

Unicamp - Campinas - SP 19 a 22 de julho de 2015

OTIMIZAÇÃO DO PROCESSO DE EXTRAÇÃO DO ÓLEO DE SEMENTE DE MORINGA POR ULTRASSOM

N. W. SIQUEIRA¹, F. N. C. ALMEIDA¹, S. H. B FARIA¹ e N. C. PEREIRA¹

¹Universidade Estadual de Maringá, Departamento de Engenharia Química E-mail para contato: nwsiqueira@gmail.com

RESUMO – Este trabalho objetiva determinar as melhores condições para extração assistida por ultrassom do óleo de semente de moringa, utilizando a metodologia de superfície de resposta. Para isso, foi utilizado o hexano como solvente e realizado um delineamento fatorial composto central rotacional (DCCR). As variáveis independentes analisadas foram o tempo de extração (30,60 e 90 min), temperatura do banho ultrassônico (25, 35 e 45°C) e a razão de mistura (1:6, 1:8 e 1:10 amostra/solvente), sendo o teor de óleo a variável resposta. A melhor condição de extração do óleo foi obtida em menor temperatura, maior tempo e razão de mistura. O teor variou entre 25,75% e 39,80%, de forma que, o maior valor foi encontrado em 60 minutos, 25°C e razão de mistura 1:10.

1. INTRODUÇÃO

Moringa oleifera Lamarck é uma planta que pertence à família das Moringaceae, nativa da Índia e amplamente cultivada nos trópicos de todo o mundo. Sua semente é composta em grande parte por óleo e proteína, tal que os seus teores podem variar de acordo com a região do plantio em função das condições climáticas e geológicas do meio (Anwar e Bangher, 2003). Segundo Dahot (1998), a semente apresenta 38% do seu peso composto por óleo que é constituído de glicerídeos dos ácidos oléicos (63,4%), palmítico (8,3%), esteárico (8,0%) e linoléico (3,1%).

O óleo extraído da semente apresenta alto valor alimentício e industrial. É claro, doce, inodoro e resistente a rancificação, apresenta alta qualidade e pode ser usado no preparo de alimentos, na fabricação de sabonetes, cosméticos e combustíveis (Dahot, 1988). O elevado percentual de ácido oleico favorece a obtenção de biodiesel a partir deste óleo, devido ao baixo teor de insaturações, que tem reflexo direto e positivo na sua estabilidade à oxidação, facilitando o transporte e armazenamento (Santana *et al.*, 2010).

Os métodos convencionais para extração de óleos de sementes oleaginosas são a prensagem e a extração por solventes. A prensagem mecânica fornece óleo de alta qualidade, no entanto em grande parte dos casos, o processo de extração proporciona um baixo teor e consome grande quantidade de energia. Já a extração por solventes possibilita a remoção de praticamente todo o óleo extraível, porém é necessária uma grande quantidade de solvente e tempo (Tian *et al.*, 2013).

O ultrassom é um processo de extração não convencional, que utiliza a energia de ondas sonoras geradas em frequência superior à capacidade auditiva do ser humano. Estas ondas



Unicamp - Campinas - SP 19 a 22 de julho de 2015

sonoras criam uma variação na pressão do líquido empregado no processo, gerando cavitação (Melecchi, 2005). O ultrassom tem sido reconhecido por aplicação potencial na extração de óleos, proteínas e compostos bioativos de plantas ou animais (Goula, 2013).

A eficiência desta técnica de extração é citada como sendo igual ou melhor do que a obtida com o extrator Soxhlet, apresentando as vantagens de alta reprodutibilidade, possibilidade de utilização para uma ampla faixa de tamanhos de amostra, rapidez de processamento e baixo custo (Sargenti e Vichnewsi, 2000).

Sabendo que existem poucos estudos a respeito da extração do óleo de moringa utilizando banho ultrassônico, esse trabalho tem como objetivo analisar os efeitos das variáveis, tempo, razão de mistura e temperatura na obtenção de óleo.

2. METODOLOGIA

2.1 Matéria-prima

Para a realização do estudo, as sementes de moringa da espécie *Moringa oleifera* Lamarck, utilizadas como matéria-prima para a extração do óleo, foram adquiridas na Fazenda Experimental de Iguatemi, pertencente à Universidade Estadual de Maringá – PR. No laboratório, passaram por um processo de limpeza para a remoção da casca, sendo armazenadas em refrigerador a -15°C.

2.2 Processo de extração

Antes de cada extração, as sementes foram trituradas e passadas por meio de uma peneira com Mesh 28, diâmetro de 0,59 mm, segundo Mani *et al.* (2007). Para a extração com ultrassom, foi utilizado um banho ultrassônico UltraCleaner modelo USC-1400^a, com uma frequência de 40 kHz, erlenmeyers de 125 mL com boca esmerilhada e cerca de 5 g de sementes. Para isto, fez-se o uso do solvente hexano Anidrol com 98,5% de pureza.

Em seguida, cada amostra foi rotoevaporada para retirada do solvente, por cerca de 30 minutos a 70°C. O cálculo do teor de óleo foi obtido pela equação abaixo:

$$\% Teor = \frac{m_{\'{o}leo}}{m_{semente}}.100 \tag{1}$$

2.3 Planejamento Experimental

As condições experimentais foram otimizadas aplicando-se um planejamento estatístico de Delineamento Composto Central Rotacional (DCCR) 2³ fatorial aliado à Metodologia de Superfície de Resposta (MSR). O software Statistica 7.0 ® foi utilizado para realizar a análise de variância (ANOVA) e gerar superfícies de resposta. O modelo matemático definido foi considerado satisfatório quando os dados ANOVA revelaram um alto nível de significância estatística, com valores de F no nível de 95% de confiança e p-valores <0,05. As seguintes variáveis independentes foram analisadas: tempo de extração, razão de mistura (massa de amostra/volume de solvente) e temperatura do banho, conforme a Tabela 1.



Unicamp - Campinas - SP 19 a 22 de julho de 2015

O teor de óleo obtido foi selecionado como reposta para combinação das variáveis independentes.

Para realização do delineamento utilizou-se 8 pontos fatoriais (+1 e -1), 6 pontos axiais (+1,68 e -1,68) e 6 pontos centrais (0), totalizando 20 experimentos. Cada ensaio foi feito em duplicata.

Tabela 1 – Níveis reais e codificados das variáveis independentes do planejamento experimental

	Níveis						
Fator	-1,68	-1	0	1	1,68		
Tempo (min)	19,77	30	45	60	70,23		
Temperatura (°C)	18,18	25	35	45	51,82		
Razão de mistura (g/mL)	1/4,6	1/6	1/8	1/10	1/11,4		

3. RESULTADOS E DISCUSSÕES

O teor de óleo extraído variou de 25,75% a 39,80%, para as combinações feitas entre temperatura do banho em ultrassom, tempo de extração e razão de mistura amostra/solvente. O maior valor de teor foi obtido no tempo de 60 minutos, temperatura de 25°C e razão de mistura 1:10. Mani *et al.* (1999) estudaram a extração do óleo de sementes de moringa por meio do aparelho Soxhlet, utilizando 250 ml hexano e 20g de sementes por um período de 4h, e relataram um teor de 33,10%.

Na Tabela 2, estão apresentados os resultados da análise de variância (ANOVA) para a extração por ultrassom. Através da ANOVA, constatou-se que os parâmetros lineares razão de mistura e tempo são significativos, uma vez que o p-valor de é menor que 0,05. Quanto às interações, apenas a de tempo e temperatura não é significativa.

Tabela 2 – Análise de variância para a extração por ultrassom utilizando sementes de moringa para a resposta teor de óleo (%)

Fonte de variação	Soma dos quadrados	Grau de liberdade	Soma dos quadrados médios	F	p-valor
Tempo	15,593	1	15,593	5,36284	0,031903
Tempo ²	13,9153	1	13,9153	4,78583	0,041398
Temperatura	9,9402	1	9,9402	3,41868	0,080085
Temperatura ²	9,637	1	9,637	3,3144	0,084464
Razão	16,809	1	16,809	5,78105	0,026562
Razão ²	1,331	1	1,331	0,45776	0,506827
Tempo*Temperatura	4,2832	1	4,2832	1,47311	0,239728
Tempo*Razão	28,1064	1	28,1064	9,6665	0,005777
Temperatura*Razão	180,7016	1	180,7016	62,14785	0
Falta de ajuste	128,8754	5	25,7751	8,8647	0,000178
Erro puro	55,2445	19	2,9076		

< 36

< 34

< 32 < 30

Unicamp - Campinas - SP 19 a 22 de julho de 2015

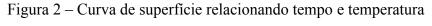
Nas Figuras 1 a 3 são apresentados os gráficos de superfícies de respostas, para analisar os efeitos das variáveis independentes sobre o teor de óleo extraído. Sendo que, para a obtenção das superfícies se fez necessário a escolha de dois fatores em estudo, ao passo que o terceiro foi mantido constante em seus níveis experimentais.

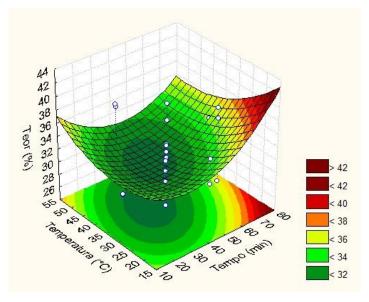
30

Tento this

Figura 1 – Curva de superfície relacionando tempo e razão de mistura

A Figura 1 mostra o efeito do tempo e razão de mistura no teor de óleo obtido, à temperatura de 35°C. Foi observado que quando se aumenta ambas as variáveis, extraí-se uma maior quantidade de óleo. Tal que, o maior teor pode ser obtido em 80 minutos, a uma razão de mistura 1:12. Zhang *et al.* (2009) e Goula (2013), que trabalharam com amêndoa e semente de romã, respectivamente, atingiram resultados similares.



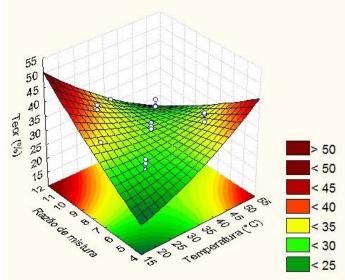




Unicamp - Campinas - SP 19 a 22 de julho de 2015

A Figura 2 relaciona o efeito do tempo e da temperatura no teor de óleo, com razão fixa 1:8. Nota-se que quanto maior o tempo e menor a temperatura, maior será a teor de óleo encontrado. De modo que, o maior teor será em 80 minutos, com temperatura 15° C. Este resultado não é o esperado, já que o aumento da temperatura deve aumentar a solubilidade e o coeficiente de difusividade, entretanto Zhang *et al.* (2008) e Goula (2013), que estudaram linhaça e semente de romã, respectivamente, alcançaram resultados semelhantes a este e justificaram os valores, ao fato de que, a pressão de vapor do solvente aumentou com o aumento da temperatura e da pressão de vapor, influenciando a ocorrência e a intensidade da cavitação acústica.

Figura 3 – Curva de superfície relacionando temperatura e razão de mistura



A Figura 3 apresenta a interação mais significativa, que relaciona a temperatura e a razão. Fixando o tempo em 45 minutos, pode-se constatar que, o aumento da razão de mistura e a baixa temperatura favorecem a obtenção de óleo.

4. CONCLUSÃO

Pelas análises estatísticas, por meio da metodologia de superfície de resposta, pode-se concluir que as melhores condições para a extração do óleo de moringa em ultrassom, usando o hexano como solvente, são: menor temperatura e maior razão de mistura e tempo. Deste modo, a obtenção de óleo por este método, quando comparado com métodos tradicionais de extração, é vantajoso, uma vez que se diminuiu a quantidade de solvente utilizado e, também, o tempo de extração.

5. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ANWAR, F.; BHANGER, M. I. Analytical Characterization of Moringa oleifera Seed Oil Grown in Temperate Regions of Pakistan. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, v.51, p.6558-6563, 2003.



Unicamp - Campinas - SP 19 a 22 de julho de 2015

- DAHOT, M.U. Vitamin contents of the flowers and seeds of *Moringa oleifera* L. *Journal of Biochemistry*, v.21, n.1-2, p.21-24, 1998.
- GOULA, A. M. Ultrasound-assisted extraction of pomegranate seed oil Kinetic modeling. *Journal of Food Engineering*, v.117, p.492-498, 2013.
- MANI, S.; JAYA, S.; VADIVAMBAL, R. Optimization of solvent extraction of moringa (*Moringa oleifera*) seed kernel oil using response surface methodology. *Food and Bioproducts Processing*, v. 85, p.328-335, 2007.
- MELECCHI, M. I. S. Caracterização química de extratos de Hibiscus tiliaceus L: estudo comparative de métodos de extração. Tese (Doutorado), Universidade Federal do Rio Grande do Sul, 2005.
- OLIVEIRA, R. C. DE; BARROS, S. T. D. de; GIMENES, M. L. The extraction of passion fruit oil with green solvents. *Journal of Food Engineering*, v.117, p.458-463, 2013.
- SANTANA, C. R.; PEREIRA, D. F.; ARAÚJO, N. A. de; CAVALCANTI, E. B.; SILVA, G. F. Caracterização físico-química da moringa. *Revista Brasileira de Produtos Agroindustriais*, v.12, n.1, p.55-60, 2010.
- SARGENTI, S. R.; VICHNEWSI, W. Sonication and liquid chromatography as a rapid technique for extraction and fractionation of plant material. *Phytochemical analysis*, v.11, n.2, p.69-73, 2000.
- TIAN, Y.; XU, Z.; ZHENG, B.; LO, Y. M., Optimization of ultrasonic-assisted extraction of pomegranate (Punica granatum L.) seed oil. *Ultrasonics Sonochemistry*, v.20, p.202-208, 2013.
- ZHANG, Q.; ZHANG, Z.; YUE, X.; FAN, X.; LI, T.; CHEN, S., Response surface optimization of ultrasound-assisted oil extraction from autoclaved almond powder. *Food Chemistry*, v.116, p.513–518, 2009.
- ZHANG, Z.; WANG, L.; LI, D.; JIAO, S. S.; CHEN, X. D.; MAO, Z., Ultrasound-assisted extraction of oil from flaxseed. *Separation and Purification Technology*, v.62, p.192-198, 2008.