecânica e extração por solvente	54
<i>Tabela 12</i> – Dados experimentais para o cálculo do teor de óleo da polpa	56
<i>Tabela 13</i> – Matriz do planejamento fatorial 2^3 para a polpa	57
<i>Tabela 14</i> – Efeitos calculados para o planejamento fatorial completo 2^3 para a polpa	58
<i>Tabela 15</i> – Análise de variância (ANOVA) para o teor de óleo obtido a partir da extração da polpa da macaúba	62
<i>Tabela 16</i> – Dados experimentais para o cálculo do teor de óleo da amêndoa	65
<i>Tabela 17</i> – Matriz do planejamento fatorial 2^3 para amêndoa	66
<i>Tabela 18</i> - Efeitos calculados para o planejamento fatorial completo 2^3 para a amêndoa	67
<i>Tabela 19</i> – Análise de variância (ANOVA) para o teor de óleo obtido a partir da extração da amêndoa da macaúba	72
<i>Tabela 20</i> – Teor médio de óleo para extração por etanol	74

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	14
2	OBJETIVOS	18
2.1	GERAL	18
2.2	ESPECÍFICOS	18
3	REVISÃO DA LITERATURA E FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA	19
3.1	PALMEIRA E FRUTO DA MACAÚBA	19
3.2	ÓLEO VEGETAL	22
3.3	ÁCIDOS GRAXOS	23
3.4	ÓLEO DA MACAÚBA	25
3.5	EXTRAÇÃO	27
3.6	EXTRAÇÃO POR PRENSAGEM	28
3.7	EXTRAÇÃO POR SOLVENTE	29
3.8	VARIÁVEIS QUE INFLUENCIAM NO PROCESSO DE EXTRAÇÃO POR SOLVENTE	31
3.8.1	Temperatura de extração	31
3.8.2	Tempo de extração	32
3.8.3	Quantidade de solvente	32
3.8.4	Umidade do grão	32
3.8.5	Tamanho e forma das partículas do grão	33
3.8.6	Tipos de Solvente	33
4	METODOLOGIA	36
4.1	MATÉRIA-PRIMA	36

4.2	CARACTERIZAÇÃO BIOMÉTRICA DA MACAÚBA	37
4.3	TEOR DE UMIDADE DA AMÊNDOA E DA POLPA	37
4.4	SECAGEM DA AMÊNDOA	38
4.5	PROCESSOS DE EXTRAÇÃO DE ÓLEO	38
4.5.1	Extração por prensagem mecânica	38
4.5.2	Determinação do teor de óleo da extração mecânica	39
4.5.3	Extração por solvente através do método Soxhlet Padrão	40
4.5.4	Extração por solvente (Extração contínua)	41
4.5.5	Determinação do teor de óleo da extração por solvente	41
4.6	CARACTERIZAÇÃO DO ÓLEO DA POLPA E DA AMÊNDOA DE MACAÚBA	42
4.6.1	Índice de acidez	42
4.6.2	Densidade	42
4.6.3	Umidade	42
4.6.4	pH	43
4.7	PLANEJAMENTO FATORIAL COMPLETO 2 ³ PARA EXTRAÇÃO DE ÓLEO POR SOLVENTE	43
4.8	DETERMINAÇÃO DO TEOR DE ÓLEO DA POLPA E DA AMÊNDOA DA MACAÚBA	44
4.9	EXTRAÇÃO POR SOLVENTE UTILIZANDO ÁLCOOL ETÍLICO	44
5	RESULTADOS E DISCUSSÃO	46
5.1	CARACTERIZAÇÃO BIOMÉTRICA DA MACAÚBA	46
5.2	TEOR DE UMIDADE DA AMÊNDOA	47
5.3	TEOR DE UMIDADE DA POLPA	48
5.4	CARACTERIZAÇÃO DO ÓLEO DA POLPA E AMÊNDOA	49

5.4.1 Índice de acidez	49
5.4.2 Densidade	50
5.4.3 Umidade	50
5.4.4 pH	50
5.4.5 Determinação do teor de óleo da polpa e da amêndoa da macaúba	50
5.5 EXTRAÇÃO MECÂNICA DE ÓLEO DA POLPA E DA AMÊNDOA DA MACAÚBA	52
5.6 ANÁLISE DO PLANEJAMENTO FATORIAL COMPLETO 2³ PARA EXTRAÇÃO DE ÓLEO POR SOLVENTE	55
5.6.1 Planejamento fatorial 2 ³ para extração do óleo da polpa da macaúba	56
5.6.2 Modelo estatístico e Análise de Variância (ANOVA)	61
5.6.3 Planejamento fatorial 2 ³ para extração do óleo da amêndoa da macaúba	64
5.6.4 Modelo estatístico e Análise de Variância (ANOVA)	70
5.6.5 Extração utilizando etanol como solvente	74
6 CONCLUSÃO E SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	75
REFERÊNCIAS	77

1 INTRODUÇÃO

Com o passar dos anos, é cada vez mais comum ouvir que o mundo está à beira de um colapso. Os motivos são conhecidos: mudanças climáticas, acelerado crescimento populacional, o consumo desenfreado de recursos naturais, entre outros. A tendência é que com o passar dos anos, cada vez mais seja demandado do planeta, e caso não ocorram modificações, o colapso será inevitável. Uma das chaves para essa mudança, passa pela composição da matriz energética mundial. O consumo dos combustíveis fósseis, principalmente a partir do século XVIII com o advento da revolução industrial, se caracteriza como essencial. De fato, o petróleo e seus derivados, junto ao carvão, correspondem as maiores fontes de energia primária, porém, tratam-se dos grandes “vilões” quando abordada as questões ambientais conhecidas, como, chuva ácida, danos à camada de ozônio e aquecimento global. Além disso, o esgotamento das reservas de combustíveis fósseis existentes está tornando os processos de produção mais onerosos.

Existe uma clara necessidade de diversificação da matriz energética mundial, com um maior investimento em energias renováveis, as quais são virtualmente inesgotáveis, limitadas apenas à quantidade de energia que é possível extrair com relação ao tempo. Energia eólica, solar e hidráulica são exemplos dessas energias renováveis, assim como os biocombustíveis, os quais são fontes de energia renováveis oriundas de produtos vegetais e animais.

O Brasil, por ser um país com dimensões continentais e apresentar clima favorável ao cultivo e criação de diversas espécies vegetais e animais, possui grandes oportunidades de melhorar e identificar fontes de energia alternativa, potencializando ainda mais a característica de ter a cadeia energética diversificada.

Dentre os principais biocombustíveis é possível se destacar o biodiesel. Biodiesel é o nome dado a um tipo de combustível produzido a partir de óleos e gorduras de origem vegetal ou animal e de álcoois simples. A produção convencional de biodiesel comercial é baseada na utilização de culturas energéticas comestíveis como a soja, a canola, o óleo de palma e o de coco (LIM *et al.*, 2010). O que torna necessário o estudo de novas fontes independentes de óleos de origem vegetal.

A macaúba é uma palmeira de ampla distribuição geográfica, que se estende do México à Argentina, embora sua ocorrência seja mais abundante nas Antilhas, Costa Rica, Paraguai e Brasil (RETTORE; MARTINS, 1983). Segundo Henderson *et al.* (1995), a espécie distribui-se ao longo da América tropical e subtropical, estando ausente no Equador e Peru. No

território brasileiro, ocorre desde os estados de São Paulo e do Rio de Janeiro, passando por Minas Gerais, toda região Centro-Oeste, pelo Nordeste e Norte do Brasil, sendo também encontrada na região sul (AQUINO *et al.*, 2008). Além de macaúba, é conhecida no Brasil por bocaiuva, coco-baboso, coco-de-catarro, coco de espinho, macacaúba, macaíba, macaibeira, macajuba, macaúva, mucaíá, mucajá e mucajaba (FRUITS, 2005).

A macaúba apresenta características como adaptabilidade a regiões com restrições hídricas em determinadas épocas do ano, rusticidade, cultivo que pode ser usado para reflorestamento, recuperação de áreas degradadas, ou projetos urbanísticos, possibilidade de consórcio com gramíneas e leguminosas para a utilização na pecuária e aproveitamento completo dos frutos e sua produção estimada por hectare é de 4.000 L de óleo vegetal, 1.200 kg de carvão vegetal, e 5.300 kg de farelo para rações (MIRISOLA FILHO, 2009).

Há diversas espécies de macaúbas, com diferentes genótipos, sendo que estas vem despertando interesse socioeconômico como fonte de matéria-prima para fins alimentícios, medicinais e industriais (COIMBRA, 2011). A palmeira *Acrocomia intumescens* Drude, popularmente conhecida como macaúba-barriguda, espécie estudada neste trabalho, habita a Mata Atlântica e mata de brejos de altitude do Nordeste, ocorrendo ao longo do sul de Alagoas, Ceará, Paraíba, Pernambuco e Bahia (centro de endemismo ao norte do rio São Francisco) (LORENZI *et al.*, 2004; LORENZI *et al.*, 2010).

O fruto da macaúba possui grande potencial produtivo, uma vez que o mesmo pode ser aproveitado por completo. A macaúba possui quatro partes distintas: uma casca fina e rígida de proteção da polpa, destinada a produção de ração e suplemento alimentar; a polpa, fonte de óleo que possui fibras e sua cor varia entre amarelo claro e laranja-escuro; a casca interna, utilizada como carvão, conhecida como endocarpo e protege a amêndoa, localizada dentro desta casca mais dura e é fonte de óleo (PINTO; MIRANDA, 2010). O fruto da macaúba é constituído por duas fontes de óleo mais expressivas: o mesocarpo/polpa e amêndoa. O óleo da amêndoa é rico em ácido láurico, o qual é comumente utilizado no mercado dos óleos insaturados para a indústria de cosméticos e farmacêutica. O óleo da polpa apresenta maior concentração de ácido oleico, o qual atualmente tem grande utilização no setor de produção de biocombustível (CICONINI, 2012; MELO, 2012).

O óleo de macaúba pode ser obtido por diferentes processos de extração, entre eles a extração mecânica e a extração sólido-líquido. O processo de extração sólido-líquido é realizado quando se deseja obter compostos retidos na matriz do alimento (JENSEN, 2011). Neste tipo de processo, utiliza-se um solvente que irá permear o sólido e solubilizar os compostos, os quais, por difusão, serão transportados até a interface externa do sólido, de onde

a mistura rica no soluto migrará por convecção para o seio da solução. Logo, a extração depende do sólido e do solvente selecionado, sendo que a utilização de diferentes solventes leva a obtenção de extratos com diferentes concentrações dos constituintes. Neste sentido, o processo de extração é, frequentemente, influenciado pela temperatura, tamanho da partícula de sólido, tipos de solvente, proporção entre solvente e soluto e tempo de extração (JENSEN, 2011).

O solvente mais utilizado na extração comercial de óleos vegetais é o hexano, porém, este carrega consigo grande preocupação devido à sua alta toxicidade, inflamabilidade, ser obtido de fonte não renovável, além de ser um grande agente poluidor do meio ambiente quando não recuperado de forma adequada (SAWADA, 2012). A utilização de solventes alternativos se faz cada vez mais necessária, no intuito de agregar segurança e sustentabilidade ao processo de extração.

Entre os solventes alternativos citados, os álcoois de cadeia curta, especialmente etanol e isopropanol, tem sido propostos devido à sua maior segurança operacional, baixa toxicidade, capacidade de serem produzidos por fontes biorenováveis, extraírem óleos de boa qualidade, além de melhorarem as características sensoriais e funcionais do farelo desengordurado (TIR *et al.*, 2012).

A extração por prensagem, utiliza, em geral, prensas contínuas de alta pressão que podem ser usadas com pequenas e rápidas adaptações, para vários tipos de oleaginosas (THOMAS, 2003). As pesquisas sobre a extração de óleos vegetais estão sendo retomadas buscando-se a melhoria do processo contínuo e a prensa mecânica contínua ou *expeller* é um método simples, adaptável a diversos tipos de oleaginosas e, em curto espaço de tempo, permite a instalação em pequenas propriedades e o uso do subproduto (torta) como adubo ou ração animal (SINGH; BARGALE, 2000).

O trabalho está dividido em seis partes. A primeira parte é composta pela introdução, onde está sendo construída uma visão geral sobre o trabalho. Na segunda parte, os objetivos do trabalho serão abordados, enquanto que na etapa posterior, focou-se na abordagem da revisão da literatura, a qual será estruturada da seguinte forma:

- Palmeira e fruto da macaúba;
- Óleo vegetal;
- Óleo da macaúba;
- Extração de óleo;
- Extração por prensagem;
- Extração por solvente;

- Variáveis que influenciam no processo de extração;

A quarta parte aborda a metodologia aplicada para o desenvolvimento do trabalho, enquanto que na quinta etapa, estão expostos os resultados e discussão. Em seguida, estão as conclusões e as sugestões para futuros trabalhos.

2 OBJETIVOS

2.1 GERAL

Analisar a eficiência dos processos de extração mecânica e sólido-líquido dos óleos da amêndoa e da polpa da macaúba-barriguda em escala laboratorial.

2.2 ESPECÍFICOS

- Caracterização biométrica da macaúba;
- Estudo do processo de extração mecânica do óleo da polpa e da amêndoa da macaúba;
- Estudo do processo de lixiviação do óleo da polpa e da amêndoa da macaúba;
- Identificação de parâmetros que possam influenciar o rendimento das extrações por solvente através de planejamento experimental;
- Caracterização do óleo da polpa e da amêndoa da macaúba.

3 REVISÃO DA LITERATURA E FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA

A revisão da literatura está estruturada da seguinte forma: palmeira e fruto da macaúba, óleos vegetais e óleo da macaúba, formas de extração do óleo e variáveis que influenciam o processo de extração do óleo.

3.1 PALMEIRA E FRUTO DA MACAÚBA

A palmeira macaúba, em termos taxonômicos é classificada da seguinte forma: Reino: *Plantae*, Divisão: *Angiospermae*, Classe: *Monocotyledoneae*, Subclasse *Espadiciflorae*, Tribo: *Cocoinae*, Família: *Arecaceae (Palmae)*, Subfamília: *Cocosoideae*, Ordem: *Principes*, Super Ordem: *Arecanae*, Gênero: *Acrocomia*, Espécie: *aculeata*, Nome científico: *Acrocomia aculeata (Jacq.) Lodd. ex Mart* (GRIN, 2015). Por ser um gênero com ampla dispersão geográfica, podem ocorrer variações morfológicas dentro das mesmas espécies, sendo necessários estudos para caracterizar este gênero. A *Acrocomia aculeata (Jacq.) Lodd. ex Mart.* apresenta *Acrocomia intumescens Drude* como sua sinonímia, sendo esta a de maior ocorrência na região nordeste do Brasil, incluindo o estado de Alagoas (LORENZI, 2006; CICONINI, 2012).

A macaúba distribui-se ao longo da América tropical e subtropical, desde o Sul do México e Antilhas, até o sul do Brasil, chegando ao Paraguai e Argentina, estando ausente no Equador e Peru. Grupamentos importantes ocorrem em Minas Gerais, Ceará, Mato Grosso, Mato Grosso do Sul, Paraguai, Argentina e Bolívia, sendo mais abundante na região do cerrado (SILVA, 2009). É considerada a palmeira de maior dispersão no Brasil, pois sua ocorrência se dá praticamente em todo o território do país (Figura 1), sendo sua ausência em áreas litorâneas, montanhosas, alagadiças ou regiões geladas (LORENZI, 2006). No Brasil existem três principais espécies de macaúbas: *Acrocomia aculeata*, *Acrocomia totai* e *Acrocomia intumescens*. A *Acrocomia aculeata* encontra-se distribuída em campos abertos no Cerrado, *Acrocomia totai* ocorre no Pantanal e região e *Acrocomia intumescens* ocorre nos estados de Pernambuco, Ceará e Alagoas (LORENZI, 2006). Deve-se levar em consideração que a área de ocorrência da palmeira macaúba sofreu redução com o uso do solo para a agricultura, pecuária, desmatamento e devido ao crescimento urbano. Diversas áreas que apresentavam a palmeira em abundância no passado, hoje apresentam em baixa densidade (SILVA, 2011).

A palmeira macaúba-barriguda, *Acrocomia intumescens*, apresenta ocorrência natural e restrita na Região Nordeste do Brasil e contém características singulares, sendo a única do gênero existente nessa parte do território brasileiro. O caule é bojudo na sua parte mediana, dando-lhe um aspecto de “barriguda”, o que a torna distinta de outras espécies. Algumas espécies não dispõem de espinhos ao longo do estipe, exceto próximo à coroa; enquanto outras espécies apresentam espinhos distribuídos circularmente ao redor do estipe, podendo cobrir toda a sua extensão, desde a base até a coroa (SILVA, 2007). A tabela 1 apresenta as várias espécies, com sua sinonímia e as áreas de ocorrência dentro do território brasileiro e a Figura 1 ilustra a distribuição da macaúba no mapa do Brasil.

Tabela 1 – Distribuição do gênero *Acrocomia* no Brasil

Espécies	Nomes regionais	Estados de ocorrência
<i>A. aculeata</i>	Macaúba, bocaúva, coco baboso, coco catarro	MG, MS, PA, RJ, SP
<i>A. intumescens</i>	Macaúba, macaúba-barriguda, camaúba	PE, AL, BA, e PA
<i>A. glaucophylla</i>	Bocaúva, bocaiúba, macujá	AM, GO e MS
<i>A. mokayaba</i>	Macajaúba e mbocaúva	MT
<i>A. odorata</i>	Bocaúva dos pantanais	MS
<i>A. microcarpa</i>	Mucujá, mbocaiá	AM
<i>A. eriocantha</i>	Mocaiá, mucajá	AM
<i>A. wallaceana</i>	Mocaiá, mbocaiá	PA e AM
<i>A. totai</i>	Mocaiá, mbocaiá	MT, MS, PR

Fonte: Adaptado de Silva (2007)

Figura 1 – Distribuição da macaúba no Brasil

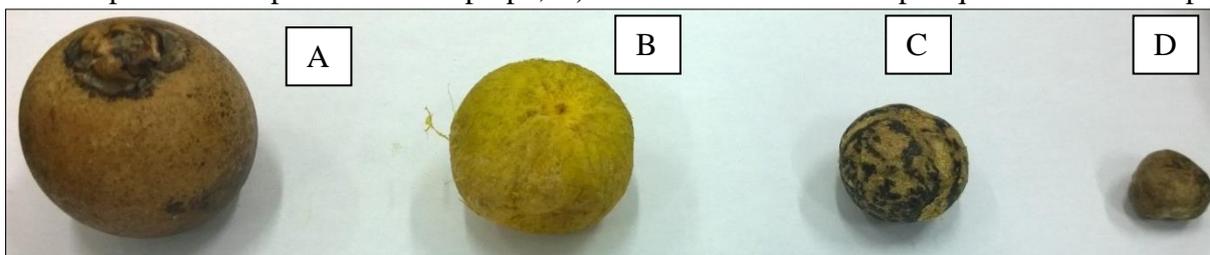


Fonte: Pindorama Guia visual

Cada planta de macaúba produz, geralmente, 3 a 4 cachos, sendo que a maturação dos frutos no cacho ocorre de forma não uniforme. O ponto de colheita é quando os frutos começam a se desprender do cacho, indicando que todo o cacho está com maturação suficiente para o processamento (CARVALHO *et al.*, 2011).

Quanto sua caracterização biométrica, os frutos são esféricos com diâmetro variando de 2,5 a 5,0 cm, sendo dispostos em cachos. São formados por cerca de 20% de casca, 40% de polpa, 33% de endocarpo e 7% de amêndoa. O epicarpo (casca) apresenta coloração marrom-amarelada e se rompe facilmente quando maduro. O mesocarpo (polpa) é comestível, fibroso, de sabor adocicado, de coloração amarela ou esbranquiçada. O endocarpo é fortemente aderido à polpa, sendo muito rígido e de coloração negra. A amêndoa é oleaginosa comestível que permanecem envolvidas pelo endocarpo (CICONINI, 2012). A Figura 2 mostra o fruto da macaúba.

Figura 2 – A) Fruto da macaúba com casca; B) Polpa do fruto após retirada da casca; C) Endocarpo do fruto após retirada da polpa; D) Amêndoa da macaúba após quebra do endocarpo



Fonte: Autor (2016)

O fruto de macaúba é constituído por duas fontes de óleo: o mesocarpo/polpa e amêndoa, que possuem alto teor de óleo e podem ser utilizadas para a produção de biodiesel. Os resultados correspondentes ao rendimento em teor de óleo, extraídos da polpa e da amêndoa, são expressivos para que a palmeira macaúba seja considerada uma fonte de matéria-prima oleosa. (RODRIGUES, 2007; MELO, 2012).

O processamento de alimentos de origem vegetal gera grandes quantidades de subprodutos. A eliminação destes resíduos representa um alto custo para o produtor, bem como um potencial impacto negativo sobre o meio ambiente. Muitos desses subprodutos podem ser utilizados como matéria-prima nas indústrias de alimentos, cosméticos e farmacêuticas, e podem servir como uma fonte valiosa de compostos bioativos (WIJNGAARD *et al.*, 2012). Embora o país apresente a terceira maior produção de frutos frescos e processados, e a maior produção de frutos tropicais em todo o mundo, os estudos sobre a reutilização desses resíduos são escassos (SANTOS *et al.*, 2015).

Entre as vantagens do cultivo da macaúba, vale salientar a obtenção de insumos energéticos ou alimentícios através do aproveitamento da palmeira por completo, como por exemplo: folha para forragem para bovino/equino ou produções artesanais, tronco para construções em geral, raízes como diurético e o fruto para usos industriais e alimentícios (SILVA, 2009). Dentre outras vantagens, a fácil adequação a diversos tipos de solos presentes no Brasil, assim como a alta resistência a queimadas, pragas, secas e doenças, o possível aproveitamento dos espaços desocupados entre as palmeiras, possibilitando plantios intercalares de outras oleaginosas, ou de culturas para fins alimentícios (SILVA, 2011). O início do ciclo produtivo da palmeira ocorre a partir dos cinco ou seis anos de plantio, prolongando-se por oitenta a cem anos (SILVA, 2007).

A exploração de frutos da macaúba tem sido praticada no Paraguai desde 1940 (MARKLEY, 1956). Onde, em 2011 cerca de 5000 toneladas de óleo de amêndoa foram comercializadas (POETSCH *et al.*, 2012).

Do processo de extração dos óleos da macaúba são gerados alguns subprodutos como, a casca, fonte de energia através de briquetagem, endocarpo, fornecendo carvão de alta qualidade, torta da polpa e torta da amêndoa, ricas em proteínas. A Figura 3 ilustra possíveis aplicações para o fruto da macaúba e seus resíduos.

3.2 ÓLEO VEGETAL

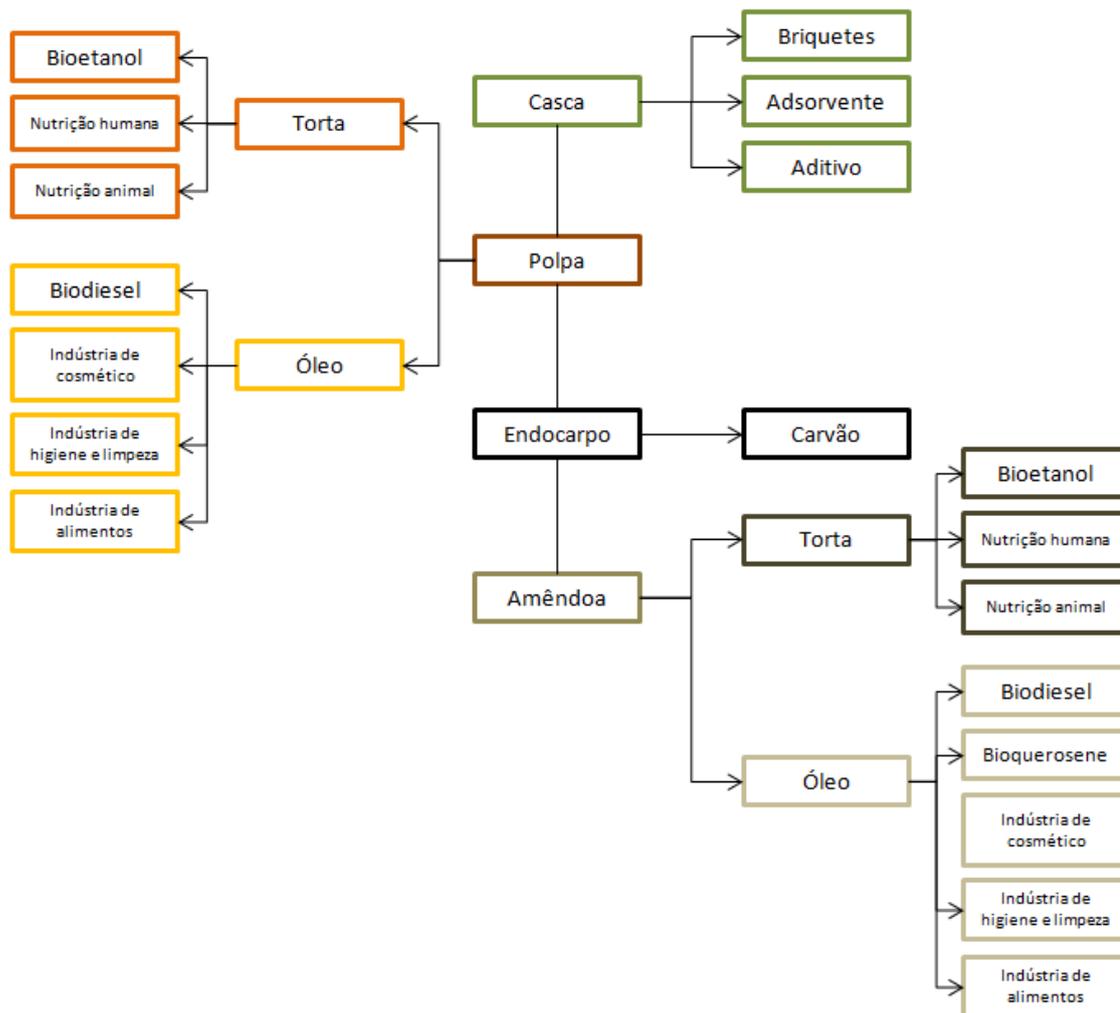
Os óleos vegetais são produtos naturais constituídos por moléculas de triglicerídeos, compostos por uma molécula de glicerol associada a três moléculas de ácidos graxos, em sua maioria contendo cerca de 12 a 20 átomos de carbono e até duas duplas ligações. Os óleos vegetais podem ser obtidos de espécies chamadas oleaginosas, isto é, espécies vegetais que apresentem um elevado teor de óleo em sua composição, tais como o grão de soja, a semente de girassol, a mamona, o milho, a amêndoa de babaçu, o buriti, a polpa ou a amêndoa de dendê, o grão de amendoim, a semente de colza ou canola, entre muitas outras (YOUNG, 2015).

Existem duas grandes utilizações para o óleo vegetal: alimentar e industrial. Dentro do setor industrial, tem-se mais comumente: combustível (biodiesel e bioquerosene), cosméticos, higiene e limpeza, pintura, lubrificante, farmacêutico entre outros produtos à base de óleo. O consumo de óleo vegetal no Brasil tem se intensificado com políticas públicas voltadas para inserção de biocombustíveis na matriz energética. O Governo Federal brasileiro tem incentivado o aproveitamento dos óleos vegetais como fonte de energia renovável através do Programa Nacional de Produção e Uso do Biodiesel (PNPB), criado por Decreto Lei em 23 de

dezembro de 2003 e complementado pela Lei nº 11.097 de 13 de janeiro de 2005 (NUNES, 2013).

Nos óleos vegetais, os ácidos graxos mais comuns dentre os saturados são: láurico (C12:0), palmítico (C16:0) e esteárico (C18:0). Dentre os insaturados são: oleico (C18:1), linoleico (C18:2) e linolênico (C18:3) (SCRIMGEOUR, 2005).

Figura 3 – Aproveitamento do fruto e dos resíduos da macaúba



Fonte: Adaptado de Melo (2012)

3.3 ÁCIDOS GRAXOS

Os lipídeos são insolúveis em água e têm grandes regiões da sua superfície composta de hidrocarbonetos com poucos grupos polares. A sua aversão à água é responsável pelo efeito hidrofóbico, que impulsiona a estabilidade da membrana lipídica. Os ácidos graxos são os blocos de construção básicos de membranas complexas e, por isso, são amplamente responsáveis pela sua estrutura, fluidez e função. São conceituados como ácidos carboxílicos

alifáticos com cadeias longas, as quais podem ser lineares ou ramificadas, saturadas ou insaturadas. Os ácidos graxos saturados não apresentam ligações duplas e, ao contrário dos insaturados, que contêm uma ou mais ligações duplas, não podem ser modificados por hidrogenação ou halogenação. Também são altamente resistentes à oxidação, uma vez que não têm ligações duplas suscetíveis. Ademais, todos os ácidos graxos de cadeia longa têm solubilidade em água muito limitada, mas são solúveis em solventes orgânicos (KUMARI *et al.*, 2013; STILLWELL, 2013).

Além disso, sob a forma de fosfoglicerídeos e triglicerídeos, estes ácidos são os principais componentes das membranas celulares de óleos vegetais e gorduras animais, e as suas cadeias acilo hidrófobas podem ser usadas para a produção de biocombustíveis. Eles são biossintetizados naturalmente por um sistema multienzimático, chamado ácido graxo sintase (FAS), usando malonil-CoA como um bloco de construção. As cadeias de ácidos graxos são alongadas em proteínas transportadoras de acila (ACPs), através de ciclos repetidos de *condensação descarboxilativa*, redução de β -cetona, desidratação e redução de enol. Ácidos graxos de cadeia longa podem ser liberados, a partir da ACP, por hidrólise catalisada pela tioesterase (PERALTA-YAHYA *et al.*, 2012).

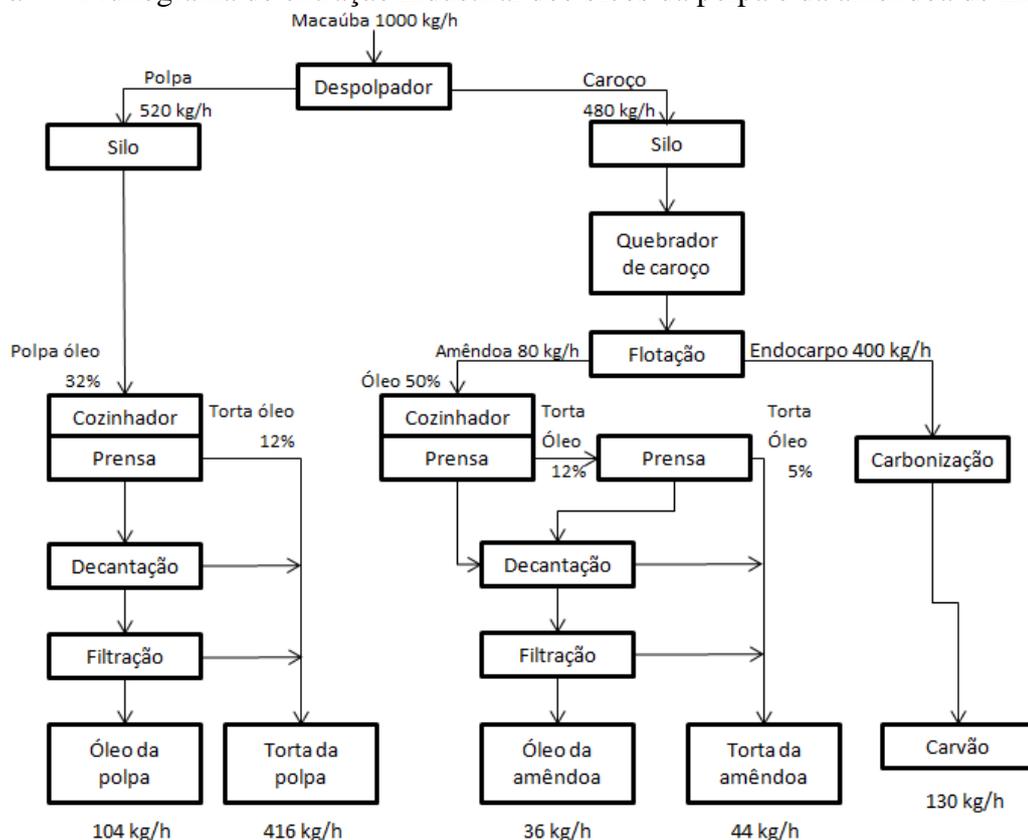
Os ácidos graxos poli-insaturados não são sintetizados pelos mamíferos, neste caso, eles são obtidos por meio dos alimentos. Estão reunidos nas famílias ômega-3 e ômega-6. A primeira inclui o ácido α -linolênico (ALA ou C18:3 n -3), o ácido eicosapentaenoico (EPA ou C20:5 n -3) e o ácido docosaenoico (DHA ou C22:6 n -3). Enquanto a segunda é composta pelo ácido γ -linolênico (GLA ou C18:3 n -6), ácido linoleico (LA), ácido araquidônico (ARA ou C20:4 n -6) e ácido linolênico conjugado (CLA). Esta nomenclatura envolve o número de carbonos presentes na cadeia alifática, o número de ligações duplas, suas posições e configurações. O ácido linoleico é encontrado praticamente em todos os alimentos, tais como carnes, laticínios, legumes, óleos vegetais, cereais, frutas, nozes, sementes e pães. Já o γ -linolênico é produzido no corpo como um produto do metabolismo de LA, mas também pode ser encontrado em alguns óleos de plantas. O ácido mais abundante nos seres humanos é o araquidônico, presente em órgãos, músculos e tecidos de sangue, além de ter um importante papel como um lipídeo estrutural associado predominantemente com os fosfolipídios. Ainda é o principal ômega-6 presente no cérebro (BÉLIGON *et al.*, 2016).

3.4 ÓLEO DA MACAÚBA

A macaúba tem uma produtividade de mais de 4000 litros de óleo por hectare, o que se compara com a produtividade do óleo de dendê e palma (aproximadamente 6000 litros de óleo por hectare) (MELO, 2012; KALTNER *et al.*, 2004). A soja produz aproximadamente 400 litros de óleo por hectare, enquanto outras culturas agrônômicas como o girassol, o milho e a mamona produzem aproximadamente 800 litros, 160 litros e 1200 litros respectivamente (SILVA, 2007). Em geral, essas culturas produzem óleo mais precocemente, mas a produção em óleo por hectare é bem menor que as culturas perenes, como as palmeiras de macaúba, que levam mais tempo para a obtenção da primeira colheita, mas produzem muito mais óleo. O início do ciclo produtivo da palmeira macaúba ocorre a partir dos cinco ou seis anos de plantio, prolongando-se por oitenta a cem anos (SILVA, 2007).

O processo de extração dos frutos fornece dois tipos de óleos: o óleo da polpa e o óleo da amêndoa. Os teores de óleo são ligeiramente maiores na polpa em relação à amêndoa. A extração industrial do óleo da polpa é realizada por despulpamento, secagem e prensagem dos frutos como ilustra a Figura 4.

Figura 4 – Fluxograma de extração industrial dos óleos da polpa e da amêndoa de macaúba



Fonte: Adaptado de Carvalho *et al.* (2011)

O óleo extraído da polpa da macaúba, que corresponde a 18,2% do peso do fruto seco, possui uma composição em ácidos graxos insaturados que o consagra entre os óleos de alta qualidade, principalmente em razão do alto teor de ácido oleico (53 a 55%), o seu principal constituinte (SZPIZ *et al.* 1989). A composição em ácidos graxos da polpa de macaúba possui altos teores em ácido oleico (C18:1) (DUARTE *et al.*, 2010). A Tabela 2 ilustra a composição em ácidos graxos do óleo da polpa da macaúba estudado por Rettore; Martins (1983) e para 3 espécies da macaúba estudadas por Duarte *et al.* (2010).

Tabela 2 - Composição de ácido graxos (%) para o óleo da polpa do fruto de macaúba

Ácido graxo	Composição (%)			
	DUARTE <i>et al.</i> (2010)	IHA <i>et al.</i> (2014)	COIMBRA (2011)	RETTORE; MARTINS (1983)
C8:0 (Caprílico)	-	-	-	0,45
C10:0 (Cáprico)	-	-	-	0,27
C12:0 (Láurico)	-	-	0,39	1,97
C14:0 (Mirístico)	-	-	0,38	0,45
C16:0 (Palmítico)	14,2	25	24,6	18,7
C16:1 (Palmitoleico)	1,3	6	4,27	4,0
C18:0 (Esteárico)	3,6	5	1,08	2,8
C18:1 (Oleico)	62,6	52	52,57	53,4
C18:2 (Linoleico)	17,0	11	13,8	17,7
C18:3 (Linolênico)	1,0	1	2,26	1,50
C20:0 (Araquidônico)	0,2	-	-	-

Fonte: Autor (2016)

O alto teor de ácido oleico é favorável do ponto de vista da estabilidade oxidativa do óleo para produção de biodiesel e o baixo teor de ácidos graxos saturados diminui a tendência de cristalização devido à temperatura (DUARTE *et al.*, 2010).

O óleo extraído da amêndoa tem alto teor de ácido láurico (38-45%) alcançando altos valores no mercado, sendo utilizado na indústria de cosméticos e ultimamente para a produção de bioquerosene, visando o setor de aviação (SILVA, 2009). A Tabela 3 apresenta a composição média de ácidos graxos presentes no óleo da amêndoa da macaúba.

A amêndoa da macaúba contém ácido láurico em teores bastante elevados, característica esta que se assemelha ao óleo de coco e de babaçu por exemplo. Este fato facilita

a reação de transesterificação, pois os ésteres láuricos são compostos de cadeias curtas que interagem mais eficaz e efetivamente com o agente transesterificante e com o catalisador, de modo a se obter um produto, biodiesel, de excelentes características físico-químicas (LIMA *et al.*, 2007).

Tabela 3 - Composição de ácido graxos (%) para o óleo da amêndoa da macaúba

Ácido graxo	Composição (%)			
	DUARTE <i>et al.</i> (2010)	CARVALHO (2013)	COIMBRA (2011)	RETTORE; MARTINS (1983)
C8:0 (Caprílico)	4,3	6,7	3,67	6,2
C10:0 (Cáprico)	3,6	4,5	2,79	5,3
C12:0 (Láurico)	36,7	37,3	32,58	43,6
C14:0 (Mirístico)	8,9	10,2	9,21	8,5
C16:0 (Palmítico)	7,0	8,5	8,25	5,3
C16:1 (Palmitoleico)	-	-	-	2,3
C18:0 (Estearíco)	3,2	3,5	2,24	2,4
C18:1 (Oleico)	30,2	24,7	36,27	25,5
C18:2 (Linoleico)	4,1	3,8	3,82	3,3
C18:3 (Linolênico)	-	-	-	1,9
C20:0 (Araquidônico)	0,2	-	-	-

Fonte: Autor (2016)

3.5 EXTRAÇÃO DE ÓLEO

A grande maioria das frutas e sementes contém componentes de alto valor na estrutura de suas células como óleos e gorduras. A extração de óleos vegetais pode ser realizada através de diferentes processos de extração como: destilação a vapor (destilação por arraste), extração por fluídos supercríticos, extração por prensagem hidráulica mecânica, extração por solvente e entre outros. Estas operações dependem do tipo e da qualidade da matéria-prima. A diversidade de fontes de oleaginosas implica uma grande variabilidade nos teores de óleo, sendo que a prensagem e extração por solventes são os principais processos, usados para a extração de óleos e gorduras de sementes oleaginosas (WHITE, 1992). Neste trabalho serão abordados dois tipos de extração, a extração por prensagem e a extração por solvente, ambas possuem custos reduzidos e são de fácil aplicação, sendo as comumente mais utilizadas em produção laboratorial e de larga escala.

3.6 EXTRAÇÃO POR PRENSAGEM

A prensagem mecânica é o método mais popular para eliminar o óleo das sementes oleaginosas. A operação em uma prensa mecânica é simples, não exigindo mão de obra qualificada para seu manuseio; é um sistema facilmente adaptável a diversos tipos de oleaginosas, bastando para isso alguns simples ajustes mecânicos, e todo o processo de expulsão do óleo é contínuo e feito em um curto espaço de tempo. No início do processamento, há um grande volume constituído dos grãos. Esses grãos serão prensados e transformados em um volume bem inferior (torta) no final da prensagem. A desvantagem deste processo é a ineficiência do sistema, que deixa entre 8 e 14% de óleo na torta (PIGHINELLI, 2007). Esse método de extração apresenta maior segurança, simplicidade do processo, favorece a qualidade do óleo bruto e não há presença de resíduos químicos, tanto para o óleo quanto para a torta (PIMENTA, 2010).

A eficiência na extração está por demais relacionada ao aquecimento e teor de umidade dos grãos. O aquecimento quebra as células de óleo facilitando sua saída e o teor de umidade é o fator que mais afeta a quantidade de óleo residual. A otimização das variáveis envolvidas no processo, temperatura e teor de umidade das amostras, auxilia no aumento do rendimento torta (PIGHINELLI *et al.*, 2009). A otimização destes fatores desnatura a proteína e diminui a viscosidade do óleo, permitindo que as gotas de óleo se unam formando uma gota maior mais facilmente removida durante a extração do óleo na prensagem, porém, a desnaturação da proteína pode ocasionar a inativação das enzimas, algumas das quais podem degradar a qualidade do óleo e da torta (WIESENBERN *et al.*, 2002).

Na extração por prensagem, verifica-se ainda que o rendimento na extração também é influenciado pela pressão e tempo de prensagem. Desta forma, um rendimento máximo pode não ser vantajoso, economicamente, devendo-se otimizar as condições de pressão e tempo, conforme os critérios financeiros e operacionais (WAN, 1991).

Os tipos de prensas utilizadas para a extração de óleos podem ser definidos em batelada e contínua. A prensa contínua tipo *Expeller* comumente é a mais utilizada para o processo contínuo (PIMENTA, 2010). Neste equipamento a massa de grãos é alimentada continuamente na prensa através de um alimentador, onde são comprimidos a uma alta pressão (4 a 35 Mpa) exercido por um eixo de rosca sem fim, que provoca ruptura das paredes celulares, permitindo que os glóbulos de óleo escapem. Enquanto o óleo é eliminado, a massa de sólidos comprimida segue pelo eixo da prensa, sendo descartado ao final do trecho (SINGH; BARGALE, 2000).

A prensagem em batelada geralmente é realizada através da prensa hidráulica. A prensagem hidráulica normalmente é realizada em combinação com a extração por solvente, pela sua menor eficiência na retirada de óleo, a menos que seja aplicada alta pressão, o que reduziria o conteúdo de óleo residual na torta a até 5%, dispensando o subsequente uso do solvente (MORETTO; FETT, 1998). Prensas hidráulicas são constituídas por um pistão, acionado hidráulicamente, que comprime o material contido em um cesto provido de orifícios para saída do líquido prensado, em ciclos de tempo e pressões definidas (NUNES, 2013).

Trabalhos com a utilização de prensas hidráulicas para a extração de óleo de frutos da subespécie macaúba-barriguda são escassos, porém, resultados indicados pelo planejamento fatorial produzido por Silva (2009), que realizou a extração de óleo da polpa da macaúba em uma prensa piloto hidráulica (CARVER), analisando diferentes pré-tratamentos, como a secagem da amostra com fluxo de ar a 60 °C e secagem em micro-ondas, diferentes níveis de hidrólise enzimática, tempo de extração variando entre 1 ou 2 horas e pressão constante de 352 ou 703 kg/cm². Indicou que o aumento da pressão de 352 para 703 kg/cm² aumentou a eficiência de extração de 51% para 66%, enquanto que a elevação do tempo de extração de 1 para 2 horas não representou aumento significativo no rendimento da extração, assim como o método de secagem. Extração de óleo de chichá (*Sterculia striata*) realizada por Gomes Filho (2013), em uma prensa hidráulica, do mesmo modelo utilizado neste trabalho, na pressão de 495 kgf/cm² e variando a massa entre 100, 200, 300 e 400 gramas, identificou que as extrações realizadas com massas menores se mostraram mais eficientes, em decorrência da melhor compactação das sementes. Volumes muito grande de semente são difíceis de compactar, reduzindo o rendimento da prensa hidráulica (GOMES FILHO, 2013). Experimentos realizados por Gomes Filho (2013) também confirmaram que apenas uma 1 hora de extração foi o suficiente para a extração de mais de 80% do óleo presente na amostra, tornando inviável o aumento do tempo de extração. Extração de óleo da polpa de Buriti realizada por Nunes (2013) em prensa hidráulica na pressão de 412,5 kg/cm², obteve rendimentos próximos aos encontrados através da extração por solvente.

3.7 EXTRAÇÃO POR SOLVENTE

A extração por solvente é um fenômeno de transporte de massa de uma fase para outra, com o propósito de separar um ou mais componentes, a partir de afinidade do que se deseja extrair com o composto químico utilizado. No caso da extração de óleo (lipídios), deve separá-lo principalmente dos carboidratos e proteínas. O êxito de uma extração desse tipo depende do

tratamento prévio que é realizado na amostra (CUSTODIO, 2003). Este processo também é conhecido como lixiviação ou ainda extração sólido-líquido. A solução obtida chamada de miscela (óleo mais solvente) é removida do extrator e encaminhada para um evaporador para a remoção do solvente. Depois que o solvente é removido completamente, obtém-se um extrato concentrado (PEREIRA, 2009).

Independentemente do teor de óleo inicial do material a extrair, o emprego do solvente tem a vantagem de garantir um completo desengorduramento do grão, produzindo um resíduo com menos de 1% de óleo (CORREIA, 2009).

O material a ser extraído é previamente triturado e laminado, para facilitar a penetração do solvente. O óleo aparece no material submetido à extração na forma de uma camada ao redor das partículas das sementes trituradas e laminadas, que é recuperado por processo simples de dissolução ou contido em células intactas, que é removido do interior destas por difusão. Como resultado a extração consiste em dois processos: um deles rápido e fácil, o de dissolução; e o outro mais demorado dependente da difusão da mistura óleo e solvente através da parede semipermeável. Assim, durante a extração, a velocidade de desengorduramento da semente é no começo muito rápido, decrescendo com o decorrer do processo (CORREIA, 2009).

O extrator Soxhlet é usado para extração de substâncias sólidas por solventes quentes. Na extração Soxhlet padrão, o sistema permite que certa quantidade de solvente, puro, passe várias vezes na amostra formando um ciclo. Cada ciclo corresponde a uma lavagem, teoricamente total da amostra sólida (OLIVEIRA *et al.*, 2011). Nesta extração, a matriz vegetal moída é colocada em um recipiente cônico ou cilíndrico, de vidro ou de metal, através do qual é feito passar o líquido extrator, usualmente solvente orgânico (RIBEIRO, 2007). As mais notáveis vantagens que o método Soxhlet apresenta são: a amostra sempre está em contato com o solvente, havendo sua constante renovação; a temperatura do sistema mantém-se relativamente alta, visto que o calor aplicado para o processo de evaporação é constante; é uma metodologia muito simples, que não requer treinamento especializado, e que possibilita a extração de uma maior quantidade de óleo em relação a outros métodos, sem a necessidade de filtração da micela (mistura óleo e solvente) após o término da extração, pois a amostra esteve envolta no cartucho durante todo o procedimento. Os principais inconvenientes são: o longo tempo requerido para a extração e o grande volume de solvente utilizado, o qual não é somente de alto custo, mas também pode ser nocivo à saúde e ao meio ambiente (BRUM, 2004). Trata-se de um processo realizado em bateladas, ou seja, uma quantidade de entradas (fonte de óleo) é adicionada ao processo e passa por uma transformação (extração) e o resultado desse processo

são dois produtos, a miscela e a torta desengordurada, onde há acúmulo de solvente junto à amostra. (ANDRADE *et al.*, 2015).

A extração contínua possui os mesmos princípios da extração através do método soxhlet, sendo a única diferença o não acúmulo de solvente durante o processo, de forma que o solvente flui constantemente através da amostra oleaginosa.

A extração por solvente (hexano) foi estudada por Conceição *et al.* (2012) em frutos de palmeiras da espécie *Acrocomia intumescens*, localizadas em Nossa Senhora do "Óh" - Pernambuco. O processo forneceu teor de óleo acima de 40% para a polpa e para a amêndoa da macaúba. Enquanto Nascimento *et al.* (2016) estudou a extração através do método soxhlet, utilizando hexano e etanol como solventes, de frutos provenientes da cidade de Recife. Estudos da extração por solvente do óleo do fruto da macaúba barriguda também foram realizados por Bora (2004), com frutos colhidos na Paraíba e por Silva *et al.* (2015), que estudou o fruto da macaúba-barriguda coletada na cidade de Recife, ambos utilizando o hexano como solvente.

3.8 VARIÁVEIS QUE INFLUENCIAM NO PROCESSO DE EXTRAÇÃO POR SOLVENTE

Os principais fatores que podem influenciar o rendimento do processo de extração de óleo são: temperatura, tempo, quantidade de solvente, umidade do grão, tamanho e forma das partículas, tipo de solvente.

3.8.1 Temperatura de extração

Nos estudos de Thomas (2003) foi constatado que a temperatura é importante para a extração porque, à medida que ela aumenta, a viscosidade diminui e aumenta a solubilidade do óleo. Menores viscosidades e maiores solubilidades resultam em maiores taxas de extração. Quando o grão é aquecido, o teor de água é ligeiramente reduzido e as proteínas perdem suas propriedades. Assim, o óleo que está presente nas células pode se aglutinar para formar grandes gotículas, que se extraem mais facilmente.

Processo semelhante ocorre na extração por prensagem, onde os principais benefícios do aquecimento estão relacionados ao aumento na capacidade de extração e no rendimento, além de eliminar a toxidade ou constituintes não desejados do óleo ou da torta. O aumento no rendimento pode ser explicado pela quebra ocorrida nas células de óleo, pela coagulação de

proteínas e pela diminuição da viscosidade do óleo que torna seu fluxo mais fácil (PIGHINELLI, 2007).

3.8.2 Tempo de extração

O tempo influencia na taxa de extração porque a dissolução e a transferência de massa requerem tempo. O tempo necessário depende do tipo do grão, do seu pré-tratamento e do equipamento utilizado. Com o aumento do tempo, a concentração de óleo restante na matéria-prima diminui (THOMAS, 2003).

3.8.3 Quantidade de solvente

Conforme Thomas (2003) a quantidade de solvente no processo de extração depende da composição do grão, ou seja, quanto maior o teor de fibras maior a quantidade de solvente necessária. Logicamente, uma maior quantidade de solvente resultará em um maior rendimento de extração.

3.8.4 Umidade do grão

Antes do condicionamento, da redução do tamanho e do floculamento dos grãos, o processo que precede a preparação inclui o ajuste prévio do teor de umidade. O valor da umidade do grão deve ser ajustado ao ótimo (abaixo de 10%). Sendo uma substância polar a água dificulta a entrada do solvente na matéria-prima e também reduz o coeficiente de difusão, mas uma certa taxa de umidade também é necessária, pois dá a matéria-prima uma elasticidade, impedindo-a de esmigalhar-se em partículas, o que prejudicaria a percolação. Além do mais, à medida que aumenta a quantidade de água, aumenta a proporção de componentes polares no óleo (THOMAS, 2003).

No caso da extração por prensagem, estudos de otimização relataram a importância de se definir uma faixa ótima para o teor de umidade, já que foi observado que valores muito altos reduzem a fricção da massa de grãos, causando um baixo rendimento, já valores muito baixos prejudicam o funcionamento da prensa. Foi concluído que uma diminuição no teor de umidade e um aumento na temperatura melhoram o rendimento em óleo (PIGHINELLI, 2008).

3.8.5 Tamanho e forma das partículas do grão

O tamanho e forma das partículas da matéria-prima tem um papel importante no sucesso da extração. Correia (2009) verificou que se faz necessário a redução da partícula para que haja um aumento de porosidade e, como consequência, uma maior interação entre o solvente e o material oleaginoso. Analogamente, Schneider (2002) estudou que é necessária à laminação ou trituração das sementes para a diminuição da granulometria das partículas de grãos, facilitando a penetrabilidade do fluido nas partículas. O controle do tamanho da partícula do grão pode ser feito por um sistema de trituração e peneiramento, sendo o óleo proveniente da laminação aproveitado no processo.

Para Thomas (2003), as partículas têm que permitir uma percolação adequada do solvente, ou seja, as partículas têm que ser bastantes grandes. Porém, o tamanho da partícula precisa permitir uma boa extração de cada partícula e, para isso, elas devem ser bastante finas.

3.8.6 Tipos de Solvente

As principais características de um solvente para a sua utilização no processo de extração são: alta solubilidade a elevadas temperaturas e baixa a temperatura ambiente, alta seletividade a triacilgliceróis, em alguns casos é necessário que o solvente extraia materiais indesejados da amostra, para que seja possível comercializar a torta, posteriormente, baixa inflamabilidade a fim de previr acidentes, estabilidade a fim de prevenir contaminação óleo e do farelo, inertes ao contato com equipamentos, alta pureza e grande ofertas e baixos preços (CUSTODIO, 2003).

O solvente mais empregado na extração de óleos de matrizes oleaginosas é um destilado de petróleo contendo uma mistura de isômeros de hexano (faixa de ebulição de 65 a 71 °C) conhecido industrialmente como hexana. A hexana pode apresentar de 45 a 70% de n-hexano, composto que é considerado como neurotoxina nos Estados Unidos da América devido sua toxicidade comprovada em altas concentrações (HAMMOND *et al.*, 2005). O hexano é o solvente orgânico mais utilizado no processo de extração por ser o mais seletivo, possuir estreita faixa de ebulição e ser imiscível com a água, o que evita misturas azeotrópicas (MORETTO; FETT, 1998). Porém, para cada tonelada de grão processado, cerca de 2 a 3 litros de hexano são perdidos para o meio ambiente. O fato de ser obtido de fonte não renovável além de ser tóxico e altamente inflamável estimulam o interesse em substituir o hexano por um solvente alternativo (GUARIENTE *et al.*, 2012; EPA, 2000).

Álcoois de cadeia curta possuem características favoráveis a extração de óleo. Etanol e isopropanol, especialmente, têm sido propostos como solventes alternativos de extração devido, também, à sua maior segurança (TIR *et al.*, 2012). Solventes alcoólicos são menos tóxicos que o n-hexano e mais seguros devido ao maior ponto de inflamação, possuem facilidade de adaptação às instalações do processo industrial já existente e permitem a extração de óleo a partir de farelos com elevado teor de umidade (SETH *et al.*, 2007; GANDHI *et al.*, 2003). Em geral, a extração com estes solventes alcoólicos fornece óleos mais puros, com teores mais elevados de óleo neutro e que requerem menos refino. Além disso, também se obtêm um farelo de melhor qualidade, pois compostos e substâncias indesejáveis também são removida (BAKER; SULLIVAN, 1983). Devido a maior polaridade dos solventes alcoólicos, ocorre maior extração de açúcares, fosfatídeos, pigmentos e ceras em comparação com a extração com hexano (OLIVEIRA *et al.*, 2011).

Além do fato do etanol ser um solvente biodegradável, possuir baixo grau de inflamabilidade e toxicidade, existem evidentes vantagens do ponto de vista econômico, uma vez que o etanol é produzido em larga escala no Brasil e pode ser facilmente recuperado, para posterior reutilização no processo. Um estudo minucioso dos problemas operacionais relacionados a substituição do hexano pelo etanol para a extração de óleo vegetal realizado por Rittner (1992), concluiu que a substituição é totalmente viável, devendo ou não ser adotada de acordo com a análise econômica do processo de produção. Estudos empregando o etanol como solvente na extração de óleo não são novidades, existem registros de experimentos desse tipo realizados na década de 30. Em função do alto custo do etanol em comparação ao hexano, esta produção foi descontinuada. A partir da década de 50 surgiram mais estudos com emprego do etanol (CAPELLINI, 2013). Naturalmente, existem diversos estudos da aplicação do etanol como solvente de extração para diversos frutos e sementes (SINEIRO *et al.*, 1998; GANDHI *et al.*, 2003; MOREAU *et al.*, 2005; SETH *et al.*, 2007; OLIVEIRA *et al.*, 2012; ANSOLIN *et al.*, 2015). Extração de óleo da macaúba através do método soxhlet utilizando etanol, foi realizado por Nascimento *et al.* (2016), obtendo valores em teor de óleo superiores aos encontrados através da extração utilizando o hexano, tanto para a polpa quanto para a amêndoa. O mesmo comportamento foi encontrado por Nascimento *et al.* (2016) para a polpa da macaúba, quando o método de extração utilizado foi a extração por fluidos supercríticos.

Alguns autores sugerem que o isopropanol é melhor solvente do que o etanol, em razão do óleo extraído ser significativamente mais estável à oxidação induzida pela temperatura (CAPELLINI, 2013). Ultimamente, diversos estudos foram realizados utilizando o isopropanol como solvente para extração de óleo de diversas oleaginosas através do método soxhlet

(ZHANG *et al.*, 2002; SETH *et al.*, 2007; OLIVEIRA *et al.* 2013; DUTTA *et al.*, 2014; RAMLUCKAN *et al.*, 2014; ANSOLIN *et al.*, 2015). Os resultados obtidos indicam a viabilidade da utilização do isopropanol como solvente para extração de óleos. Para a macaúba, informações quanto a extração de óleo utilizando o isopropanol são escassas. A extração do óleo do fruto da macaúba-barriguda proveniente do Ceará foi estudada por Trentini *et al.* (2016), através da extração por solvente a baixa pressão, utilizando diferentes solventes (hexano, acetato de etila e isopropanol), obtendo maiores rendimentos em óleo na utilização do isopropanol.

4 METODOLOGIA

Os experimentos foram realizados no Laboratório de Sistemas de Separação e Otimização de Processos (LASSOP) e no Laboratório de Tecnologia de Bebidas e Alimentos (LTBA) da Universidade Federal de Alagoas (UFAL).

4.1 MATÉRIA-PRIMA

Os frutos da macaúba foram coletados no período entre agosto e dezembro de 2015, no Aeroporto Internacional Zumbi dos Palmares (latitude: -9,5108; longitude: -35,7914), localizado no município de Rio Largo, na Grande Maceió, Alagoas (Figura 5). As amostras foram armazenadas em local com temperatura adequada, para que suas características físico-químicas fossem preservadas.

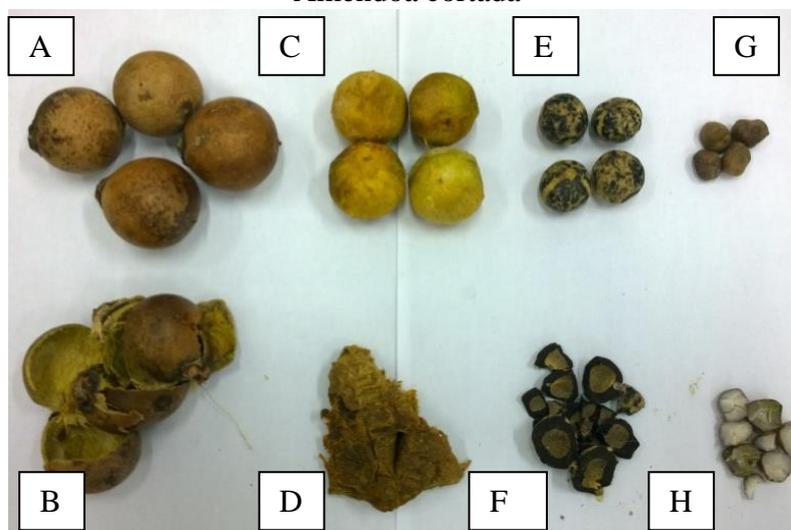
Figura 5 – A) Macaubeira; B) Cachos da macaúba em formação; C) Frutos maduros caídos



Fonte: Autor (2016)

A remoção da casca, camada que envolve o endocarpo (Figura 6), foi promovida a partir de uma prensa de mesa. Após a eliminação da polpa, obteve-se o endocarpo do fruto, estrutura rígida responsável por proteger a amêndoa. A liberação da amêndoa do endocarpo foi realizada a partir de uma fragmentação, com o auxílio de uma faca, logo em seguida, a amêndoa foi estocada e posteriormente encaminhada para secagem em estufa a temperatura controlada de 60 °C, de forma a não alterar as propriedades do material, até permanecer com massa constante e então finalmente direcionada para a extração de óleo.

Figura 6 – Fruto da macaúba: A) Fruto com casca; B) Casca; C) Fruto sem casca; D) Polpa do fruto; E) Castanha protegendo a amêndoa; F) Castanho quebrada; G) Amêndoa; H) Amêndoa cortada



Fonte: Autor (2015)

4.2 CARACTERIZAÇÃO BIOMÉTRICA DA MACAÚBA

Para caracterização biométrica da macaúba, foi utilizada a metodologia aplicada por Manfio *et al.* (2011) com algumas adaptações. Avaliaram-se vinte frutos, aleatoriamente, o dobro do proposto na metodologia citada, e destes foram mensuradas as seguintes características: peso do fruto (g): frutos, cascas dos frutos, castanhas e amêndoas foram pesada separadamente em balança eletrônica de 0,01g de precisão; diâmetro longitudinal e transversal do fruto (mm): a medida longitudinal e transversal de cada fruto foi aferida com paquímetro de 0,01mm de precisão; assim como o diâmetro equatorial do fruto (mm).

4.3 TEOR DE UMIDADE DA AMÊNDOA E DA POLPA

As determinações das umidades da polpa e da amêndoa da macaúba foram realizadas segundo as Normas Analíticas do Instituto Adolfo Lutz (ADOLFO LUTZ, 2008), utilizando amostras de 10 g em duplicata, à temperatura de 105 °C por 24 horas em estufa.

Os recipientes contendo as amostras convenientemente identificadas, foram pesados em balança analítica Shimadzu. As amostras foram mantidas na estufa pelo tempo determinado e após a secagem, os recipientes foram pesados novamente.

A porcentagem de umidade, tanto para a amêndoa, quanto para a polpa, foi calculada na base do peso úmido, aplicando-se a Equação 1.

$$U = \frac{(P_i - P_f) \times 100}{P_i - t} \quad (1)$$

Onde: U é a porcentagem de umidade; P_i é o peso inicial, peso do recipiente mais o peso da semente úmida; P_f é o peso final, peso do recipiente mais o peso da semente seca; t é a tara, peso do recipiente utilizado.

4.4 SECAGEM DA AMÊNDOA

No intuito de manter constante o teor de umidade da amostra, antes de iniciar o processo de extração por solvente, a amêndoa, devidamente separada do endocarpo, foi submetida a um processo de secagem a 60° C em estufa convencional com funcionamento por convecção natural da marca FANEM até obtenção da massa constante.

4.5 PROCESSOS DE EXTRAÇÃO DE ÓLEO

Foram empregados dois métodos de extração de óleo, a extração por prensagem mecânica e a extração por solvente, sendo a extração por solvente realizada através do método soxhlet padrão e por extração contínua.

4.5.1 Extração por prensagem mecânica

As extrações mecânicas foram realizadas utilizando uma metodologia adaptada de Andrade (2014), em uma prensa hidráulica da marca Tecnal (Figura 7) com capacidade de 16 toneladas (660 kgf/cm²). Quanto ao funcionamento da prensa, a pressão é exercida diretamente sobre a amostra, e o óleo proveniente da extração é coletado em um béquer, com o controle da massa sendo realizado através de uma balança analítica. Foram pesados cerca de 100 g de polpa e de amêndoa da macaúba, que foram transferidos para o vaso cilíndrico para realização de cada experimento. As amostras foram submetidas a quatro níveis de pressão (330, 412,5, 495 e 577,5 kgf/cm²) exercidas manualmente durante o período de 60 minutos. A massa de óleo proveniente da prensagem foi anotada minuto a minuto através do auxílio de um béquer e uma balança analítica. O cálculo do rendimento foi feito em relação à massa de semente seca utilizada na extração. A efeito de comparação, posteriormente foi realizado um processo de extração por solvente para obtenção do óleo residual da torta de macaúba.

Figura 7 – Prensa hidráulica utilizada na extração de óleo



Fonte: Autor (2016)

4.5.2 Determinação do teor de óleo da extração mecânica

Os cálculos foram realizados seguindo a metodologia utilizada por Andrade (2014), adaptada. Para a determinação do teor de óleo, tanto da amêndoa, quanto da polpa, pela extração mecânica foi utilizada a Equação 2.

$$\text{Teor de óleo} = \frac{\text{Móleo}}{\text{Mamostra}} \times 100 \quad (2)$$

Onde: *Mamostra* = massa de amostra inicial e *Móleo* = massa de óleo extraída.

Como existiram perdas, o teor de óleo real é calculado através da Equação 3.

$$\text{Teor de óleo real} = \frac{\text{Mamostra} - \text{Mtorta}}{\text{Mamostra}} \times 100 \quad (3)$$

Onde: *Mamostra* = massa de amostra inicial e *Mtorta* = massa da torta extraída.

As perdas foram calculadas através da diferença entre o teor de óleo real e o teor de óleo, conforme a Equação 4.

$$P = \text{Teor de óleo real} - \text{Teor de óleo} \quad (4)$$

O rendimento da extração mecânica foi calculado com relação ao teor de óleo total, encontrado através da extração por soxhlet, e é dada pela Equação 5.

$$R = \frac{\text{Teor de óleo}}{\text{Teor de óleo total}} \times 100 \quad (5)$$

4.5.3 Extração por solvente através do método Soxhlet Padrão

As amostras (polpa e amêndoa) foram armazenadas em cartuchos de papel filtro. O peso das amostras foi aferido, apresentando massa de aproximadamente 5 gramas. Posteriormente, essa amostra foi inserida no extrator. O béquer do equipamento B-811 (Figura 8) marca BUCHI, modelo 2011, foi preenchido com aproximadamente 200 ml de solvente (Hexano P.A. da marca Neon; Álcool Etilico Absoluto 99,8% P.A. da marca Neon ou Álcool Iso-Propílico P.A. da marca Vetec), o qual foi aquecido de forma que o vapor formado se elevou até o condensador. Ao retornar ao estado líquido, o solvente ficou no mesmo compartimento da amostra. A partir deste momento ocorreu a difusão do solvente para o interior da amostra e, por conseguinte, a solubilização do óleo. Então, quando a mistura óleo-solvente atingiu um nível pré-determinado pelo equipamento, foi aberto um sifão e a mistura óleo-solvente retornou para o béquer inicial. Este processo corresponde a um ciclo (lavagem), que se repetiu até que o tempo do experimento fosse atingido. Após o processo, uma mistura de óleo e solvente foi obtida, a qual foi conduzida para um processo de separação no próprio equipamento, desta forma possibilitando a reutilização do solvente. O cartucho com as amostras foi colocado na estufa a 60 °C até apresentar massa constante, maximizando a remoção dos resíduos de solvente. A quantidade total de óleo extraída foi aferida a partir da diferença entre a massa da amostra antes do experimento e massa da amostra após o experimento.

Figura 8 – Extrator Soxhlet



Fonte: Autor (2016)

4.5.4 Extração por solvente (Extração contínua)

O processo é semelhante ao método de soxhlet padrão, porém, não ocorrem ciclos nessa extração, o solvente fluiu no estado líquido através da amostra de forma contínua, durante todo o processo, sem acumular no compartimento da amostra.

4.5.5 Determinação do teor de óleo da extração por solvente

A Equação 6 foi utilizada para determinar a massa de óleo total extraída nos experimentos:

$$M_{\text{óleo}} = M_{\text{inicial}} - M_{\text{final}} \quad (6)$$

Onde: $M_{\text{óleo}}$ é a massa de óleo extraída; M_{inicial} é a massa da amostra antes do processo de extração; M_{final} é a massa da amostra após o processo de extração.

A Massa de óleo extraída é aplicada na Equação 7, determinando o rendimento da extração:

$$R = \frac{M_{\text{óleo}}}{M_{\text{inicial}}} \times 100 \quad (7)$$

O teor de óleo máximo presente nas amostras foi determinado através de extração por solvente utilizando o método de Soxhlet, adaptado de Andrade (2014). Aproximadamente 10g

de amêndoa/polpa foi introduzido no extrator B-811 (BUCHI®, 2011) utilizando hexano como solvente em um tempo de 24 horas, sendo o procedimento realizado em duplicata.

4.6 CARACTERIZAÇÃO DO ÓLEO DA POLPA E DA AMÊNDOA DE MACAÚBA

4.6.1 Índice de acidez

O método de titulação da acidez foi efetuado através da metodologia do Instituto Adolfo Lutz (ADOLFO LUTZ, 2008), sendo realizado em duplicata. Consistiu em utilizar a solução de hidróxido de sódio 0,1 M para titular o ácido graxo livre na amostra. Então, para cada ensaio, foi pesado cerca de 1 g do óleo em um Erlenmeyer de 125 mL e, em seguida, adicionados 25 mL da solução de éter-álcool (2:1) neutra. A solução foi bem homogeneizada. Ao final, titulada com o indicador fenolftaleína. A Equação 8 demonstra o cálculo da acidez, em mgKOH/g óleo:

$$IA = \frac{v \times F \times 5,61}{P} \quad (8)$$

Onde: IA é o índice de acidez; F é o fator de correção da solução de NaOH; v é o volume de NaOH para titular a amostra; 5,61 é o valor em equivalente grama do KOH; P é a massa da amostra.

4.6.2 Densidade

A densidade relativa foi determinada utilizando a norma ABNT NBR 7148/2013 conforme método do densímetro, utilizando o densímetro digital DMA 35N EX Petrol da marca Anton Paar. O equipamento foi calibrado com etanol e, em seguida a célula preenchida com o óleo a 20°C para a leitura da densidade e as leituras realizadas em triplicata.

4.6.3 Umidade

A umidade foi determinada pelo método direto, método baseado na quantificação do peso, devido à perda de água por evaporação através da balança de determinação de umidade da marca Marconi modelo ID-50 no modo de secagem automático, onde a amostra é seca até que não haja mais variação de peso e o equipamento automaticamente informa o final do

processo e seus respectivos valores em % de umidade. Para o processo foi pesado cerca de 5 gramas de óleo em uma placa de alumínio, a qual foi aquecida à temperatura de 105°C. O estudo foi realizado em triplicata.

4.6.4 pH

Para medição de pH foi utilizado pHmetro de bancada digital PHTEK PHS-3B, com controle de temperatura.

4.7 PLANEJAMENTO FATORIAL COMPLETO 2³ PARA EXTRAÇÃO DE ÓLEO POR SOLVENTE

Foram realizados dois planejamentos fatoriais completo 2³ para avaliação da influência de fatores no rendimento da extração por solvente, um para o óleo da polpa da macaúba, outro para o óleo da amêndoa da macaúba. Os fatores analisados em ambos planejamentos foram os mesmos, sendo esses: o tempo de extração, o solvente utilizado na extração e o método de extração. Os experimentos foram realizados em duplicata e em ordem aleatória. A Tabela 4 ilustra os níveis utilizados no planejamento, tendo o rendimento de óleo como variável dependente.

Tabela 4 – Planejamento fatorial completo 2³ para polpa e para amêndoa

FATORES	(-)	(+)
Tempo de extração (h)	3	6
Solvente	Hexano	Isopropanol
Método de Extração	Soxhlet padrão	Extração contínua

Fonte: Autor (2016)

O cálculo do rendimento da extração foi realizado de forma análoga ao item de determinação do teor de óleo da extração por solvente. As extrações foram realizadas em duplicata, totalizando 16 experimentos. A Tabela 5 mostra a matriz do planejamento codificada.

Tabela 5 – Matriz experimental codificada para o planejamento fatorial para polpa e amêndoa

Experimento	Variáveis Reais			de	Variáveis Codificadas		
	Tempo	Tipo de solvente	Método extração		X ₁	X ₂	X ₃
1	3h	Hexano	Soxhlet Padrão	(-1)	(-1)	(-1)	
2	6h	Hexano	Soxhlet Padrão	(+1)	(-1)	(-1)	
3	3h	Isopropanol	Soxhlet Padrão	(-1)	(+1)	(-1)	
4	6h	Isopropanol	Soxhlet Padrão	(+1)	(+1)	(-1)	
5	3h	Hexano	Extração Contínua	(-1)	(-1)	(+1)	
6	6h	Hexano	Extração Contínua	(+1)	(-1)	(+1)	
7	3h	Isopropanol	Extração Contínua	(-1)	(+1)	(+1)	
8	6h	Isopropanol	Extração Contínua	(+1)	(+1)	(+1)	
9	3h	Hexano	Soxhlet Padrão	(-1)	(-1)	(-1)	
10	6h	Hexano	Soxhlet Padrão	(+1)	(-1)	(-1)	
11	3h	Isopropanol	Soxhlet Padrão	(-1)	(+1)	(-1)	
12	6h	Isopropanol	Soxhlet Padrão	(+1)	(+1)	(-1)	
13	3h	Hexano	Extração Contínua	(-1)	(-1)	(+1)	
14	6h	Hexano	Extração Contínua	(+1)	(-1)	(+1)	
15	3h	Isopropanol	Extração Contínua	(-1)	(+1)	(+1)	
16	6h	Isopropanol	Extração Contínua	(+1)	(+1)	(+1)	

Fonte: Autor (2016)

4.8 DETERMINAÇÃO DO TEOR DE ÓLEO DA POLPA E DA AMÊNDOA DA MACAÚBA

O teor de óleo máximo presente nas amostras foi determinado através da extração por solvente utilizando o método Soxhlet padrão, hexano como solvente e o tempo total de extração de 16 horas com amostras de aproximadamente 10 g de amêndoa/polpa.

4.9 EXTRAÇÃO POR SOLVENTE UTILIZANDO ÁLCOOL ETÍLICO

A nível de comparação, foram realizadas extrações por solvente, tanto do óleo da polpa, quanto do óleo da amêndoa da macaúba, utilizando o etanol como solvente alternativo ao hexano.

O cálculo do rendimento da extração foi feito de forma análoga ao item de determinação do teor de óleo da extração por solvente. As extrações foram realizadas em duplicata, nos tempos de 6, 10 e 16 horas, totalizando 12 experimentos.

5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Os resultados deste trabalhos estão divididos em duas partes. A primeira refere-se ao estudo das características do fruto e do óleo da macaúba, enquanto a segunda parte refere-se ao estudo do processo de extração do óleo da macaúba, esse subdividido em extração mecânica e extração por solvente (lixiviação).

5.1 CARACTERIZAÇÃO BIOMÉTRICA DA MACAÚBA

Para a caracterização da macaúba, foram selecionados aleatoriamente 20 frutos, os quais foram avaliados quanto à altura, diâmetro e massa. A avaliação desses parâmetros auxilia na esquematização de um processo de produção, visando encontrar um padrão, o qual possibilite o dimensionamento de equipamentos para indústria facilitando o processo de separação dos componentes do fruto.

A menor massa encontrada foi de 18,84 g, enquanto a maior foi de 47,97 g, com uma massa média de $35,57 \pm 9,87$ g (Tabela 6). Essa variação ocorre devido a colheita do fruto da macaúba ter sido realizada em diferentes palmeiras, de diferentes idades e períodos de produção. Outro fator que evidencia tal variação, é a separação de frutos por grupos em função da massa, dos 20 frutos selecionados, 35% (7 frutos) possuem massa entre 18,0-28,1 g, 15% (3 frutos) possuem massa entre 28,1-38,1 g e 50% (10 frutos) possuem massa entre 38,1-48,0 g. O valor encontrado para a massa média da macaúba-barriguda ($36,57 \pm 9,87$ g) é próximo ao descrito na literatura por Manfio *et al.* (2011), os quais estudaram palmeiras da espécie *Acrocomia aculeata* nativas dos estados de Minas Gerais, São Paulo, Mato Grosso do Sul, Pará, Maranhão e Pernambuco e obteve um peso médio de $32,1 \pm 16,53$ g; superiores aos frutos coletados por Sanjinez-Argadonã (2011) no Mato Grosso do Sul e em São Paulo ($21,83 \pm 1,49$ g e $18,86 \pm 2,13$ g respectivamente) e superiores aos encontrados por Machado (2015) para a subespécie *totali*, proveniente do Paraná, a qual obteve massa média de $19,67 \pm 3,19$ g, porém inferiores a subespécie *sclerocarpa*, coletadas em Minas Gerais, também encontrado por Machado (2015), com massa média de $66,75 \pm 5,41$ g.

Tabela 6 – Caracterização biométrica do fruto da macaúba

Parâmetro avaliado	Massa total (g)	Fração mássica (%)	Faixa mássica (g)	Massa média (g)
Fruto	710,49	100%	18,84 - 47,97	35,57 ± 9,87
Epicarpo/Casca	149,05	21%	3,2 - 11,33	7,46 ± 3,67
Mesocarpo/Polpa	240,75	34%	5,89 - 17,1	12,07 ± 5,19
Endocarpo/Castanha	289,56	41%	9,38-21,22	14,56 ± 4,89
Endosperma/Amêndoa	31,16	4%	0,93 - 2,27	1,48 ± 0,51

Fonte: Autor (2016)

As massas médias encontradas mostram que a castanha corresponde a maior fração mássica do fruto (41%), seguido pela polpa (34%), diferentemente de Ciconini *et al.* (2012), que estudaram frutos da macaúba da espécie *Acrocomia aculeata* proveniente dos biomas Cerrado e Pantanal, obtendo valores superiores para a polpa (46,9% e 51,3% respectivamente) em relação a castanha (respectivamente 28,2% e 23,3%), entretanto, Almeida *et al.* (1998) obtiveram fração mássica de 34% para a castanha e 27% para a polpa, ilustrando a grande variedade de características que o fruto pode possuir.

As macaúbas analisadas possuem diâmetro externo longitudinal igual a $39,2 \pm 3,7$ mm e diâmetro externo transversal igual a $40,4 \pm 3,2$ mm, valores levemente superiores aos encontrados por Ciconini *et al.* (2012), 36,1 mm e 38,6 mm, e por Sanjinez-Argadonã (2011), $33,14 \pm 1,38$ mm e $31,65 \pm 1,30$ mm. Calculando a razão entre os diâmetros, obteve-se $10,3 \pm 3,4$ mm, indicando um formato levemente achatado.

As amêndoas possuem diâmetro longitudinal médio igual a $1,33 \pm 0,22$ mm, sendo menores do que as amêndoas estudadas por Machado (2015) tanto da subespécie *totai*, $1,53 \pm 0,10$ mm, quanto da subespécie *sclerocarpa* $2,03 \pm 0,8$ mm.

O uso da caracterização biométrica possibilita a potencialização da produção de materiais provenientes da macaúba, através da visualização das variações existentes dentro das espécies, fazendo com que o produtor se adeque as devidas necessidades.

5.2 TEOR DE UMIDADE DA AMÊNDOA

O grau de umidade da amostra foi representado pela perda de peso quando esta foi submetida ao método de estufa a 105 °C. O experimento foi realizado em duplicata e o valor encontrado expresso em porcentagem do peso da amostra original. O teor de umidade médio encontrado foi de 10,14%, observando-se uma umidade reduzida na amêndoa. Sementes e

amêndoas de baixa umidade e elevado teor de óleo favorecem a extração mecânica, viabilizando o uso de prensas.

O fruto foi colhido no fim do período de maturação justificando a baixa umidade encontrada para amêndoa, como visto em Souza (2014), que avaliou a evolução da umidade da amêndoa da macaúba ao decorrer da maturação dos frutos coletados entre junho e fevereiro em palmeiras plantadas no Paraná, como demonstrado na Tabela 7 à medida que o fruto vai se tornando mais maduro, a tendência é apresentar menor concentração de água.

Independente da região, a definição do ponto de colheita do fruto influencia diretamente no teor de umidade da amêndoa, o acompanhamento da maturação dos frutos na região possibilitaria a redução dos custos de secagem.

Tabela 7 – Teor de óleo e umidade da amêndoa dos frutos coletados entre junho e fevereiro no Paraná

Mês	Teor de óleo Base úmida (%)	Umidade da amêndoa (%)
Junho	31,2	82,0
Julho	50,3	61,8
Agosto	51,2	64,4
Setembro	63,0	46,8
Outubro	67,2	35,7
Novembro	63,9	20,1
Dezembro	64,4	15,1
Janeiro	55,2	12,3
Fevereiro	55,5	15,5

Fonte: Souza (2014)

5.3 TEOR DE UMIDADE DA POLPA

A polpa da macaúba apresentou em média 28,2% de umidade, valor inferior aos encontrados na literatura. Experimento realizado por Silva (2009), encontrou 48,97% de umidade através da mesma metodologia utilizada neste trabalho, enquanto a Fundação Centro Tecnológico de Minas Gerais (RETTORE; MARTINS, 1983) e a Tabela Brasileira de Composição de Alimentos (TACO, 2006), obtiveram 36,5% e 41,5% respectivamente. Assim como para a amêndoa, o teor de umidade oscila durante a maturação dos frutos no cacho e de acordo com as condições da região onde a palmeira está localizada. Os frutos de fim de safra tendem a apresentar menor teor de umidade.

5.4 CARACTERIZAÇÃO DO ÓLEO DA POLPA E AMÊNDOA

A tabela 8 apresenta os resultados encontrados para as análises físico-químicas realizadas.

Tabela 8 – Análises físico-químicas do óleo de polpa e da amêndoa da macaúba

Tipo de óleo	Índice de acidez (KOH / g óleo)	Densidade (Kg/m³)	Umidade (%)	pH
Óleo da amêndoa	1,9 ±0,3	924,2 ± 0,7	0,153 ±0,025	5,71
Óleo da polpa	27,8 ±1,1	935,6 ±1,8	2,8 ±0,19	5,98

Fonte: Autor (2016)

5.4.1 Índice de acidez

O índice de acidez obtido para o óleo da polpa da macaúba foi de $27,8 \pm 1,1$ mg KOH/g óleo, o valor elevado encontrado indica que o óleo da polpa pode estar sofrendo reações indesejáveis. A produção do óleo bruto envolve as etapas de armazenamento dos frutos, preparação da matéria-prima e a extração do óleo. Quando as condições de armazenagem não são adequadas pode ocorrer o aumento da acidez do óleo (MORETTO; FETT, 1998). Segundo Silva (2009), o efeito do acréscimo da acidez, quando os frutos permaneceram em secador de fluxo de ar a 60°C por longos períodos de tempo, explica-se pela formação de reações de decomposição térmica através da ruptura de ligações oxigênio-carbono liberando ácidos graxos. O índice de acidez para o óleo da amêndoa foi de $1,9 \pm 0,3$ mg KOH/g óleo. De acordo com a Resolução 270-2005 – ANVISA/RCD, para consumo humano, os óleos prensados a frio e não refinados, devem apresentar o máximo de 4,0 mg KOH/g óleo. No entanto, segundo Fernandes (2010), para produção de biodiesel, considera-se que o óleo estará dentro das especificações quando a umidade se apresentar abaixo de 0,5% e a acidez abaixo de 2 mg de KOH/g óleo. Logo, o óleo da amêndoa da macaúba estaria dentro da regulamentação, enquanto seria necessária uma etapa prévia de tratamento para o óleo proveniente da polpa, visando melhor rendimento.

5.4.2 Densidade

O valor da densidade, obtido a partir da média das análises feitas em triplicatas, é equivalente a $935,6 \pm 1,8 \text{ kg/m}^3$ para a polpa e $924,2 \pm 0,7 \text{ kg/m}^3$, valores próximos ao encontrado por Rettore e Martins (1983), porém superiores ao valor máximo de 900 kg/m^3 indicado para a produção de biodiesel segundo a ANP.

5.4.3 Umidade

O valor da umidade para o óleo da polpa foi de $2,8 \pm 0,19 \%$, e para o óleo proveniente da amêndoa foi de $0,153 \pm 0,025 \%$, ou seja, apenas o óleo da amêndoa apresentou valor satisfatório para produção do biodiesel, pois, quanto menos umidade maior o rendimento em biodiesel.

5.4.4 pH

O óleo da amêndoa da macaúba obteve um pH de 5,71 enquanto o óleo da polpa foi de 5,98, os dois óleos são levemente ácidos. O pH é uma característica a qual o mercado de cosméticos e beleza valoriza e Segundo Fasina *et al.* (2006), esses óleos desempenham papéis funcionais e sensoriais especiais em produtos cosméticos, além de transportarem vitaminas lipossolúveis (E, A, K e D) e fornecer em ácidos graxos essenciais como os ácidos linolênico e linoleico.

5.4.5 Determinação do teor de óleo da polpa e da amêndoa da macaúba

O teor de óleo máximo presente nas amostras foi determinado através do método amplamente descrito na literatura, a extração por solvente utilizando o método de Soxhlet, onde aproximadamente 10 g de amêndoa/polpa foi introduzido no extrator, utilizando hexano como solvente em um tempo de 16 horas.

Para a polpa da macaúba, o teor de óleo encontrado foi de $44,2 \pm 0,2\%$, enquanto para a amêndoa da macaúba, o teor foi igual a $41,1 \pm 0,3\%$. Na literatura existem inúmeros artigos e trabalhos com diversos valores de teor de óleo para as variadas subespécies da macaúba, porém, a palmeira estudada neste trabalho, *Acrocomia intumescens*, carece de pesquisas e estudos na área de extração de óleos e caracterização dos mesmos. Em um único trabalho,

produzido por Conceição *et al.* (2012), o teor de óleo encontrado para a macaúba através da extração por solvente, por 16h, utilizando éter de petróleo, variou de 26,75% a 77,80%, para a polpa e 43,38% a 57,70% para a amêndoa, tendo sido analisados frutos de 9 palmeiras de diferentes cidades e regiões do Brasil. Entre as palmeiras estudadas por Conceição *et al.* (2012), uma das matrizes estava localizada em Nossa Senhora do "Óh", e a palmeira em questão tratava-se da *Acrocomia intumescens*, a qual o seu fruto possuía o teor de óleo de 40,59% para a polpa e 48,65% para a amêndoa, ou seja, os valores encontrados para o óleo da polpa foram superiores, porém, a quantidade de óleo presente na amêndoa foi inferior. Já o estudo realizado por Nascimento *et al.* (2016) com frutos provenientes da cidade de Recife, encontrou para a polpa da macaúba-barriguda o teor de óleo de $30,09 \pm 0,2\%$ e $22,4 \pm 0,3\%$ para a amêndoa, utilizando hexano como solvente. Utilizando o etanol como solvente, o mesmo grupo obteve $31,10 \pm 0,3\%$ para a polpa e $26,90 \pm 0,4\%$ para amêndoa, valores esses inferiores aos neste trabalho descritos, porém, semelhantemente obteve maiores valores para a polpa em relação a amêndoa. Outras formas de extração foram estudadas por Nascimento *et al.* (2016) a fim de identificar a quantidade de óleo presente no fruto da macaúba-barriguda, como por exemplo a técnica de extração por solvente acelerada (ASE), ou extração supercrítica, onde o solvente é empregado em condições de temperatura e pressão acima do ponto crítico, que forneceu valores inferiores aos encontrados na extração por soxhlet, $21,78\% \pm 0,01$ e $24,65\% \pm 0,01$ para polpa utilizando hexano e etanol como solvente, respectivamente, e $22,40\% \pm 0,04$ e $25,40\% \pm 0,05$ para amêndoa. Frutos da macaúba-barriguda colhidos na Paraíba e estudados por Bora (2004) forneceram teor de óleo de $34,6 \pm 1,9\%$ e $49,2 \pm 1,6\%$ para polpa e amêndoa respectivamente, enquanto os valores encontrados por Silva *et al.* (2015), que estudou a macaúba-barriguda coletada na cidade de Recife, são inferiores com relação ao teor de óleo, sendo 29,61% para a polpa e 27,42% para a amêndoa, sendo as extrações foram realizadas através do método soxhlet, por 8 horas, com hexano como solvente. Apesar da pouca quantidade de informações quanto ao teor de óleo e caracterização dessa espécie, percebe-se que existe uma variação nos valores encontrados, tendo trabalhos onde a quantidade de óleo na amêndoa é superior aos encontrados na polpa e vice-versa. Essa característica já era esperada, pois, assim como para as espécies de macaúba comumente estudadas (*Acrocomia aculeata*, *totai* e *sclerocarpa*), as características do solo, do clima, da região, a idade da palmeira, o ciclo de reprodução, o período da coleta, o manuseio dos frutos e diversos outros fatores além da metodologia afetam o resultado final, entretanto, os valores estão dentro da expectativa geral, sendo a macaúba-barriguda uma ótima fonte de óleos com teor de lipídeos médio satisfatório.

5.5 EXTRAÇÃO MECÂNICA DE ÓLEO DA POLPA E DA AMÊNDOA DA MACAÚBA

Os resultados obtidos nas extrações mecânicas na prensa hidráulica para a extração do óleo da polpa da macaúba estão apresentados na Tabela 9 e para a extração do óleo da amêndoa da macaúba na Tabela 10. O comportamento dos resultados é igual para os dois tipos de amostra, tendo a polpa apresentado valores ligeiramente superiores. A elevação da pressão resultou no aumento dos rendimentos da extração, tanto em função da massa, quanto em função da extração total (considerando o teor de óleo máximo encontrado através da extração com hexano). O teor de óleo real foi encontrado considerando uma extração perfeita, sem perdas. A diferença entre a menor pressão utilizada e a maior pressão (577,5 kgf/cm² devido a margem de segurança do equipamento) foi superior a 22% para polpa e igual a 28% para a amêndoa, pois, a pressão mais elevada sobre as amostras resultou na maior compressão dos glóbulos oleaginosos, causando à maior ruptura nas células e conseqüentemente a melhor extração do óleo, logo, em termos de rendimento, a melhor pressão para se trabalhar foi a 577,5 kgf/cm².

Tabela 9 – Resultados para a extração mecânica da polpa da macaúba

Pressão (kgf/cm²)	Rendimento (g)	Teor de óleo (%)	Teor de óleo real (%)	Perdas (%)	Rendimento da extração (%)
330	15,1	14,7	16,4	1,8	35,8
412,5	16,5	17,5	19	1,5	42,7
495	20	20,7	22,8	2,2	50,4
577,5	24,1	23,8	27,5	3,8	58

Fonte: Autor (2016)

Tabela 10 – Resultados para a extração mecânica da amêndoa da macaúba

Pressão (kgf/cm²)	Rendimento (g)	Teor de óleo (%)	Teor de óleo real (%)	Perdas (%)	Rendimento da extração (%)
330	11,9	12,4	13,5	1,1	32,6
412,5	13,9	14,7	16,4	1,6	38,7
495	18,8	19,5	21,9	2,4	51,2
577,5	21,7	23,0	25,5	2,4	60,6

Fonte: Autor (2016)

Durante o processo de extração ocorreram perdas reduzidas levando em consideração dados da literatura, Cavalcante (2013) encontrou perdas equivalentes a 6,86% do óleo extraído,

utilizando a pressão constante de 535,25 kgf/cm² para a extração de óleo de sementes de maracujá, enquanto Santos (2013) obteve 4,5% de perdas em média por extração, quando utilizou 100 gramas de ouricuri a 618,75 kgf/cm². A elevação da perda com o aumento da pressão ocorreu pelo maior volume de óleo retido no equipamento, um maior tempo de escoamento e ajustes no equipamento poderiam minimizar esses valores.

Assim como o rendimento da extração, o teor de óleo se elevou de acordo com o aumento da pressão. Experimentos realizados por Andrade (2014), que obteve teor de óleo de 11,84% e 21,73% nas pressões 330 kgf/cm² e 495 kgf/cm², respectivamente, para a semente de ouricuri e por Carvalho (2013) que obteve 0,99% de teor médio de óleo de semente de maracujá, ambos estudos indicando valores abaixo dos valores de referência (teor médio de óleo ideal para ouricuri é 37,5% e para maracujá 22%-28%) indicam que a metodologia aplicada apresenta possíveis falhas. Por outro lado, metodologia semelhante foi aplicada por Santos (2013), que obteve valores superiores a 55% utilizando pressão maior (618,75 Kgf/cm²) avaliando extrações do óleo de ouricuri. A prensagem hidráulica também foi fruto do estudo de Neto (2010), obtendo valores médios de 35% e 33,4% para extração de óleo de gergelim nas pressões 412,5 e 495 Kgf/cm², e esses resultados se aproximaram dos valores ideais indicados pelos autores. Percebe-se que os valores encontrados para a extração do óleo da polpa e da amêndoa da macaúba foram inferiores aos teores de óleo encontrados na literatura, a fim de uma melhor avaliação, as tortas da prensagem de menor pressão (330 e 412,5 kgf/cm²) passaram por uma rápida extração por solvente (2 horas, hexano) no B-811 para determinação do teor de óleo remanescente. O teor de óleo encontrado foi de 16,2% e 15,5% para a polpa e 17,5% e 16,9% para a amêndoa nas respectivas pressões. Levando em consideração a soma dos teores de óleo encontrado através dos 2 métodos (extração mecânica e por solvente), como visto na Tabela 11, os resultados seriam 32,6 % e 34,5% para polpa e 31% e 31,3% para amêndoa, valores superiores aos que foram obtidos através da maior pressão em ambos os casos. A utilização da prensagem mecânica é viável por se tratar de um processo com custos baixos e sem danos ambientais, obtendo resultados satisfatórios em teor de óleo para as pressões mais elevadas, pois, segundo Oetterer *et al.* (2006), a prensagem é considerada um processo vantajoso quando a matéria prima apresentar mais de 25% de óleo. A combinação de extração mecânica e extração por solvente se mostrou uma alternativa mais eficiente para os experimentos realizados em pressões inferiores, caracterizando-se uma ótima opção de processo.

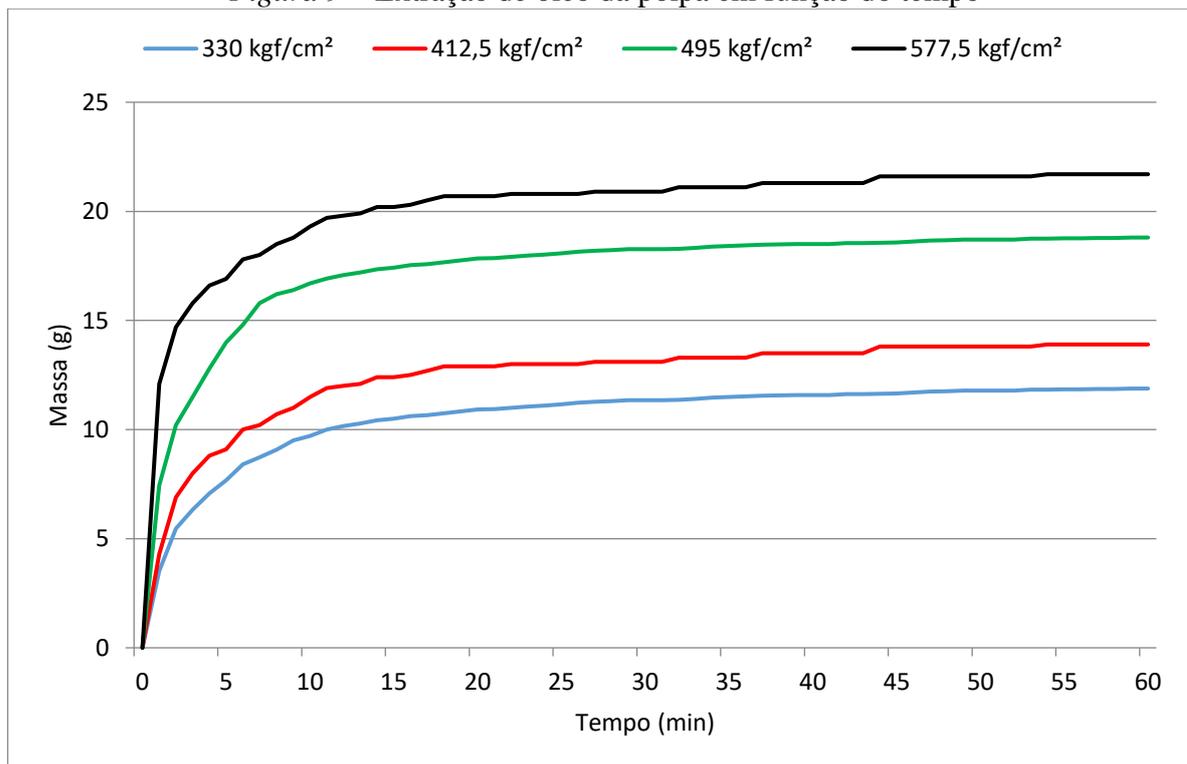
Tabela 11 – Comparativo do teor de óleo obtido por extração mecânica e extração por solvente

Pressão (kgf/cm ²)	Teor de óleo extração mecânica (%)		Teor de óleo extração por solvente (%)		Teor de óleo total (%)	
	Polpa	Amêndoa	Polpa	Amêndoa	Polpa	Amêndoa
330	16,4	13,5	16,2	17,5	32,6	31
412,5	19	16,4	15,5	16,9	34,5	33,3

Fonte: Autor (2016)

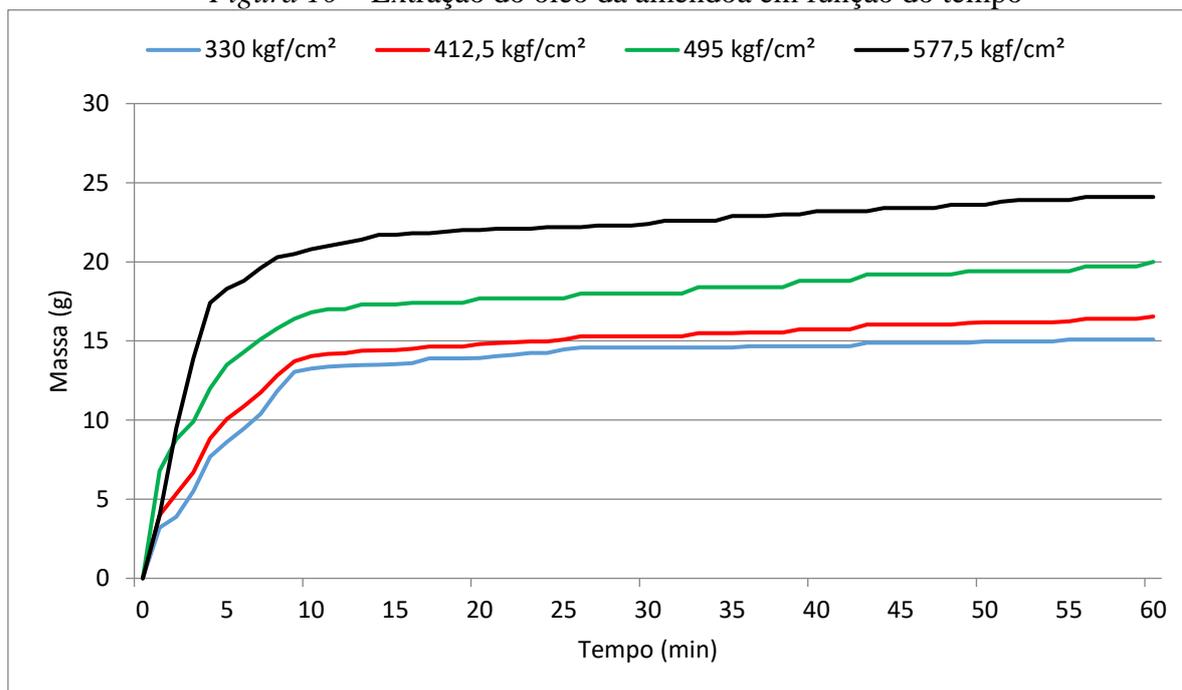
A massa de óleo obtida foi anotada durante todo o processo de extração do óleo via prensa hidráulica, com esses dados foi possível construir as curvas de massa em função do tempo para cada pressão aplicada, como visto nas Figuras 9 e 10.

Figura 9 – Extração de óleo da polpa em função do tempo



Fonte: Autor (2016)

Figura 10 – Extração do óleo da amêndoa em função do tempo



Fonte: Autor (2016)

Observa-se que a massa apresentou crescimento acelerado nos dez minutos iniciais, a partir daí o crescimento é lento e tendendo a estabilização ao longo dos 60 minutos, fato justificado pelo menor teor de óleo presente na amostra ao decorrer da extração. Considerando a massa final de cada extração e o teor de óleo máximo encontrado via solvente, pode-se confirmar que nos 10 minutos iniciais, mais de 70% do óleo já havia sido extraído, tornando inviável extrações demasiadamente longas.

5.6 ANÁLISE DO PLANEJAMENTO FATORIAL COMPLETO 2^3 PARA EXTRAÇÃO DE ÓLEO POR SOLVENTE

O planejamento fatorial é uma técnica utilizada quando se tem duas ou mais variáveis independentes (fatores). Ele permite uma combinação de todas as variáveis em todos os níveis, obtendo-se, assim, a análise de uma variável, sujeita a todas as combinações das demais.

Como citado na metodologia, foram realizados dois planejamentos fatoriais completo 2^3 para avaliação da influência de fatores no rendimento da extração por solvente, um para o óleo da polpa da macaúba, outro para o óleo da amêndoa da macaúba. Os fatores analisados em ambos planejamentos foram os mesmos, sendo esses: o tempo de extração, o solvente utilizado na extração e o método de extração.

5.6.1 Planejamento fatorial 2^3 para extração do óleo da polpa da macaúba

Levando em consideração que o solvente e o método de extração são variáveis qualitativas, tanto o nível inferior, indicado por (-1), quanto o nível superior, indicado por (+1), representam apenas as alterações da variável, enquanto, para a variável quantitativa utilizada (tempo), o nível inferior (-1) representa o menor valor utilizado, referente a 3 horas, e o nível superior (+1), representa o maior valor, 6 horas.

A Tabela 12 apresenta a matriz de planejamento com os dados obtidos após a extração para os cálculos de teor médio de óleo. A massa inicial representa o peso do cartucho de papel de filtro com a adição da amostra; a massa final representa o peso do cartucho de papel de filtro com a adição da amostra após o processo de extração e secagem; a massa de óleo é a diferença entre os dois termos. A massa de polpa utilizada foi de aproximadamente 5 gramas e os experimentos foram realizados em duplicata e de forma randômica.

Tabela 12 – Dados experimentais para o cálculo do teor de óleo da polpa

Ensaio	Amostra	Tempo (h)	Solvente	Método de extração*	Massa inicial (g)	Massa final (g)	Massa do cartucho (g)	Massa de óleo (g)
1	5	3	Hexano	-1	7,56	5,93	1,49	1,62
2	6	3	Hexano	-1	7,37	5,61	1,09	1,76
3	9	3	Isopropanol	1	4,35	3,62	1,01	0,73
4	10	3	Isopropanol	1	4,58	3,79	1,12	0,79
5	15	6	Hexano	1	5,83	4,12	1,35	1,71
6	16	6	Hexano	1	5,91	4,14	1,36	1,77
7	1	3	Isopropanol	-1	6,13	4,92	1,06	1,21
8	2	3	Isopropanol	-1	6,63	5,29	1,05	1,34
9	14	3	Hexano	1	5,87	4,59	1,07	1,29
10	13	3	Hexano	1	5,97	4,77	1,03	1,20
11	7	6	Hexano	-1	6,31	4,55	1,30	1,75
12	8	6	Hexano	-1	6,74	4,99	1,32	1,74
13	4	6	Isopropanol	-1	5,34	3,81	1,13	1,52
14	3	6	Isopropanol	-1	6,08	4,43	1,55	1,65
15	11	6	Isopropanol	1	6,31	4,52	1,05	1,79
16	12	6	Isopropanol	1	6,13	4,46	1,06	1,66

* Método de extração: (-1) Soxhlet padrão, (+1) Extração contínua.

Fonte: Autor (2016)

A partir da massa de óleo e da massa inicial da amostra foi possível calcular os resultados apresentados na Tabela 13 de acordo com a Equação 7 descrita na metodologia.

Tabela 13 – Matriz do planejamento fatorial 2^3 para a polpa

Ensaio	Tempo (h)	Solvente	Método de extração	Teor médio de óleo (%)
1	3	Hexano	Soxhlet padrão	23,98 ± 0,16
2	6	Hexano	Soxhlet padrão	36,33 ± 0,13
3	3	Isopropanol	Soxhlet padrão	27,35 ± 0,92
4	6	Isopropanol	Soxhlet padrão	34,60 ± 0,55
5	3	Hexano	Extração contínua	22,31 ± 0,56
6	6	Hexano	Extração contínua	33,40 ± 0,85
7	3	Isopropanol	Extração contínua	25,55 ± 1,77
8	6	Isopropanol	Extração contínua	38,51 ± 0,58

Fonte: Autor (2016)

O menor teor médio de óleo encontrado para o processo de extração do óleo da polpa da macaúba foi de 22,31 ± 0,56%, valor esse encontrado quando a amostra foi submetida ao processo através do método de extração contínua, no período de 3 horas e utilizando o hexano como solvente, enquanto o maior teor de óleo de médio foi de 38,51 ± 0,58%, sendo o experimento tendo sido realizado através do método de extração contínua, no período de 6 horas e utilizando o isopropanol como solvente. Uma visão geral indica que os resultados obtidos relataram maiores rendimento para a utilização do isopropanol frente a utilização do hexano, tal resposta pode ser atribuída à polaridade dos solventes, o isopropanol, solvente polar, apresenta maior polaridade, enquanto o hexano apresenta propriedades apolares (Takeuchi *et al.*, 2009; Ramluckan *et al.*, 2014). Ainda em uma análise inicial, pode-se verificar que tanto para o maior, quanto para o menor teor médio encontrado, o método de extração utilizado foi a extração contínua, provavelmente indicando não se tratar de um fator essencial, diferentemente do tempo, que quando elevado do nível inferior para o superior, aumentou o teor de óleo da amostra.

Para uma melhor avaliação dos resultados, o planejamento fatorial possibilita o cálculo dos efeitos individuais e suas interações no fator resposta, teor de óleo da polpa da macaúba. A Tabela 14 apresenta os efeitos principais, de interação entre dois ou os três fatores e o erro padrão (P) para o planejamento fatorial completo 2^3 , com 95% de confiança.

Tabela 14 – Efeitos calculados para o planejamento fatorial completo 2^3 para a polpa

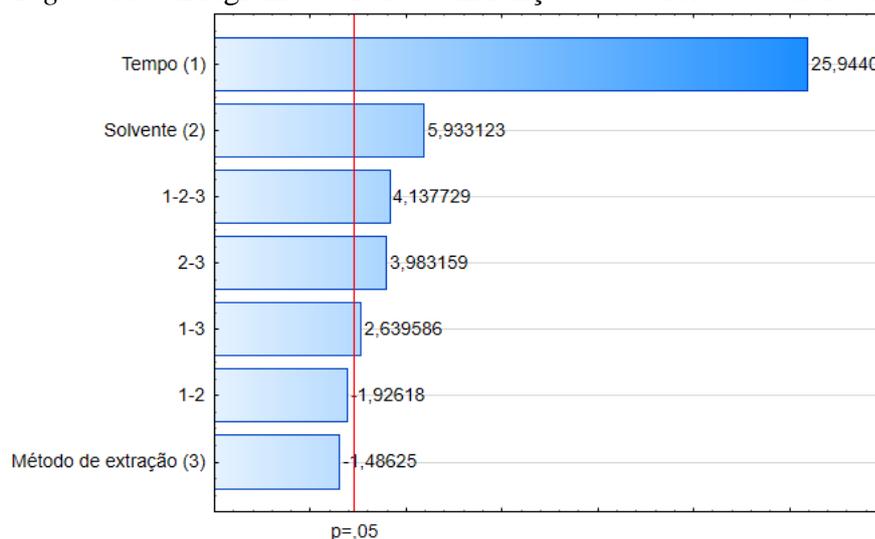
Fator	Efeito	P
Média	30,25	± 0,21
Efeitos principais		
Tempo (1)	10,91	± 0,42
Solvente (2)	2,50	± 0,42
Método de extração (3)	-0,62	± 0,42
Interações entre dois fatores		
Tempo-Solvente (12)	-0,81	± 0,42
Tempo-Método de extração (13)	1,11	± 0,42
Solvente-Método de extração (23)	1,68	± 0,42
Interações entre três fatores		
Tempo-Solvente-Método de extração (123)	1,74	± 0,42

Fonte: Autor (2016)

A elevação do tempo de 3 para 6 horas proporcionou o aumento de 10,91% do teor de óleo da amostra, assim como a utilização do isopropanol representou o aumento de 2,50% sobre a quantidade de óleo extraída com o hexano.

A Figura 11 apresenta o diagrama de Pareto obtido a partir do planejamento experimental.

Figura 11 – Diagrama de Pareto em função dos valores estatísticos



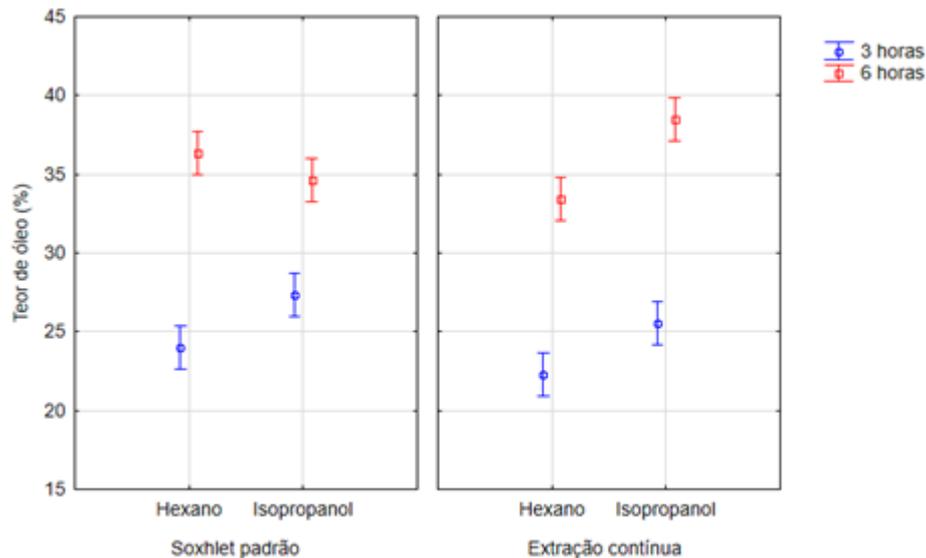
Fonte: Autor (2016)

Analisando o diagrama de Pareto dos efeitos padronizados em $p = 0,05$, devem ser considerados no modelo matemático as barras retangulares que estiverem a direita da linha

identificada como p . Nota-se entre os efeitos principais calculados, que o método de extração (3) foi o único fator não significativo para um intervalo de confiança de 95% (apresenta $p \leq 0,05$), confirmando a análise inicial, onde verificou-se que tanto o maior, quanto o menor teor de óleo encontrado foi através da extração contínua, enquanto que para os efeitos das interações entre dois fatores, a interação entre os três fatores foi mais significativa do que as interações entre dois fatores, sendo a interação entre o tempo de extração e o solvente utilizado (1-2) a única não significativa, pouco alterando o teor de óleo da amostra.

A Figura 12 apresenta o comportamento do tempo em função do solvente e do método de extração.

Figura 12 –Efeito do tempo em função do solvente e do método de extração sobre o teor de óleo da polpa



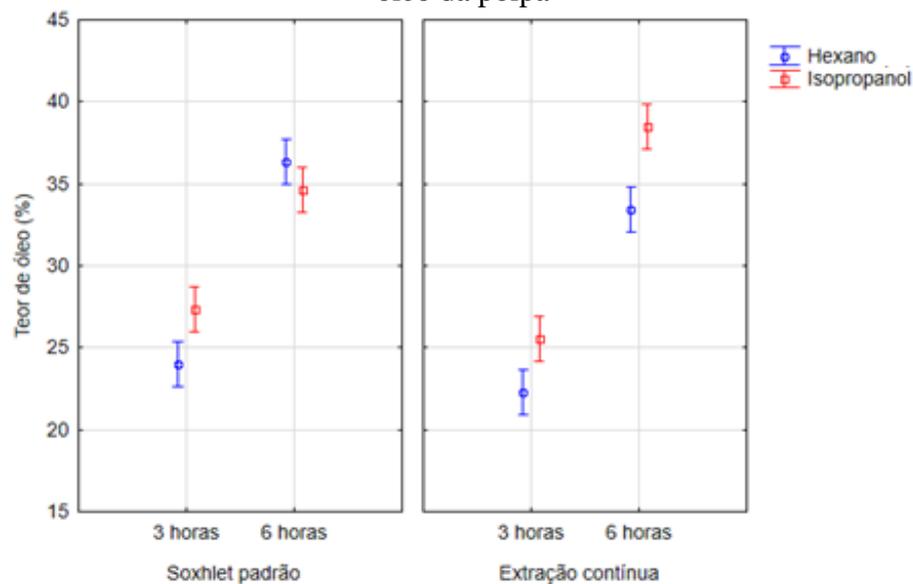
Fonte: Autor (2016)

O tempo de extração de 6 horas forneceu maiores rendimentos em todas as combinações em que foram realizados experimentos, independentemente do solvente ou do método de extração utilizado. Com o aumento do tempo de extração de 3 horas para 6 horas, a concentração de óleo restante na matéria-prima diminuiu, consequentemente, a taxa de extração aumenta, fornecendo teor de óleo mais elevados. O maior teor de óleo encontrado no tempo de 6 horas foi de 38,51%, aproximadamente 6% a menos do que o teor de óleo máximo encontrado neste trabalho 44,2% (16 horas de extração), indicando que em 6 horas foi possível extrair mais de 85% do óleo presente na polpa da macaúba.

A Figura 13 ilustra o comportamento do solvente em função do tempo e do método de extração.

Analisando o fator solvente, verifica-se que para a extração contínua, o isopropanol forneceu maiores rendimentos nos dois níveis de tempo, comportamento semelhante ao encontrado no processo de extração através do soxhlet padrão para o tempo de 3 horas, porém, ligeiramente diferente do encontrado na extração por 6 horas, onde o hexano obteve melhor resultado, apesar do próximo teor de óleo encontrado para os dois solventes. Segundo Ramluckan *et al.* (2014), os solventes com característica apolar, como o n-hexano, extraem seletivamente lipídios superficiais, enquanto o isopropanol apresenta rendimento superior em comparação a outros solventes, demonstrando-se adequado para extração da fração lipídica (Rodríguez-Solana *et al.*, 2014). A polaridade não é o único o fator que afeta a eficiência de extração, sendo importante compreender as diferentes interações entre soluto e solvente (Almeida *et al.*, 2012).

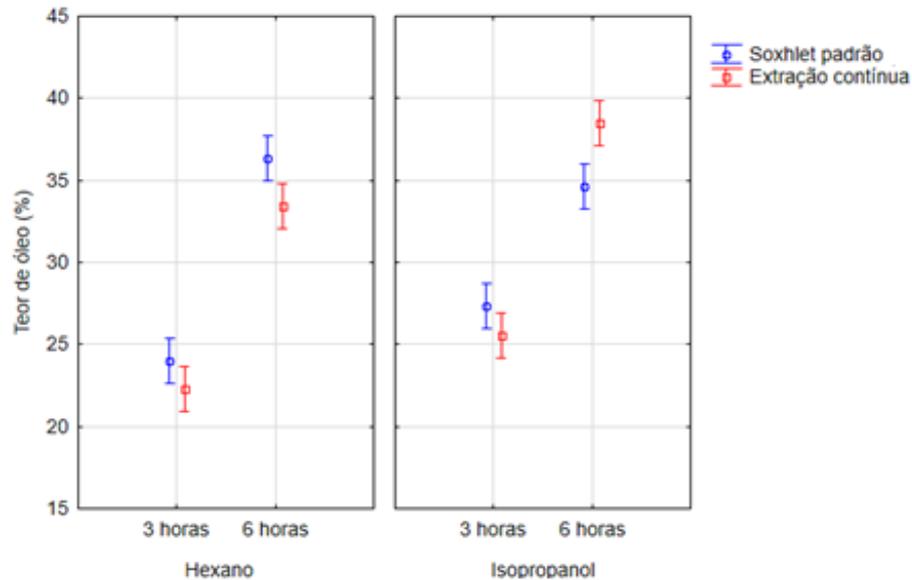
Figura 13 – Efeito do solvente em função do tempo e do método de extração sobre o teor de óleo da polpa



Fonte: Autor (2016)

Para análise da influência do método de extração, a Figura 14 ilustra o comportamento do método de extração em função do tempo e do solvente.

Figura 14 – Efeito do método de extração em função do tempo e do solvente sobre o teor de óleo da polpa



Fonte: Autor (2016)

A extração utilizando o método soxhlet padrão forneceu melhores resultados para o tempo de 3 horas levando em consideração os dois solventes utilizados, porém, no tempo de 6 horas, utilizando o isopropanol como solvente, a extração contínua foi superior. Como visto na Figura 14, a extração contínua obteve o melhor e o pior resultado global. O Pareto indica que o método de extração, como efeito principal, não é significativo, porém, a interação deste com os demais fatores, influencia no resultado obtido. Percebe-se que o aumento do tempo de extração tem maior influência para a extração contínua do que para a extração por soxhlet padrão, ocorrendo maior elevação do teor de óleo para esta nos dois tipos de solvente utilizados.

5.6.2 Modelo estatístico e Análise de Variância (ANOVA)

Através dos dados obtidos e do conhecimento dos efeitos significativos previamente descritos, pode-se elaborar o modelo estatístico codificado, o qual é dado pela Equação 9:

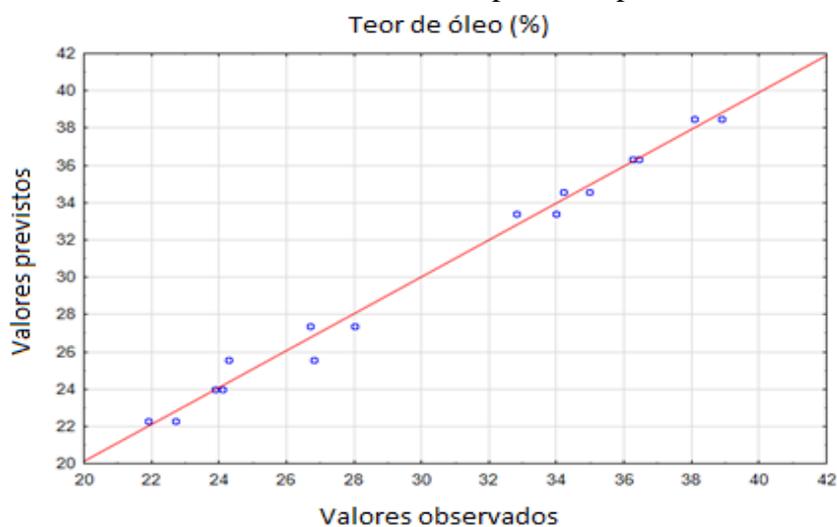
$$Y = 13,89 + 3,64 X_1 + 2,46 X_2 + 0,37 X_1 X_3 - 1,77 X_2 X_3 + 0,58 X_1 X_2 X_3 \quad (9)$$

Onde: Y = teor de óleo (%); X_1 = tempo; X_2 = solvente e X_3 = método de extração

É possível verificar através da Figura 15 que a reta proveniente dos pontos previstos se aproxima de forma adequada a realidade dos pontos experimentais, deixando pequenos resíduos positivos e negativos. Tal fato foi possível através do ajuste por mínimos quadrados,

onde a reta é localizada de tal maneira que a soma dos quadrados dos resíduos seja mínima. Esse método também é conhecido como análise de regressão.

Figura 15 – Valores observados e valores previstos pelo modelo estatístico



Fonte: Autor (2016)

A análise da variância (ANOVA) dos rendimentos para o ajuste do modelo estatístico dado pela Equação 9, ilustrada na Tabela 15, foi realizada para determinar a significância e qualidade do ajuste do modelo estatístico apresentado.

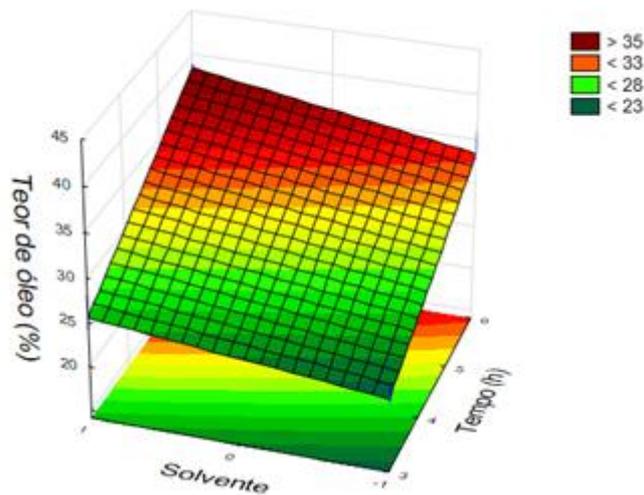
Tabela 15 – Análise de variância (ANOVA) para o teor de óleo obtido a partir da extração da polpa da macaúba

Fonte de variação	Soma Quadrática (SQ)	Graus de liberdade	Média Quadrática (MQ)	F	Desvio Padrão (P)
(1) Tempo (h)	476,1124	1	476,1124	673,093	0,0000
(2) Solvente	24,9001	1	24,9001	35,202	0,0003
(3) Método de extração	1,5625	1	1,5625	2,209	0,1755
Interação 1 – 2	2,6244	1	2,6244	3,710	0,0902
Interação 1 – 3	4,9284	1	4,9284	6,967	0,0297
Interação 2 – 3	11,2225	1	11,2225	15,866	0,0040
Interação 1 – 2 - 3	12,1104	1	12,1104	17,121	0,0033
Erro puro	5,6588	8	0,7073		
Total SS	476,1124	15			
% Máx. de variação explicável	98,9%				

Fonte: Autor (2016)

Os valores de F calculados para as fontes de variação são maiores que o valor de F tabelado, demonstra que os modelos são estatisticamente significativos ao nível de significância de 95%. Da mesma maneira, os P-valores são menores do que 5%, indica também que, os termos quadráticos são estatisticamente significativos no modelo. Quanto maior F, mais significativo o valor para a ANOVA. O coeficiente de determinação do modelo, R^2 , está ilustrado na Tabela 16 como % de variação explicável e seu valor foi aproximadamente 98,9% confirmando que o bom ajuste dos modelos as respostas observadas. A partir deste modelo foram construídas as superfícies de resposta, conforme as Figuras 16, 17 e 18. Por se tratar de um modelo matemático linear, as superfícies de resposta são planas.

Figura 16 – Superfície de resposta para o teor de óleo da polpa obtida em função do solvente e tempo (h)

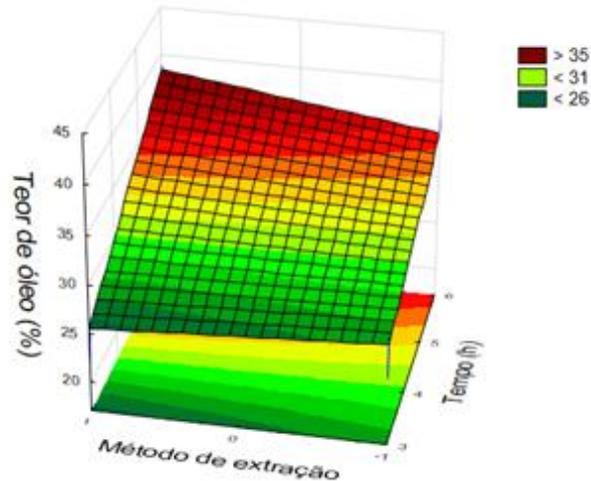


Fonte: Autor (2016)

A área em vermelho mais escuro na Figura 16, representa a tendência de melhor rendimento encontrado na interação, a qual se trata do solvente isopropanol e o tempo de 6 horas.

A superfície de resposta ilustrada na Figura 17, indica a tendência de maior teor de óleo quando a extração ocorre através do método de extração contínua no tempo de 6 horas.

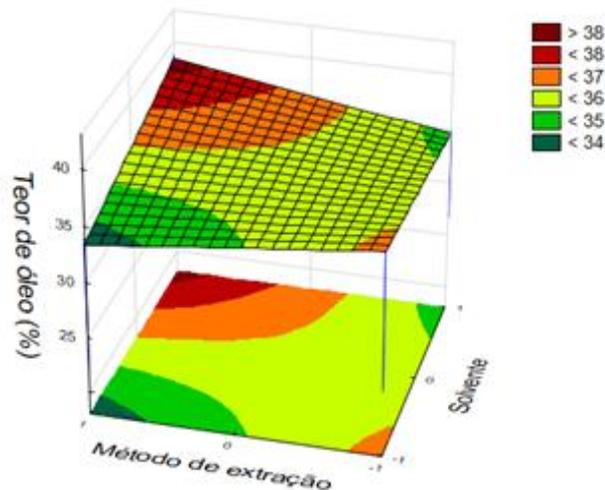
Figura 17 - Superfície de resposta para o teor de óleo da polpa obtida em função do método de extração e tempo (h)



Fonte: Autor (2016)

A superfície de resposta é exposta através da Figura 18, sendo o nível inferior (-1), o método de extração por soxhlet padrão e o solvente hexano, enquanto o nível superior (+1), o método de extração contínua e o solvente isopropanol. A pequena inclinação é justificada pela pequena diferença entre os resultados observados.

Figura 18 – Superfície de resposta para o teor de óleo da polpa obtida em função do solvente e método de extração



Fonte: Autor (2016)

5.6.3 Planejamento fatorial 2^3 para extração do óleo da amêndoa da macaúba

A metodologia aplicada para esse planejamento fatorial foi idêntica a utilizada para o planejamento fatorial completo pra extração do óleo da polpa da macaúba, logo, novamente, o

solvente e o método de extração são variáveis qualitativas, tanto o nível inferior, indicado por (-1), quanto o nível superior, indicado por (+1), representam apenas as alterações da variável, enquanto, para a variável quantitativa utilizada (tempo), o nível inferior (-1) representa o menor valor utilizado, referente a 3 horas, e o nível superior (+1), representa o maior valor, 6 horas.

A Tabela 16 contendo a matriz de planejamento com os dados obtidos após a extração para os cálculos de teor médio de óleo está ilustrada a seguir. A massa inicial representa o peso do cartucho de papel de filtro com a adição da amostra; a massa final representa o peso do cartucho de papel de filtro com a adição da amostra após o processo de extração e secagem; a massa de óleo é a diferença entre os dois termos. A massa de amêndoa utilizada foi de aproximadamente 5 gramas e os experimentos foram realizados em duplicata e de forma randômica.

Tabela 16 – Dados experimentais para o cálculo do teor de óleo da amêndoa

Ensaio	Amostra	Tempo (h)	Solvente	Método de extração*	Massa inicial (g)	Massa final (g)	Massa do cartucho (g)	Massa de óleo (g)
1	14	3	Isopropanol	1	6,38	5,13	1,04	1,25
2	13	3	Isopropanol	1	6,63	5,28	1,10	1,35
3	9	3	Hexano	1	6,08	4,86	1,03	1,22
4	10	3	Hexano	1	6,37	5,02	1,07	1,36
5	4	6	Hexano	-1	6,60	5,00	1,07	1,60
6	3	6	Hexano	-1	6,40	4,89	1,11	1,51
7	5	3	Isopropanol	-1	6,31	4,91	1,05	1,40
8	6	3	Isopropanol	-1	6,13	4,92	1,06	1,21
9	15	6	Isopropanol	1	6,00	4,44	1,07	1,56
10	16	6	Isopropanol	1	5,68	4,25	1,11	1,43
11	7	6	Isopropanol	-1	6,16	4,58	1,08	1,40
12	8	6	Isopropanol	-1	6,36	4,77	1,07	1,21
13	11	6	Hexano	1	5,77	4,77	1,03	1,00
14	12	6	Hexano	1	5,88	4,59	1,07	1,29
15	1	3	Hexano	-1	6,48	5,15	1,09	1,33
16	2	3	Hexano	-1	6,80	5,39	1,10	1,41

* Método de extração: (-1) Soxhlet padrão, (+1) Extração contínua.

Fonte: Autor (2016)

A partir da massa de óleo e da massa inicial da amostra foi possível calcular os resultados apresentados na Tabela 17 de acordo com a Equação 7 apresentada na metodologia.

Tabela 17 – Matriz do planejamento fatorial 2^3 para amêndoa

Ensaio	Tempo (h)	Solvente	Método de extração	Teor médio de óleo (%)
1	3	Hexano	Soxhlet padrão	24,75 ± 0,08
2	6	Hexano	Soxhlet padrão	28,65 ± 0,21
3	3	Isopropanol	Soxhlet padrão	25,25 ± 1,91
4	6	Isopropanol	Soxhlet padrão	30,65 ± 0,78
5	3	Hexano	Extração contínua	24,85 ± 1,06
6	6	Hexano	Extração contínua	26,60 ± 0,28
7	3	Isopropanol	Extração contínua	23,85 ± 0,35
8	6	Isopropanol	Extração contínua	31,50 ± 0,28

Fonte: Autor (2016)

Analogamente ao processo de extração de óleo da polpa da macaúba, o menor teor médio de óleo encontrado para o processo de extração do óleo da amêndoa da macaúba ocorreu quando a amostra foi extraída através do método de extração contínua, no período de 3 horas e utilizando o hexano como solvente ($24,85 \pm 1,06\%$), enquanto o maior teor de óleo de médio ocorreu quando o experimento foi realizado através do método de extração contínua, no período de 6 horas e utilizando o isopropanol como solvente ($31,50 \pm 0,28$). No geral, em relação aos fatores, o comportamento do teor de óleo encontrado para a extração do óleo da amêndoa da macaúba foi muito parecido aos valores encontrados no planejamento realizado para a polpa, tendo o isopropanol apresentado melhores resultados, os métodos de extrações com resultados variáveis, impossibilitando de determinar qual apresentou melhor desempenho e o tempo que apresentou maiores teores de óleo quando elevado do nível inferior para o superior. Ainda em comparação a extração de óleo realizada para a polpa da macaúba, os teores de óleo encontrados para a amêndoa se apresentaram menores, o que pode ser explicado pela menor afinidade dos solventes utilizados com o óleo, que possui diferente composição.

A Tabela 18 apresenta os efeitos principais, de interação entre dois ou os três fatores o erro padrão para o planejamento fatorial completo 2^3 com 95% de confiança.

Tabela 18 - Efeitos calculados para o planejamento fatorial completo 2³ para a amêndoa

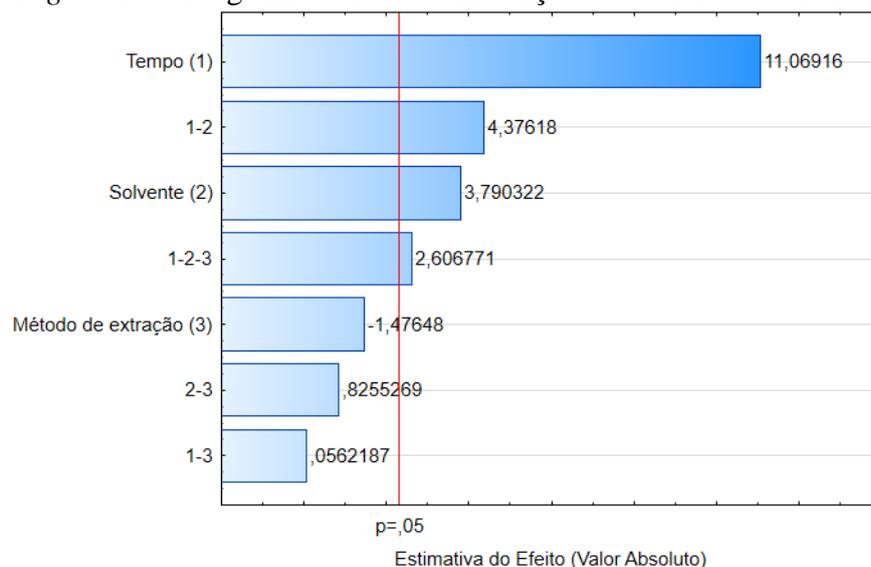
Fator	Efeito	P
Média	27,02 ± 0,21	
Efeitos principais		
Tempo (1)	4,68 ± 0,42	
Solvente (2)	1,60 ± 0,42	
Método de extração (3)	-0,62 ± 0,42	
Interações entre dois fatores		
Tempo-Solvente (12)	1,85 ± 0,42	
Tempo-Método de extração (13)	0,02 ± 0,42	
Solvente-Método de extração (23)	0,35 ± 0,42	
Interações entre três fatores		
Tempo-Solvente-Método de extração (123)	1,10 ± 0,42	

Fonte: Autor (2016)

A elevação do tempo de 3 para 6 horas proporcionou o aumento de 4,68% do teor de óleo da amostra, assim como a utilização do isopropanol representou o aumento de 1,60% sobre a quantidade de óleo extraída com o hexano, a interação entre os dois fatores se apresentou como um importante fator para o experimento.

A Figura 19 apresenta o diagrama de Pareto obtido a partir do planejamento experimental.

Figura 19 – Diagrama de Pareto em função dos valores estatísticos



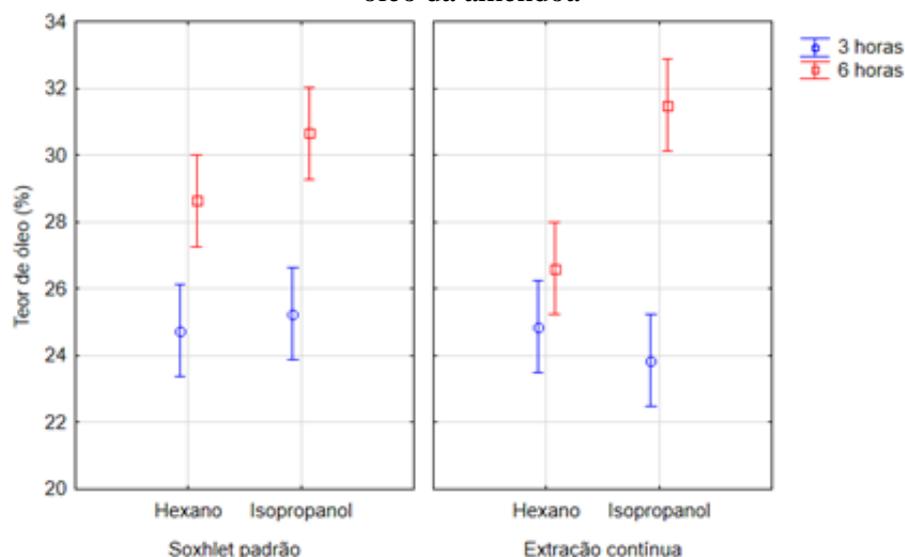
Fonte: Autor (2016)

Analisando o diagrama de Pareto dos efeitos padronizados em $p = 0,05$, nota-se novamente que entre os efeitos principais calculados o método de extração (3) foi o único fator não significativo para um intervalo de confiança de 95. Entre os fatores de interação, o comportamento apresentado para a extração do óleo da amêndoa foi totalmente o oposto dos valores encontrados para o planejamento realizado para a polpa da macaúba, sendo a interação entre o tempo e o solvente (1-2) um fator significativo, assim como a interação entre os três fatores (1-2-3), demonstrando que as interações entre solvente e método (2-3) e tempo e método (1-3) não alteraram significativamente o teor de óleo da amostra.

A Figura 20 mostra o comportamento do tempo em função do solvente e do método de extração.

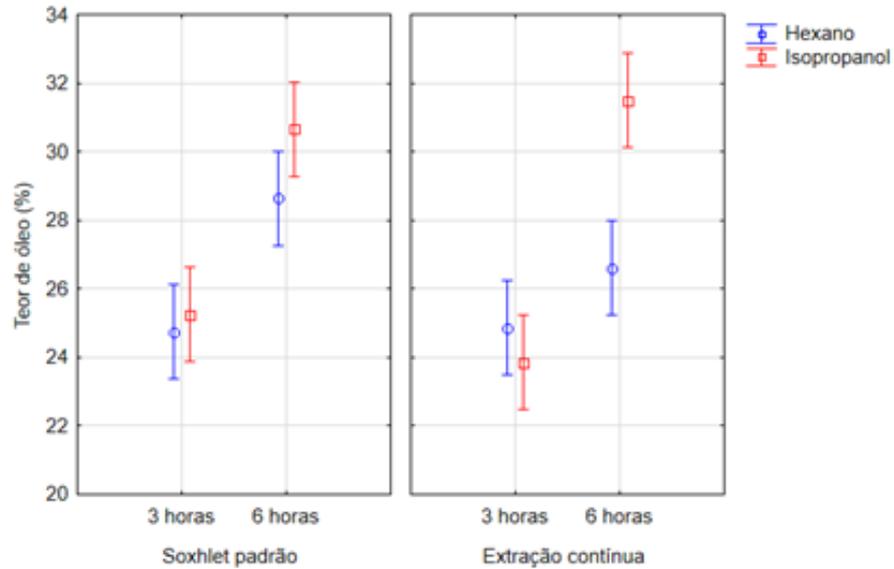
Como esperado, o tempo de extração de 6 horas forneceu teor de óleo superior em todas as combinações em que foram realizados experimentos, independentemente do solvente ou do método de extração utilizado. Levando em consideração a mudança do nível inferior do tempo, 3h, para o superior, 6h, a extração contínua realizada com o hexano apresentou aumento do teor de óleo consideravelmente reduzido em relação as demais combinações, tal desempenho provavelmente influenciou para que a interação entre os três fatores se tornasse significativa. O maior teor de óleo encontrado no tempo de 6 horas foi de 31,50%, aproximadamente 10% a menos do que teor de óleo máximo encontrado neste trabalho 41,1% (16 horas de extração), indicando que em 6 horas foi possível extrair mais de 76,6% do óleo presente na amêndoa da macaúba, valor satisfatório, porém inferior ao encontrado para a polpa da macaúba.

Figura 20 – Efeito do tempo em função do solvente e do método de extração sobre o teor de óleo da amêndoa



A Figura 21 ilustra o comportamento do solvente em função do tempo e do método de extração.

Figura 21 – Efeito do solvente em função do tempo e do método de extração sobre o teor de óleo da amêndoa

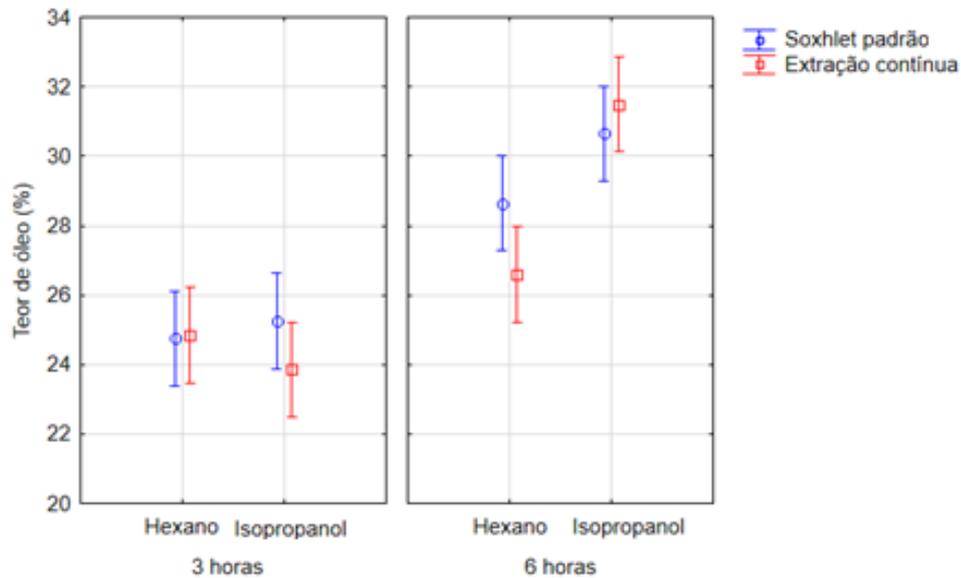


Fonte: Autor (2016)

Verifica-se que para a extração através do método soxhlet padrão, o isopropanol forneceu maiores rendimentos nos dois níveis de tempo, comportamento semelhante ao encontrado no processo de extração contínua para o tempo de 6 horas, porém, diferente do encontrado na extração por 3 horas, onde o hexano obteve melhor resultado. Se existisse uma linha ligando os pontos inerentes a cada solvente em seu respectivo processo de extração, verificar-se-ia que elas iriam se cruzar, caracterizando o efeito significativo da interação entre o tempo e o solvente apresentada no Pareto ilustrado anteriormente.

Para análise da influência do método de extração, a Figura 22 ilustra o comportamento do método de extração em função do tempo e do solvente.

Figura 22 – Efeito do método de extração em função do tempo e do solvente sobre o teor de óleo da amêndoa



Fonte: Autor (2016)

O diagrama de Pareto indica que o método de extração, como efeito principal, não é significativo, porém, a interação entre os três fatores influencia no teor de óleo da amostra. Isto está ilustrado na Figura 22, onde os resultados obtidos estão distribuídos sem nenhum padrão lógico.

5.6.4 Modelo estatístico e Análise de Variância (ANOVA)

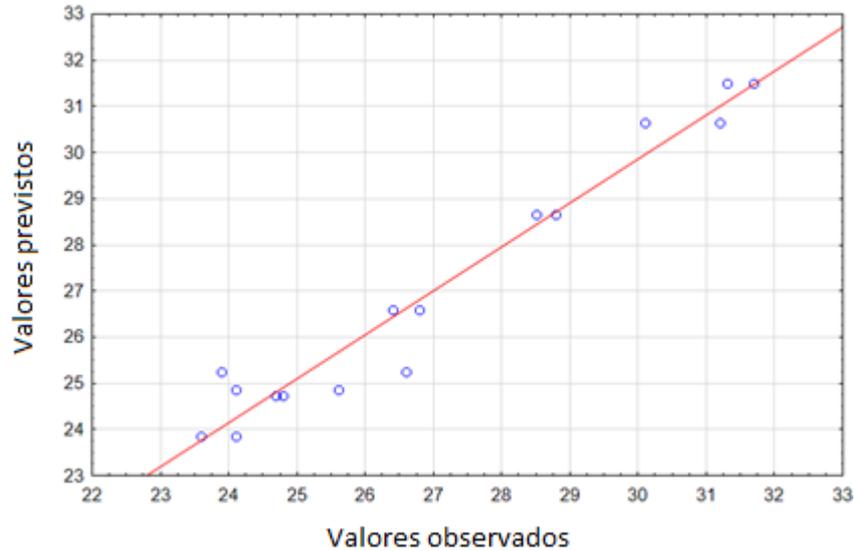
Através dos dados obtidos e do conhecimento dos efeitos significativos, pode-se elaborar o modelo estatístico, o qual é dado pela Equação 10:

$$Y = 19,99 + 1,56 X1 - 1,97 X2 + 0,32 X1 X2 + 0,37 X1 X2 X3 \quad (10)$$

Onde: Y = teor de óleo (%); $X1$ = tempo; $X2$ = solvente e $X3$ = método de extração

É possível verificar através da Figura 23 que a reta proveniente dos pontos previstos se aproxima de forma adequada a realidade dos pontos experimentais, deixando pequenos resíduos positivos e negativos.

Figura 23 – Gráfico de valores observados e valores previstos pelo modelo estatístico
Teor de óleo (%)



Fonte: Autor (2016)

A análise da variância (ANOVA) dos rendimentos para o ajuste do modelo estatístico dado pela Equação 10, ilustrada na Tabela 19, foi realizada para determinar a significância e qualidade do ajuste do modelo estatístico apresentado.

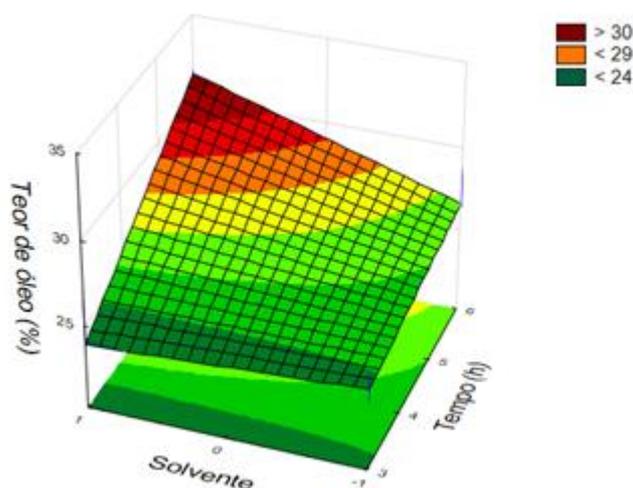
Os valores de F calculados para as fontes de variação são maiores que o valor de F tabelado, demonstra que os modelos são estatisticamente significativos ao nível de significância de 95%. Da mesma maneira, os p-valores são menores do que 5%, indica também que, os termos quadráticos são estatisticamente significativos no modelo. O coeficiente de determinação do modelo, R^2 , foi aproximadamente 95,3%, confirmando que o bom ajuste das modelos as respostas observadas. A partir deste modelo foram construídas as superfícies de resposta conforme as Figuras 24, 25 e 26.

Tabela 19 – Análise de variância (ANOVA) para o teor de óleo obtido a partir da extração da amêndoa da macaúba

Fonte de variação	Soma Quadrática (SQ)	Graus de liberdade	Média Quadrática (MQ)	F	Desvio Padrão (P)
(1) Tempo (h)	87,4693	1	87,46926	122,526	0,0000
(2) Solvente	10,2560	1	10,25601	14,366	0,0053
(3) Método de extração	1,5563	1	1,55626	2,180	0,1781
Interação 1 – 2	13,6715	1	13,67151	19,151	0,0024
Interação 1 – 3	0,0023	1	0,00226	0,003	0,9565
Interação 2 – 3	0,4865	1	0,48651	0,681	0,4330
Interação 1 – 2 – 3	4,8510	1	4,85101	6,795	0,0313
Erro puro	5,7111	8	0,71388		
Total SS	124,0038	15	87,46926		
% Máx. de variação explicável	95,3				

Fonte: Autor (2016)

Figura 24 – Superfície de resposta para o teor de óleo obtida em função do solvente e tempo (h)

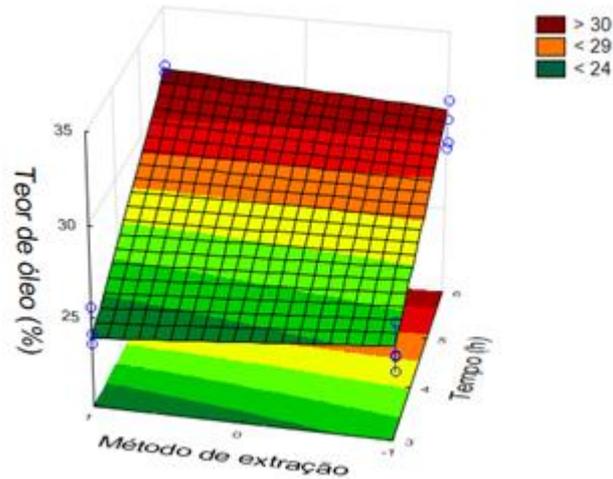


Fonte: Autor (2016)

A área em vermelho mais escuro na Figura 25, representa a tendência de melhor rendimento encontrado na interação, sendo esse ponto o solvente isopropanol e o tempo de 6 horas.

A superfície de resposta ilustrada na Figura 26, indica a tendência de maior teor de óleo quando a extração ocorre no tempo de 6 horas, e, neste nível de tempo, os métodos de extração apresentaram teores de óleo superiores a 30%, indicando que ambos podem ser utilizados sem distinção.

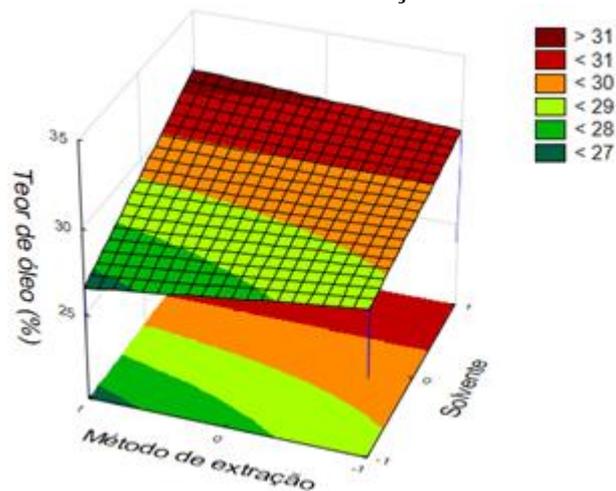
Figura 25 – Superfície de resposta para o rendimento em óleo obtida em função do método de extração e tempo (h)



Fonte: Autor (2016)

A superfície de resposta exposta através da Figura 27, tendo o nível inferior (-1), o método de extração por soxhlet padrão e o solvente hexano e o nível superior (+1), o método de extração contínua e o solvente isopropanol, indica a tendência de melhores resultados utilizando o isopropanol como solvente em ambos os métodos de extração.

Figura 26 – Superfície de resposta para o rendimento em óleo obtida em função do solvente e método de extração



Fonte: Autor (2016)

5.6.5 Extração utilizando etanol como solvente

A fim de analisar solventes alternativos para a extração do óleo da macaúba, foram realizados experimentos, utilizando etanol como solvente, nas condições que apresentaram maior teor de óleo nos planejamentos fatoriais realizados para a extração de óleo da polpa e da amêndoa da macaúba.

Como o método de extração não se mostrou fator significativo, utilizou-se o método mais prático e comumente usados em outros trabalhos, o soxhlet padrão. Verificou-se que a variável tempo representava o efeito mais significativo nos dois planejamentos fatoriais realizados, logo, realizou-se a análise do desempenho da extração do óleo utilizando etanol como solvente através da variação do tempo.

Os valores encontrados estão ilustrados na Tabela 20.

Tabela 20 – Teor médio de óleo para extração por etanol

Amostra	Tempo (h)	Teor médio de óleo (%)
Polpa	4	$24,4 \pm 0,21$
	10	$37,1 \pm 0,71$
	16	$41,5 \pm 0,14$
Amêndoa	4	$23,5 \pm 0,92$
	10	$33,8 \pm 0,14$
	16	$37,8 \pm 0,42$

Fonte: Autor (2016)

Analogamente aos dados encontrados na extração mecânica e nas extrações por solvente realizadas com hexano e isopropanol, o teor de óleo encontrado na polpa foi superior ao encontrado na amêndoa, confirmando a característica dos frutos coletados.

Com 10 horas de extração, o etanol já havia extraído aproximadamente 84% do óleo presente na polpa da macaúba e mais de 91,9% do óleo presente na amêndoa. Para a polpa, o teor de óleo encontrado com 16 horas de extração foi 2,7% abaixo do teor máximo determinado através da extração com hexano por 24 horas, enquanto que para a amêndoa, o teor de óleo foi 3,3% inferior, indicando ótimos desempenhos.

Tanto o isopropanol quanto o etanol se mostraram solventes efetivos comparado ao hexano na extração de óleos.

6 CONCLUSÃO E SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Através dos resultados obtidos nos diferentes procedimentos de extração de óleo da polpa e da amêndoa de frutos de macaúba, concluiu-se que o fruto da macaúba-barriguda coletada no estado de Alagoas apresenta-se como uma ótima fonte de óleos, tendo a polpa um teor de óleo superior a amêndoa.

Quanto a caracterização biométrica da macaúba, os resultados indicaram valores médios satisfatórios com relação aos frutos de macaubeiras de outras regiões, possibilitando através do conhecimento dessas características do fruto a potencialização da extração de seus óleos.

A caracterização do óleo da amêndoa, quanto a acidez, indica-o como satisfatório para consumo humano de acordo com a Resolução 270-2005 – ANVISA/RCD, diferentemente do óleo da polpa, que possui acidez elevada. Quanto a comercialização de óleos para fins de produção do biodiesel, o óleo proveniente da amêndoa da macaúba atende as especificações com relação à umidade, acidez e pH. No entanto, o valor da densidade foi constatado acima do indicado. O óleo da polpa indicou a necessidade de um tratamento prévio para sua utilização nesses fins.

O teor de óleo máximo da polpa e da amêndoa da macaúba encontrados, 44,2% e 41,1% respectivamente, foram próximos aos descritos na literatura, apesar da grande variação devido as diferentes espécies de macaúba existentes e as diferentes características as quais as palmeiras estão submetidas (solo, clima, região e etc.).

No estudo do processo de extração mecânica, observou-se que o comportamento dos resultados foi semelhante para a extração do óleo da polpa e da amêndoa da macaúba, tendo a polpa apresentado rendimentos superiores. A elevação da pressão resultou no aumento dos rendimentos da extração, tanto em função da massa, quanto em função da extração total, o qual considera o teor de óleo máximo da amostra. Consequentemente, a pressão de 577,5 kgf/cm² apresentou os melhores resultados em teor de óleo, respectivamente 23,8% e 23% para a polpa e amêndoa da macaúba. A combinação de extração mecânica em pressões inferiores e extração por solvente se mostrou uma ótima alternativa quanto ao rendimento de óleo, apresentando teores de óleo superiores aos encontrados através da extração mecânica nas maiores pressões, sendo 34,5% para a polpa e 33,3% para a amêndoa, ambas com 412,5 kgf/cm² de pressão.

O estudo do processo de extração por solvente indicou que em ambos os casos, tanto para a extração do óleo da polpa, quanto para o óleo da amêndoa, o tempo foi o fator mais

significante para os planejamentos realizados, tendo o teor de óleo como variável dependente. A elevação do tempo de extração de 3 horas para 6 horas indicou o aumento de 10,91% do teor de óleo para a polpa e 4,68% para a amêndoa. Enquanto o método de extração não se mostrou como variável significativa para a extração de óleo da macaúba, indicando que tanto a extração contínua, quanto a extração por soxhlet padrão podem ser utilizadas sem maiores implicações.

O isopropanol se mostrou uma ótima opção como solvente para extração do óleo da macaúba, apresentando resultados em teor de óleo superiores aos encontrados utilizando o hexano como solvente nas mesmas condições experimentais para os dois tipos de óleo. Da mesma forma, o etanol apresentou bons resultados para a extração por solvente, tendo encontrado para a polpa em 16 horas de extração 2,7% a menos do que o teor de óleo máximo determinado através da extração com hexano por 24 horas, enquanto que para a amêndoa, o teor de óleo foi 3,3% inferior, indicando ótimos desempenhos para esse solvente.

Em vista os resultados apresentados, sugere-se como continuidade deste trabalho:

- Estudo da influência da temperatura e da umidade na extração mecânica de óleo da macaúba.
- Estudo de diferentes pré-tratamentos para a extração por solvente de óleo da macaúba-barriguda.
- Uso do óleo da macaúba para produção de biodiesel visando redução de custo final do produto.

REFERÊNCIAS

- ALMEIDA, P. P.; MEZZOMO, N.; FERREIRA, S. R. S. Extraction of *Mentha spicata* L. Volatile Compounds: Evaluation of Process Parameters and Extract Composition. **Food and Bioprocess Technology**. v. 5, p.548–559, 2012.
- ALMEIDA, S. P.; PROENÇA, C. E. B.; SANO, S. M.; RIBEIRO, J. F. **Cerrado: espécies vegetais úteis**. Planaltina: Embrapa-CPAC, 1998. p. 14-19.
- ANDRADE, B. K. S. A. **Estudo do processo da extração do óleo do pinhão manso**. 2014. Trabalho de conclusão de curso de graduação (Graduação em Engenharia Química) – Centro de Tecnologia - Universidade Federal de Alagoas. Maceió. Alagoas. 2014.
- ANDRADE, B. K. S. A.; SOLETTI, J. I.; CARVALHO, S. H. V. **Curva de Rendimento da extração mecânica e caracterização do óleo de pinhão manso**. In: XI Congresso Brasileiro de Engenharia Química em Iniciação Científica. Unicamp – Campinas – SP. 19 a 22 de julho de 2015.
- ANSOLIN, M.; *et al.* Extração de Óleo de Gérmen de Trigo com Solventes Alcoólicos. **UNOPAR Científica Ciências Biológicas e da Saúde. Journal of Health Sciences**, 2015.
- AQUINO, F. G. *et al.* **Distribuição geográfica das espécies *Acrocomia aculeata* (Jacq.) Lood ex. Mart. e *Caryocar brasiliense* Cambess no bioma Cerrado**. In: Simpósio Nacional Cerrado: desafios e estratégias para o equilíbrio entre sociedade, agronegócio e recursos naturais, 9, Brasília, 2008.
- BAKER, E. C.; SULLIVAN, D. A. Development of a pilot-plant process for the extraction of soy flakes with aqueous isopropyl alcohol. **Journal of the American Oil Chemists' Society**. 1983;60(7):1271-7.
- BÉLIGON, V. *et al.* Microbial lipids as potential source to food supplements. **Current Opinion in Food Science**, v. 7, p. 35–42, 2016.
- BORA, P. S. AND ROCHA. **Macaiba palm: fatty and amino acids composition of fruits macaíba**. Composición de aminoácidos e ácidos graxos de fritos. v. 4, p. 158-162, 2004.
- BRUM, A. A. S. **Métodos de extração e qualidade da fração lipídica**. 79 f. Dissertação (Mestrado em Ciências) – Escola Superior de Agricultura Luiz de Queiroz, Universidade Federal de São Paulo, Piracicaba - SP. 2004.
- CAPELLINI, M. C. **Extração de óleo de farelo de arroz utilizando solventes alcoólicos: avaliação de alterações na fração proteica e na composição do óleo**. 2013. Dissertação (Mestrado em Ciências da Engenharia de Alimentos) - Faculdade de Zootecnia e Engenharia de Alimentos, Universidade de São Paulo, Pirassununga - SP, 2013.
- CARVALHO, A. K. F. *et al.* Assessing the potential of non-edible oils and residual fat to be used as a feedstock source in enzymatic ethanolysis reaction. **Industrial Crops and Products** 50(2013) 485-493.

CARVALHO, K. J.; SOUZA, A. L.; MACHADO, C. C. **Ecologia, manejo, silvicultura e tecnologia da macaúba**. Viçosa – MG, Universidade Federal de Viçosa, 35 p.il. 2011.

CAVALCANTE, P. A. W. **Estudo do Processo da Extração do óleo da Semente de Maracujá**. 2013. Trabalho de conclusão de curso de graduação (Graduação em Engenharia Química) – Centro de Tecnologia, Universidade Federal de Alagoas. Maceió. Alagoas. 2013.

CICONINI, G. **Caracterização de frutos e óleo de polpa de macaúba dos biomas Cerrado e Pantanal do estado de Mato Grosso do Sul, Brasil**. Dissertação (Mestrado em Biotecnologia). Universidade Católica Dom Bosco, 128p., Mato Grosso do Sul, 2012.

COIMBRA M. C.; JORGE N. Characterization of the Pulp and Kernel Oils from *Syagrus oleracea*, *Syagrus romanzoffiana*, and *Acrocomia aculeate*. **Journal of Food Science** - Vol. 76, Nr. 8, 2011.

CONCEIÇÃO, L. D. H. C. S. *et al.* **Teor de óleo em frutos de diferentes espécies de macaubeira (*Acrocomia spp.*)**. In: Congresso Brasileiro De Fruticultura, 22., 2012, Bento Gonçalves – RS. 2012.

CORREIA, I. M. S. **Extração e pirólise do óleo de girassol (*Helianthus annuus L.*) visando a produção de biocombustíveis**. 94 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Química) – Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química, Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal. 2009.

CUSTODIO, A. F. **Modelagem e simulação do processo de separação de óleo de soja-hexano por evaporação**. Dissertação (Mestrado em Engenharia Química) – Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química, Universidade Estadual de Campinas, Campinas – SP. 2003.

DUARTE, I. D. *et al.* **Variação da composição de ácidos graxos dos óleos de polpa e amêndoa de macaúba**. Congresso Brasileiro de Plantas Oleaginosas, Óleos, Gorduras e Biodiesel. Belo Horizonte – MG. out. 2010.

DUTTA, R. *et al.* Extraction of oil from *Crotalaria Juncea* seeds in a modified Soxhlet apparatus: physical and chemical characterization of a prospective bio-fuel. **Fuel**, v.116, p.794-802, 2014.

EPA. **Publisher proposed hexane emission rules**. Inform. 11, 675-676, 2000.

FASINA, O. O. *et al.* Predicting Temperature-Dependence Viscosity of Vegetable Oils from Fatty Acid Composition. **Journal of the American Oil Chemists' Society**. v. 83, p. 899-903, 2006.

FERNANDES, J. D. **Análise técnica e econômica da adubação mineral e orgânica sob o cultivo da mamona e do pinhão manso**. Tese (Doutorado em Recursos naturais) - Programa de Pós-graduação em Recursos Naturais. Universidade Federal de Campina Grande. Campina Grande. Paraíba, 2010.

FRUITS. **From America: an ethnobotanical inventory of *Acrocomia aculeata***. Disponível:<http://www.ciat.cgiar.org/ipgri/fruits_from_americas/frutales/Acrocomiaaculeata.html> Acesso em: 16 maio 2015.

GANDHI A. P. *et al.* Studies on alternative solvents for the extraction of oil-l soybean. **International Journal of Food Science & Technology**. 2003; 38:369-75.

GOMES FILHO, J. C. **Estudo da produção de biodiesel etílico de chichá (*sterculia striata*) e do equilíbrio de fase líquido-líquido para o sistema contendo biodiesel + álcool + glicerina**. Dissertação (Mestrado em Engenharia Química) - Universidade Federal de Alagoas, Alagoas, 2013.

GRIN – Germplasm Resources Information Network. **Taxonomia das plantas**. Disponível em:< <http://www.ars-grin.gov/cgi-bin/npgs/html/taxon.pl?1388>>. Acesso em: 14 maio 2015.
GUARIENTI, E. P. *et al.* **Perdas de matéria-prima: um estudo de caso na indústria de óleo de soja**. *Engevista*, 14, (1), 58-73. 2012.

HAMMOND, E. G. *et al.* Soybean Oil. In: F. Shahidi (editor) **Bailey's Industrial Oil and Fat Products**, (p 577-653). New Jersey: John Wiley and Sons. 2005.

HENDERSON, A.; GALEANO, G.; BERNAL, R.. **Field Guide to the Palms of the Americas**. New Jersey: Princepton University, p.166-167., 1995.

IHA, O. K. *et al.* Physicochemical properties of *Syagrus coronata* and *Acrocomia aculeata* oils for biofuel production. **Industrial Crops and Products** 62 (2014) 318–322.

INSTITUTO ADOLFO LUTZ. **Normas analíticas do Instituto Adolfo Lutz: Métodos físico-químicos para análise de alimentos**, 4. ed. São Paulo: IMESP, p. 593 – 629. 2008.

JENSEN, S. **Modelagem e investigação experimental dos processos de secagem e extração de erva-mate (*Ilex paraguariensis*)**. 118 f. Tese (Doutorado em Tecnologia de Alimentos) – Programa de Pós-Graduação em Tecnologia de Alimentos, Universidade Federal do Paraná, Curitiba - PR. 2011.

KALTNER, *et al.* **Viabilidade técnica e econômica de produção de ésteres de óleo de palma, para utilização como substituto de óleo diesel, na Amazônia**. Embrapa Amazônia Oriental. Documentos, 193. Belém. 54 p. ISSN 1517-2201, 2004.

KUMARI, P. *et al.* Algal lipids, fatty acids and sterols. In: DOMINGUEZ, H. (Ed.). **Functional ingredients from algae for foods and nutraceuticals**. 1st. ed. [s.l.] Woodhead Publishing, 2013. p. 87–134.

LIM, S. *et al.* **Supercritical fluid reactive extraction of *Jatropha curcas* L. seeds with methanol: A novel biodiesel production method**. *Bioresource Tecnologia*, Vol. 101, p.7169-7172., 2010.

LIMA, J. R. O *et al.* Biodiesel de babaçu (*Orbignya* sp.) obtido por via etanólica. **Química Nova**, v. 30, n. 3, p.600-603, 2007.

LORENZI, G. M. A. C. **Acrocomia aculeata (Jacq.) Lodd. Ex Mart. – Arecaceae: bases para o extrativismo sustentável**. Curitiba, 2006, 156f. Tese (Doutorado em Ciências Agrárias) Universidade Federal do Paraná, Curitiba, 2006.

LORENZI, H. *et al.* **Flora brasileira Lorenzi: Arecaceae (palmeiras)**. Instituto Plantarum de Estudos da Flora, Nova Odessa, 368 p., 2010.

LORENZI, H. *et al.* **Palmeira Brasileiras e Exóticas Cultivadas**. Instituto Plantarum de Estudos da Flora, Nova Odessa, 416p., 2004.

MACHADO, W. *et al.* Evaluation of two fruit ecotypes (total and sclerocarpa) of macaúba (*Acrocomia aculeata*). **Industrial Crops and Products**, v. 63, p. 287-293, 2015.

MANFIO, C. E. *et al.* Repetibilidade em características biométricas do fruto de macaúba. **Ciência Rural**. Santa Marias, v.41, n.1, p.70 -76, jan, 2011.

MARKLEY, K. S. Mbocayá or Paraguay Cocopalms – an important source of oil. **Economic Botany** **10**, no. 1, 3-32. 1956.

MELO, P. G. **Produção e caracterização de biodiesel obtidos a partir da oleaginosa macaúba (*Acrocomia aculeata*)**. Dissertação (Mestrado em Química) - Instituto de Química, Universidade Federal de Uberlândia, Uberlândia - MG, 2012.

MIRISOLA FILHO, L. A. **Cultivo e processamento de coco macaúba para a produção de biodiesel**. Viçosa – MG, Centro de Produções Técnicas – CPT, 336. p., 2009.

MOREAU RA.; HICKS K. B. The composition of corn oil obtained by the alcohol extraction of ground corn. **Journal of the American Oil Chemists' Society**. 2005;82(11):809-15.

MORETTO, E.; FETT, R. **Tecnologia de óleos e gorduras vegetais na indústria de alimentos**, Ed. Livraria Varela, São Paulo, 1998.

NASCIMENTO, A. D. P. *et al.* Extraction of *Acrocomia intumescens* Drude Oil with Supercritical Carbon Dioxide: Process Modeling and Comparison with Organic Solvent Extractions. **The Journal of Supercritical Fluids**, 2016.

NETO J. M. S. *et al.* **Influência da temperatura e pressão na extração mecânica do óleo de gergelim (*Sesamum indicum* L.)**. In: IV Congresso Brasileiro de Mamona & I Simpósio Internacional de Oleaginosas Energéticas, 2010, João Pessoa. 2010.

NUNES, A. A. **Óleo da Polpa de Macaúba (*Acrocomia aculeata* (Jacq) Lodd. ex Mart.) com Alta Qualidade: Processo de Refino e Termoestabilidade**. 2013. 127f.. Dissertação (Mestrado em Biotecnologia) - programa de Pós-Graduação em Biotecnologia, Universidade Católica Dom Bosco, Campo Grande - MS, 2013.

OETTERER, M.; REGITANO-D'ARCE, M. A. B.; SPOTO, M. H. F. **Fundamentos de ciência e tecnologia de alimentos**. Barueri, SP: Manole, 2006. 612 p.

OLIVEIRA C. M.; GARAVAZO B. R.; RODRIGUES C. E. C. Liquid-liquid equilibria for systems composed of rice bran oil and alcoholrich solvents: application to extraction and deacidification of oil. **Journal of Food Engineering** 2012; 110:418-27.

OLIVEIRA, L. C. P. *et al.* Estudo da extração e avaliação do rendimento de óleo de baru. **Revista Hestia Citino**, v. 1, n. 1, p. 16 – 20, 2011.

OLIVEIRA, R. C. *et al.* The extraction of passion fruit oil with green solvents. **Journal of Food Engineering**, v.117, p.458-463, 2013.

PERALTA-YAHYA, P. P. *et al.* Microbial engineering for the production of advanced biofuels. **Nature**, v. 488, n. 7411, p. 320–328, 2012.

PEREIRA, C. de S. S. **Avaliação de diferentes tecnologias na extração do óleo do pinhão-manso (*Jatropha Curcas L.*)**. Dissertação (Mestrado em Engenharia Química) Proqramma de Pós-Graduação em Engenharia Química. Universidade Federal Rural do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro. 2009.

PIGHINELLI, A. L. M. T. *et al.* Optimization of sunflower grain pressing and its characterization/ Otimizacao da prensagem de graos de girassol e sua caracterizacao. **Revista Brasileira de Engenharia Agricola e Ambiental** 13.1. 2009.

PIGHINELLI, A. L. M. T. **Extração mecânica de óleos de amendoim e de girassol para produção de biodiesel via catálise básica**. 94 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Agrícola) – Faculdade de Engenharia Agrícola, Universidade Estadual de Campinas, Campinas - SP. 2007.

PIGHINELLI, A. L. M. T. *et al.* **Otimização da prensagem a frio de grãos de amendoim em prensa contínua tipo *expeller***. Ciênc. Tecnol. Aliment., Campinas, p. 66 – 71, dez. 2008.

PIMENTA, T. V. **Metodologias de obtenção e caracterização dos óleos do fruto da macaúba com qualidade alimentícia: da coleta à utilização**. 114p. Dissertação (Mestrado em Engenharia Química) – Departamento de Engenharia Química, Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte – MG. 2010.

PINTO, A. L. D; MIRANDA, T. L. S. **Desenvolvimento de um novo óleo tipo mesa a partir da polpa da macaúba**. In: Congresso brasileiro de mamona, 4 & Simpósio internacional de oleaginosas energéticas, 1, 2010, UFMG. Belo Horizonte - MG, 128p., 2010.

POETSCH, J. *et al.* Acrocomia aculeata - a sustainable oil crop. **Rural21**. n.3. p-41-44, 2012.

RAMLUCKAN, K.; MOODLEY, K. G.; BUX, F. An evaluation of the efficacy of using selected solvents for the extraction of lipids from algal biomass by the soxhlet extraction method. **Fuel**, v. 116, p. 103–108, 2014.

RETTORE, R.P.; MARTINS, H. **Produção de combustíveis líquidos a partir de óleos vegetais: estudo das oleaginosas nativas de Minas Gerais**. Projeto CETEC – CENTRO TECNOLÓGICO DE MINAS GERAIS. Belo Horizonte – MG, 1983.

RIBEIRO, E. T. S. **Emprego de técnicas de extração a alta e baixa pressão para obtenção de polifenóis antioxidantes do subproduto agroindustrial de maçã.** 133 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Alimentos) – Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Alimentos, Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis - SC. 2007.

RITTNER, H. Extraction of vegetable oils with ethyl alcohol. **Oleagineux**, v. 47, n.1, p. 29, 1992.

RODRIGUES, H. de S. **Obtenção de ésteres etílicos e metílicos, por reação de transesterificação, a partir do óleo da palmeira macaúba latino-americana macaúba, acrocomia aculeata.** Tese (Doutorado em Química) - Escola de Química. Universidade de São Paulo, Ribeirão Preto. 2007.

RODRÍGUEZ-SOLANA, R. *et al.* Characterization of fennel extracts and quantification of estragole: Optimization and comparison of accelerated solvent extraction and Soxhlet techniques. **Industrial Crops and Products**, v. 52, p. 528– 536, 2014.

SANJINEZ-ARGANDOÑA, E. J.; CHUBA, C. A. M. Caracterização biométrica, física e química de frutos da palmeira bocaiuva *Acrocomia aculeata* (Jacq) Lodd. **Revista Brasileira de Fruticultura**. Jaboticabal - SP, v.33, n.3, p.1023-1028, set. 2011.

SANTOS B. P. T. *et al.* **Determinação da eficiência da extração de óleo de ouricuri (*Syagrus coronata*) por prensagem hidráulica,** In: X Congresso Brasileiro de Engenharia Química, Blucher Chemical Engineering Proceedings, Volume 1, 2013, Pages 171-175.

SANTOS, R. M. *et al.* Pyrolysis of mangaba seed: Production and characterization of bio-oil. **Bioresource Technology**, v. 196, p. 43–48, 2015.

SAWADA, M. M. **Estudo da viabilidade técnica da substituição de hexano por etanol no processo de extração de óleo de soja:cinética de extração e índices de qualidade.** 2012.128 f. Dissertação (Mestrado) - Faculdade de Zootecnia e Engenharia de Alimentos da Universidade de São Paulo, Pirassununga – SP. 2012.

SCHNEIDER, R. de C. de S. **Extração, caracterização e transformação do óleo de rícino.** 240 f. Tese (Doutorado em Química) – Programa de Pós-Graduação em Química, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre - RS. 2002.

SCRIMGEOUR, C. Chemistry of Fatty Acids In: Shahidi, F. (Org.) **Bailey's Industrial Oil & Fat Products** 6^a ed. v.1, John Wiley & Son, New York p.565-576. 2005.

SETH, S. *et al.* Oil extraction rates of soya bean using isopropyl alcohol as solvent. **Biosystems Engineering**. 2007; 97:209-17.

SILVA, G. C. R. Development and simulation of a new oil extraction process from fruit of macauba palm tree. **Journal of Food Process Engineering**, Vol. 36, Issue 1, pp. 134-145, 2011.

SILVA, I. C. C. **Usos de processos combinados para aumento do rendimento da extração e da qualidade do óleo de macaúba.** Dissertação (Mestrado em tecnologia de processos

químicos e biológicos), Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro – RJ, 99p., 2009.

SILVA, J. de C. **MACAÚBA: Fonte de matéria-prima para os setores alimentício, energético e industrial.** Viçosa - Minas Gerais. 63 p., 2007.

SILVA, R. B. *et al.* **A comparative study of nutritional composition and potential use of some underutilized tropical fruits of Arecaceae.** An. Acad. Bras. Ciênc., Rio de Janeiro, v. 87, n. 3, p. 1701-1709, Set. 2015.

SINEIRO, J. *et al.* Ethanolic extraction of sunflower oil in a pulsing extractor. **Journal of the American Oil Chemists' Society** 1998;75(6):753-4.

SINGH, J.; BARGALE, P. C. Development of a small capacity double stage compression screw press for oil expression. **Journal of Food Engineering**, v.43, p.75-82, 2000.

SOUZA G. F. **Extração e obtenção de ésteres etílicos por reação de esterificação a partir do óleo de macaúba.** Dissertação (Mestrado em Engenharia Química). Universidade Estadual de Maringá, Maringá - Paraná, 2014.

STILLWELL, W. **An Introduction to Biological Membranes: From Bilayers to Rafts.** 1st. ed. [s.l.] Elsevier B.V., 2013.

SZPIZ, R. R. *et al.* **Óleos de macaúba: uma alternativa para a oleoquímica.** Comunicado Técnico, Embrapa CTAA, v. 14, pg. 1-10. 1989.

TACO. **Tabela Brasileira de Composição de Alimentos.** Campinas, NEPA UNICAMP 2011.

TAKEUCHI, T. M. *et al.* **Low-Pressure Solvent Extraction (Solid-Liquid Extraction, Microwave Assisted, and Ultrasound Assisted) from Condimentary Plants.** In: Meireles, M. A. A. Extracting bioactive compounds for food products: theory and applications. CRC Press, p. 137-218, 2009.

THOMAS, G. C. **Análise teórico-experimental da extração de óleo de soja em instalação industrial do tipo Rotocell.** 140 f. Tese (Doutorado em Engenharia) – Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre. 2003.

TIR, R.; DUTTA, P. C.; BADJAH-HADJ-AHMED, A. Y. Effect of the extractio solvent polarity on the sesame seed oil composition. **European Journal of Lipid Science and Technology**, v. 144, p.1427-1438, 2012.

TRENTINI, C. P. *et al.* Low-pressure solvent extraction of oil from macauba (*Acrocomia aculeata*) pulp: characterization of oil and defatted meal. **Ciencia Rural**, Santa Maria , v. 46, n. 4, p. 725-731, 2016.

WAN, P. J. **Oilseed extraction.** In: WAN, P.J. Introduction to facts and oils technology: properties in facts and oils. Illinois: American Oil Chemists' Society, 1991. 112 p.

WHITE, P. J. **Fatty acids in oilseeds (vegetable oils)**. In: WHITE, P.J. Fatty acids in foods and their health implications. New York, NY: Marcel Dekker, v.1, 1992.

WIESENBORN, D. *et al.* Kinetic characterization of cooking-induced changes in crambe seed prepared for expelling. **Journal of Food Engineering**, 55:157-163. 2002.

WIJNGAARD, H. *et al.* Techniques to extract bioactive compounds from food by-products of plant origin. **Food Research International**, v. 46, n. 2, p. 505–513, 2012.

YOUNG, A. F. **Comparação da produção de biodiesel a partir dos óleos de soja e de dendê com etanol via catálise homogênea alcalina**. Trabalho de conclusão de curso (Graduação em Engenharia Química) - Escola de Química. Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2015.

ZHANG, F.; RHEE, K. C.; KOSEOGLU, S. S. Isopropyl alcohol extraction of cottonseed collets: efficiency and performance. **Journal of Food Lipids**, v.9, p.147-160, 2002.