



INFLUÊNCIA DA TEMPERATURA E PRESSÃO NA EXTRAÇÃO DE ÓLEO DE CASTANHA DO PARÁ COM N-PROPANO SUBCRÍTICO

Ana Beatriz Zanqui¹, Cláudia Marques da Silva¹, Vanessa Jorge dos Santos², Lúcio Cardozo-Filho³, Jesuí Vergílio Visentainer⁴, Makoto Matsushita⁴.

RESUMO: Vários estudos mostraram que óleo de castanha do Pará contém ácidos graxos da série ômega-9 e é rico em tocoferóis, e ambos atuam na prevenção de doenças. Métodos convencionais de extração de lipídios podem degradar esses compostos, além de serem utilizados solventes tóxicos que precisam ser separados do extrato ao final da extração por serem líquidos. Com o objetivo de promover uma extração de lipídios sem a utilização de solventes tóxicos e com facilidade na eliminação do solvente, este trabalho teve por objetivo, avaliar a influência da temperatura e da pressão na extração de óleo de castanha do Pará utilizando propano no estado subcrítico, obedecendo a um planejamento fatorial 2², variando a temperatura de 30 a 60°C e a pressão de 80 a 120 Bar. Os resultados mostraram através da superfície de resposta, que o aumento da temperatura e da pressão favoreceu o aumento do rendimento da extração. A melhor condição encontrada foi o ponto com condições 60°C e 120 Bar, extraíndo 42,57%, valor muito próximo ao extraído por solventes. Assim pode-se concluir que o método estudado é efetivo para extrair lipídios de castanha do Pará.

PALAVRAS-CHAVE: Alimentos; lipídios; planejamento fatorial; superfície de resposta.

1 INTRODUÇÃO

A castanha do Brasil, chamada também de castanha do Pará é o fruto de uma árvore de grande porte (*Bertholletia excelsa* B.), nativa da Amazônia. Rica em lipídios e proteínas, conta ainda com compostos fenólicos, vitamina E e fitosteróis. Essa, como as castanhas em geral, tem lipídios riquíssimos em tocoferóis que são compostos antioxidantes que atuam na prevenção de doenças cardíacas, crônicas, câncer e Alzheimer (Funasaki et al., 2013; Köksal et al., 2006), sendo de interesse industrial a comercialização de lipídios encapsulados como alimentos nutracêuticos e funcionais.

As extrações de lipídios mais utilizadas na indústria e em laboratórios são realizadas por processos que envolvem a adição de vários solventes orgânicos tais como metanol, clorofórmio, éter etílico, éter de petróleo e hexano, todos tóxicos e/ou inflamáveis. Assim, torna-se importante aperfeiçoar metodologias que utilizem outros solventes, não tóxicos e que possam ser descartados e removidos da amostra com facilidade (Moretto & Fett, 1998). Uma alternativa de tecnologia limpa de extração de lipídios que vem sendo amplamente estudada baseia-se na utilização de solventes atóxicos, como dióxido de carbono ou propano, no estado supercrítico ou subcrítico, pois à temperatura ambiente são gasosos, não havendo preocupação quanto a eliminação ou descarte dos mesmos (Martínez & Aguiar, 2014). Outra vantagem é relativa a grande variedade de solventes que pode ser utilizada e ainda suas combinações (co-solvente), proporcionando a capacidade e manipular a densidade do solvente e o tipo de extrato que será obtido. Estudos recentes tem mostrado que o propano é um excelente solvente para a extração de lipídios, no seu estado subcrítico, entretanto, deve-se ainda estudar a influência dos dois principais fatores que corroboram para a mudança de densidade e solubilização do solvente na amostra: a temperatura e a pressão (da Silva et al., 2015; Zanqui et al., 2015).

O planejamento fatorial é uma ferramenta estatística desenvolvida para minimizar o número de experimentos necessários para estudar os fatores que influenciam em determinado experimento, sendo capaz assim de fornecer exatamente o tipo de informação que está sendo procurada (Ferreira et al., 2007). Assim, utilizou-se um planejamento fatorial 2² (dois fatores em dois níveis com duplicata de cada ponto), totalizando 8 experimentos, variando a temperatura e a pressão, com o objetivo de avaliar a influência desses fatores no rendimento da extração de lipídios de castanha do Pará.

2 MATERIAL E MÉTODOS

¹ Doutorandas em Química pela Universidade Estadual de Maringá – UEM, Maringá – PR. Bolsistas CAPES; biazanqui@gmail.com; claudiamarquess@hotmail.com;

² Mestranda em Química pela Universidade Estadual de Maringá – UEM, Maringá – PR. Bolsista CAPES; vanessajs_11@hotmail.com

³ Professor do Departamento de Engenharia Química da Universidade Estadual de Maringá – UEM, Maringá – PR. lucio.cardozo@gmail.com

⁴ Professores do Departamento de Química da Universidade Estadual de Maringá – UEM, Maringá – PR. jesuiv@gmail.com; mmakoto@uem.br



Foram adquiridos 3 Kg de castanha do Pará, provenientes de produtores de Campo Grande – MS. As amostras foram trituradas em mixer e utilizadas apenas as de granulometria entre 9 e 12 mesh, separadas por peneiras série Tylor, embaladas á vácuo e congeladas à -18^oC, para análises posteriores.

O planejamento experimental fatorial utilizado foi 2² (dois fatores em dois níveis) em duplicata, com condições apresentadas na Tabela 1, para avaliar a influência dos dois principais fatores, temperatura (T) e pressão (P) tendo como resposta o rendimento (R) da extração.

Tabela 1: Fatores e níveis avaliados no planejamento experimental 2² completo para Castanha do Pará

Fatores	Símbolo	Unidade	Tipo	Níveis	
Temperatura	T	°C	Numérico	30	60
Pressão	P	Bar	Numérico	80	120

Os experimentos foram conduzidos em escala laboratorial em extrator utilizando como solvente o n-propano pressurizado, descrito por Zanqui et al., 2015, e realizados no Laboratório de Tecnologia Supercrítica do Departamento de Engenharia Química da UEM - Universidade Estadual de Maringá – PR. O n-propano foi pressurizado via bomba tipo seringa com a temperatura controlada por banho termostatizado à 5 °C. Para cada extração foram utilizados 25,0 g de amostra, que foi introduzida no extrator, mantido a temperatura e pressão constantes. A extração procedeu-se utilizando fluxo constante de 2,0 ml min⁻¹ de n-propano controlado através de uma válvula micrométrica (Autoclave Engineers) mantida a 80 °C, durante 60 minutos. Os lipídios foram coletados em frascos de vidro previamente pesados e o teor de lipídios determinado gravimetricamente em balança analítica. O teor de lipídios totais também foi determinado por extração convencional a frio, em triplicata, com metanol, clorofórmio e água, nas proporções de 2:2:1,8, respectivamente, segundo Bligh & Dyer (BD), 1959.

Os resultados obtidos a partir do planejamento fatorial foram submetidos à análise de variância (ANOVA) a 5% de significância, pelo teste de Tukey, através do Software do Sistema SAS, versão 9.1. Os efeitos principais e efeitos de interação resultantes do planejamento fatorial utilizado foram calculados e avaliou-se o efeito das variáveis independentes sobre as respostas, utilizando o modelo matemático expresso pela equação abaixo, onde R_i é a resposta, β_0 é a constante e $\beta_1, \beta_2, \beta_{12}, \beta_1^2, \beta_2^2$ são os termos de regressão (Granato et al., 2010), onde x₁ refere-se a temperatura, x₂ a pressão e x₁x₂ a interação entre temperatura e pressão, utilizando o Software Design Expert 7.1.3.

$$R_i = \beta_0 + \beta_1 x_1 + \beta_2 x_2 + \beta_{12} x_1 x_2 + \beta_1^2 x_1^2 + \beta_2^2 x_2^2 + \beta_{11} x_1^2 + \beta_{22} x_2^2 \quad (1)$$

3 RESULTADOS E DISCUSSÕES

A média dos valores obtidos para os rendimentos das extrações de lipídios de castanha do Pará estão apresentados na tabela 2, assim como os valores de temperatura e pressão para cada experimento. Observa-se que a alteração das condições de extração contribuiu para variação do rendimento da extração, onde o experimento 3, como maior valor de temperatura e pressão, alcançou o maior rendimento, 42,57%, sendo estatisticamente igual a porcentagem de lipídio extraída por solventes de acordo com Bligh e Dyer (1959).

Tabela 2: Média dos rendimentos das extrações efetuadas para Castanha do Pará

Fator/Experimento	Temperatura (°C)	Pressão Bar	Rendimento (%)
1	30,0	80	38,50 ^b ±0,15
2	60,0	80	41,29 ^{ab} ±0,54
3	60,0	120	42,57 ^a ±1,65
4	30,0	120	41,72 ^{ab} ±0,31
BD	-	-	44,38 ^a ±0,40

Letras diferentes na mesma coluna indicam diferenças significativas pelo teste de Tukey (p<0,05). BD= Bligh Dyer.

Para observar a influencia de cada fator e também a influencia da interação dos fatores, foi procedida a análise de variância, cujos resultados estão apresentados na tabela 3 e figura 1.

Tabela 3: Análise de variância para o rendimento de extração de óleo de Castanha do Pará

Termos	Soma dos quadrados	Graus de liberdade	Quadrados médios	Valor F	p-valor
Modelo	18,58	3	6,19	7,88	0,037
X ₁	6,61	1	6,61	8,40	0,044
X ₂	10,10	1	10,10	12,85	0,023
X ₁ X ₂	1,87	1	1,87	2,38	0,198



Erro puro	3,15	4	0,79	-	-
Total	21,73	7	-	-	-

X_1 = temperatura; X_2 = pressão

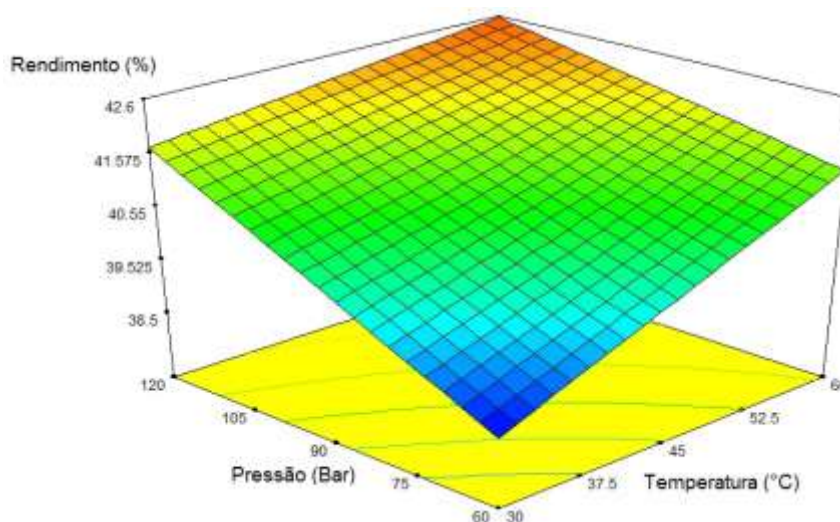


Figura 1 - Superfície de resposta para rendimento da extração de lipídios de castanha do Pará com propano subcrítico.

A análise de variância para a extração com propano indicou que, pelo fato do termo F ser 7,88, o modelo gerado é significativo, ou seja, a medida que a temperatura e a pressão de extração aumentam, o rendimento também aumenta. Os valores de p indicaram que os termos temperatura e pressão são significativos, por serem inferiores a 0,050, e a interação entre os fatores não foi significativa, por obter um valor superior a 0,100. A análise ainda mostra que, em porcentagem, a temperatura contribui com 30,41%, a pressão com 46,50% e a interação entre os fatores com apenas 8,62% para descrever o modelo gerado. O valor de R^2 gerado para este modelo foi 0,885, indicando um modelo confiável. Na Figura 1 está apresentado o modelo de superfície de resposta para a extração de lipídios de castanha do Pará baseado no planejamento 2^2 , mostrando que o rendimento da extração aumenta com o aumento dos termos: temperatura e pressão.

4 CONCLUSÃO

Este estudo mostra que a variação da temperatura e da pressão é significativa para extração de lipídios de Castanha do Pará por tecnologia subcrítica, de forma que o aumento de ambos os fatores favorecem o aumento do rendimento da extração, alcançando aproximadamente 43% de lipídios, sendo estatisticamente igual ao valor obtido por extração convencional. Estes são resultados parciais do trabalho.

REFERÊNCIAS

BLIGH, E. G., & DYER, W. J. (1959). A rapid method of total lipid extraction and purification. *Canadian Journal of Biochemistry and Physiology*, 37(8), 911–7. Retrieved from <http://www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/13671378>

Da Silva, C. M., Zanqui, A. B., Gohara, A. K., de Souza, A. H. P., Cardozo-Filho, L., Visentainer, J. V., Matsushita, M. (2015). Compressed n-propane extraction of lipids and bioactive compounds from Perilla (*Perilla frutescens*). *The Journal of Supercritical Fluids*, 102, 1–8. doi:10.1016/j.supflu.2015.03.016

Ferreira, S. L. C., Bruns, R. E., Ferreira, H. S., Matos, G. D., David, J. M., Brand, G. C., Santos, W. N. L. (2007). Box-Behnken design : An alternative for the optimization of analytical methods, 597, 179–186. doi:10.1016/j.aca.2007.07.011

Funasaki, M., Menezes, I. S., Barroso, S., Zanutto, S. P., Regina, C., & Carioca, F. (2013). Tocopherol profile of Brazil nut oil from different geographic areas of the Amazon region, 43(4), 505–510.



Granato, D., Ribeiro, J. C. B., Castro, I. A., & Masson, M. L. (2010). Sensory evaluation and physicochemical optimisation of soy-based desserts using response surface methodology. *Food Chemistry*, 121(3), 899–906. doi:10.1016/j.foodchem.2010.01.014

Köksal, a. İ., Artik, N., Şimşek, A., & Güneş, N. (2006). Nutrient composition of hazelnut (*Corylus avellana* L.) varieties cultivated in Turkey. *Food Chemistry*, 99(3), 509–515. doi:10.1016/j.foodchem.2005.08.013

Martínez, J., & Aguiar, A. C. De. (2014). Extraction of Triacylglycerols and Fatty Acids Using Supercritical Fluids - Review. *Current Analytical Chemistry*, 10, 67–77.

Moretto, E., & Fett, R. (1998). *Tecnologia de óleos e gorduras vegetais na indústria de alimentos*. (Varela, Ed.). São Paulo.

Zanqui, A. B., de Moraes, D. R., da Silva, C. M., Santos, J. M., Gomes, S. T. M., Visentainer, J. V., Matsushita, M. (2015). Subcritical extraction of flaxseed oil with n-propane: Composition and purity. *Food Chemistry*, 188, 452–458. doi:10.1016/j.foodchem.2015.05.033