

AVALIAÇÃO DO RENDIMENTO EM ÓLEO FIXO DE SEMENTES DE SACHA INCHI (*Plukenetia volubilis* L.) POR EXTRAÇÃO EM IMERSÃO EM ETANOL

Bessa, S. N.¹, Silva, S. ¹, Chaves, F. C. M. ¹ e Braga, N. P. * ¹

¹ Laboratório de Controle de Qualidade, Curso de Engenharia Química, Faculdade de Tecnologia, Universidade Federal do Amazonas – UFAM. Av. Rodrigo Otávio, 3000, CEP 69077-000, Manaus-AM

* nbraga@ufam.edu.br

Palavras-chave: Sacha inchi, extração alcoólica.

RESUMO

Sacha inchi (*Plukenetia volubilis* L.) é nativa da Amazônia peruana e é reconhecida em outras partes do mundo como uma cultura sustentável com aplicações comerciais viáveis, pois suas sementes são caracterizadas por um elevado nível (35% a 60%) de ácidos graxos poli-insaturados (ômega 3, 6 e 9). Esses ácidos graxos são relacionados à prevenção de doenças cardiovasculares, entre outros benefícios para a saúde humana. Nos últimos anos, tem havido um crescente interesse no desenvolvimento da planta sachá inchi como uma nova fonte de óleo rico em ácidos graxos insaturados. A extração por imersão (extração sólido-líquido) em etanol do óleo fixo das sementes de sachá inchi (*Plukenetia volubilis* L.) foi estudada. O objetivo deste estudo foi avaliar parâmetros independentes do processo (tempo de imersão, razão solvente/sementes e temperatura) para obter o maior rendimento em óleo. A otimização do processo foi baseada em um delineamento cúbico composto central rotacionado 2³ com duas repetições no ponto central totalizando 16 experimentos (em triplicata). Após a execução dos ensaios experimentais, os pontos ótimos para o rendimento máximo em óleo de 22,5% pode ser alcançado na faixa linear de tempo de imersão de 221 min e temperatura de 53,4 °C, mantendo-se a razão solvente/soluto em 6,6 mL/g. Para o rendimento em óleo foi obtida uma equação linear em que a razão solvente/sementes, X₂, temperatura, X₃ e a interação tempo de imersão, X₁, e temperatura, X₃, tiveram influência na maximização do rendimento em óleo.

1 INTRODUÇÃO

Apesar de amplamente conhecida e rica em biodiversidade, a região amazônica ainda possui uma gama de espécies subexploradas e negligenciadas pela comunidade científica.

A sachá-inchi (*Plukenetia volubilis*), da família *Euphorbiaceae*, é uma planta originária da Amazônia Peruana e com potencial de produção de óleo no Brasil, pois suas sementes são caracterizadas por um elevado nível (35% a 60%) de ácidos graxos poli-insaturados (ômega 3, 6 e 9). Esses ácidos graxos são relacionados à prevenção de doenças cardiovasculares, entre outros benefícios para a saúde humana.

Follegatti-Romero et al. (2009), Fanali et al. (2011) e Gutiérrez et al. (2011) relataram conteúdo de 33,4-36,2% de ácidos graxos linoléico (18: 2n-6) e 46,8-50,8% de

ácido alfa-linolênico (18: 3n-3). Segundo Ratnayake e Galli (2009), esses ácidos graxos são considerados essenciais, pois não podem ser metabolizados no organismo humano e devem ser consumidos através de dieta.

Existem vários métodos de extração podem ser usados para obter óleo de sementes de sacha inchi, incluindo prensagem mecânica, extração por solvente, extração por fluido subcrítico (n-propano) e extração com fluido supercrítico (Follegatti-Romero et al., 2009). No entanto, várias condições de operação, incluindo o pré-tratamento das sementes de Sacha inchi, a pressão de extração, a temperatura e a condição de armazenamento afetam a qualidade e a quantidade do óleo obtido.

Entretanto para extrair triacilgliceróis (TAG) das sementes, a indústria alimentícia comumente utiliza extrações por hexano ou outros solventes orgânicos, como éter de petróleo, éter etílico, metanol e clorofórmio. No entanto, o uso desses solventes para processamento de alimentos enfrenta restrições, devido à grandes quantidades de solventes tóxicos normalmente necessários e de operações posteriores exigentes para remoção desses solventes.

O etanol 99,5% pode ser uma alternativa ao processo de extração por solvente por ser produzido através de fontes renováveis. O etanol oferece menores riscos operacionais do que o hexano, pois apresenta maiores temperaturas de inflamação e toxicidade mais baixa.

A otimização de um processo pode ser estudada utilizando uma ferramenta estatística chamada Superfície de Resposta, pois é muito popular para a otimização da extração sólido-líquido nos últimos anos (Liu et al., 2009; Samaram et al., 2015).

O objetivo deste trabalho foi otimizar o rendimento em óleo fixo de sementes de sacha inchi (*Plukenetia volubilis* L.) durante a extração por imersão em etanol 99,5% utilizando a metodologia de superfície de resposta.

2 MATERIAIS E MÉTODOS

2.1 SEMENTES DE SACHA INCHI (*Plukenetia volubilis* L.)

Os frutos de sacha-inchi foram obtidos de plantas cultivadas no Banco de Germoplasma da Embrapa Amazônia Ocidental. Após a colheita, os frutos foram selecionados manualmente e higienizadas com água corrente para remoção de impurezas. Em seguida retirou-se as amêndoas com auxílio de um martelo. As amêndoas foram trituradas em liquidificador doméstico por 2 min e a farinha resultante passou por tratamento térmico em estufa convectiva de ar (LimaTec, modelo LT 96 EC) a 60 °C até peso constante. Amostras de 3 g da farinha seca (em triplicata) foram usadas para determinação da umidade residual segundo método 012/IV - Instituto Adolfo Lutz.

2.2 EXTRAÇÃO POR IMERSÃO EM ETANOL

Em todas as 48 extrações foram utilizadas um volume fixo de 200 mL de solvente etanol 99,5% (marca) a pressão ambiente sem agitação. As amostras de sacha inchi foram

pesadas em balança semi-analítica (Gehaka, modelo BK2000 II) e acondicionadas em envelopes de papel de filtro e introduzidas em erlenmeyers juntamente com o solvente. Os erlenmeyers foram vedados com parafilme M anti-umidade e papel alumínio para impedir a perda de solvente por evaporação. Posteriormente, as amostras foram levadas ao banho termostático (Quimis, modelo Q214M2) para extração.

Após o período de extração, as micelas (solvente + óleo) foram individualmente filtradas à vácuo e rotoevaporadas (Ika, modelo RV 05 B S25) para recuperação do óleo fixo de sacha inchi. Os óleos recuperados foram acondicionados em diferentes tubos de ensaio previamente identificados e centrifugados (Kacil, modelo CE01) por 2 min a 3600 rpm.

As amostras de óleo após centrifugadas foram acondicionadas em refrigerador (Electrolux, modelo RE120) a $4 \pm 0,5$ °C. O rendimento de extração foi calculado por meio da equação 1 a seguir:

$$\text{Rendimento (\%)} = \frac{\text{massa de óleo}}{\text{massa da amostra seca}} \times 100 \quad (1)$$

2.2 ANÁLISE ESTATÍSTICA

A metodologia de superfície de resposta foi usada para determinar as condições ótimas para a extração por imersão em solvente. As variáveis usadas foram a temperatura de extração (°C, X1), razão solvente/semente (mL/g), X2 e tempo de extração (min), X3. O planejamento experimental completo consistiu de 16 experimentos com duas replicatas no ponto central. O rendimento em óleo fixo foi selecionado como resposta para a combinação das variáveis independentes. O software estatístico (STATISTICA, Version 7) foi utilizado para a análise de regressão dos dados experimentais.

A adequação de cada modelo foi determinada pela avaliação da falta de ajuste e do coeficiente de determinação (R^2). A significância de cada coeficiente foi determinada usando o teste F obtido a partir da análise de variância (ANOVA) que foi gerada.

Normalmente, quando se pretende fazer a otimização do processo, o modelo escolhido é o polinômio de segundo grau, pois permite detectar se a região experimental que se encontra na região de curvatura (GOMES, 2010). De acordo com MYERS, MONTGOMERY; ANDERSON-COOK (2016), os modelos de segunda ordem são mais adotados por serem mais flexíveis e melhor ajustáveis em problemas de superfície reais. A equação 2 demonstra um modelo de segunda ordem genérico.

$$y = \beta_0 + \sum_{i=1}^k \beta_i X_i + \sum_{i=1}^k \beta_{ii} X_i^2 + \sum_{i < j} \beta_{ij} X_i X_j + \varepsilon \quad (2)$$

Onde y – Resposta de interesse, X_i – Variáveis independentes, β_i – Coeficientes a serem estimados, k – Número de variáveis independentes e ε – Erro experimental.

3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

As sementes de sachá inchi trituradas apresentaram umidade inicial em base úmida de $14,4 \pm 2\%$ e após sua secagem em estufa a $105 \pm 3 \text{ }^\circ\text{C}$ apresentou $4,36 \pm 0,5\%$ de umidade em base úmida. A viscosidade dinâmica do óleo das sementes de sachá inchi foi de $42,5 \pm 0,17 \text{ cP}$. O rendimento de óleo fixo contido nas sementes apresentou valor de $46,58\%$ (massa de óleo por massa seca de semente triturada) utilizando como solvente hexano PA (Nuclear) como padrão de comparação.

Os efeitos de X_1 , X_2 e X_3 sobre o rendimento em óleo de sementes de sachá inchi (*Plukenetia volubilis* L) foram estudados neste trabalho. O resultado mostrou que o rendimento variou de $8,5$ a $25,0\%$ (m/m), respectivamente. O máximo rendimento em óleo foi obtido em 221 min, $6,6 \text{ mL/g}$ (solvente/sementes) e $53,4 \text{ }^\circ\text{C}$. Os resultados dos ensaios experimentais podem ser visualizados na Tabela 1 a seguir.

Tabela 1 – Matrix experimental e resultados obtidos.

Ensaio	Tempo (min)	Razão (mL/g)	Temperatura ($^\circ\text{C}$)	Rendimento (%)
8	180	20,00	50,0	25,00
6	180	10,00	50,0	14,10
12	120	23,41	45,0	17,56
4	60	20,00	50,0	11,00
15 (C)	120	15,00	45,0	15,00
10	221	15,00	45,0	17,25
11	120	6,60	45,0	8,58
7	180	20,00	40,0	16,00
1	60	10,00	40,0	11,30
9	19	15,00	45,0	15,00
3	60	20,00	40,0	13,20
13	120	15,00	36,6	13,88
14	120	15,00	53,4	23,41
2	60	10,00	50,0	9,50
16(C)	120	15,00	45,0	13,50
5	180	10,00	40,0	8,50

De acordo com o resultado da ANOVA para rendimento, o modelo é significativo. A qualidade dos modelos desenvolvidos foi avaliada com base no valor do coeficiente de correlação. O valor de R^2 do rendimento de extração foi de $0,882$, indicando que o modelo representa adequadamente a relação real entre os parâmetros escolhidos. A significância dos diferentes termos de cada coeficiente foi determinada usando o valor F e o valor p. Segundo Yolmeh, Najafi e Farhoosh (2014), um grande valor de F e um pequeno valor p também causam um efeito mais significativo na variável resposta. As equações, linear e quadrática, real do rendimento é dada na equação (4).

$$\text{Rendimento (\%)} = 14,4905 + 2,7041 \times X_2 + 1,9499 \times X_3 + 2,3250 \times X_1X_3 \quad (4)$$

O resultado da análise estatística mostrou que o modelo de ajuste para descrever o efeito de X1, X2, X3 para o rendimento é um modelo linear.

As variáveis com maior efeito no rendimento foram os termos lineares de tratamento (X2 e X3), seguido da interação dos termos lineares de X1 e X3.

A relação entre variáveis dependentes e independentes é ilustrada na representação 3D da superfície de resposta gerada pelo modelo de rendimento em óleo (Figura 1). Este gráfico é obtido representando duas variáveis dentro da faixa experimental e mantendo a terceira variável em um nível constante. Pela Figura 1 pode ser visto o efeito de X1 e X3 em um X2 fixo (6,6 mL de solvente/g de sementes) no rendimento em óleo. É mostrado que o rendimento em óleo não teve um ponto máximo, isto quer dizer que não foi alcançado o valor máximo. O efeito de X2 no rendimento é mais forte que o efeito de X1 e X3. É evidente no coeficiente estimado na Tabela 2, maior valor de X2 (5,4083) comparado ao valor de X1 (3,2762), enquanto o coeficiente estimado de X3 é maior (3,8998).

Figura 2 – Gráfico de superfície de resposta para o rendimento em óleo de sementes de sachá inchi (*Plukenetia volubilis* L.).

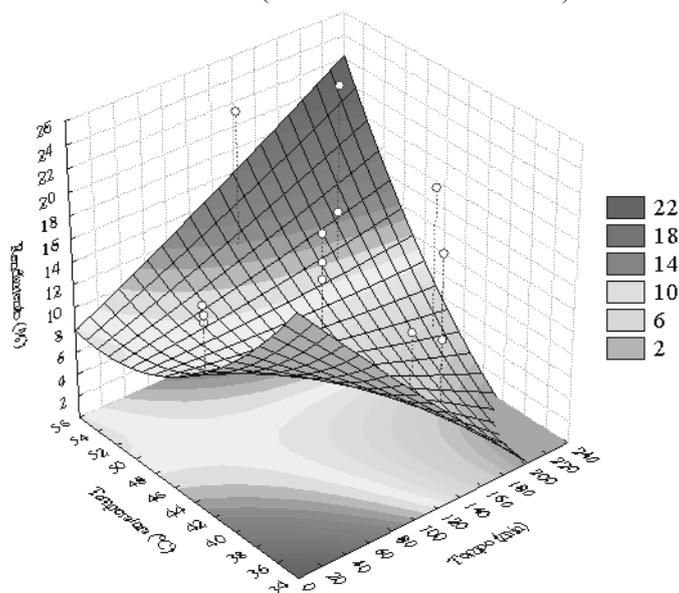


Tabela 2 – Análise de variância para o modelo linear da superfície de resposta para o rendimento em óleo de sementes de sacha inchi (*Plukenetia volubilis* L.).

Fatores	Efeitos	SS	f	MS	F	p
(X ₁) Tempo (Linear)	3,2762	36,6748	1	36,6748	5,6289	0,0553
Tempo (Quadrático)	0,3733	0,0698	1	0,0698	0,0107	0,9209
(X ₂) Razão (Linear)	5,4083	99,8236	1	99,8236	15,3212	0,0079
Razão (Quadrático)	-1,9942	9,1973	1	9,1973	1,4116	0,2797
(X ₃) Temperatura (Linear)	3,8998	51,8791	1	51,8791	7,9625	0,0303
Temperatura (Quadrático)	1,9509	8,7847	1	8,7847	1,3483	0,2897
Tempo (Linear) x Razão (Linear)	3,7500	28,1250	1	28,1250	4,3167	0,0830
Tempo (Linear) x Temperatura (Linear)	4,6500	43,2450	1	43,2450	6,6374	0,0420
Razão (Linear) x Temperatura (Linear)	0,7500	1,1250	1	1,1250	0,1727	0,6922
Erro		39,0924	6	6,5154		
Total SS		331,0148	15			

L: linear; Q: Quadrático

Com base nos resultados das condições ótimas, um aumento de X₁ de 19 min para 221 min e de X₃ de 36,6 °C para 53,4 °C (em X₃ fixo de 6,6 mL/g) promoveu aumento no rendimento. Um aumento da razão solvente/sementes, X₂, de 6,6 mg/mL para 15,005 mg/mL há aumento no rendimento em óleo. No trabalho de Baümler, Carrín, Carelli (2016) foi demonstrada a viabilidade do uso do etanol como solvente alternativo para extração de óleo de girassol. O rendimento de extração obtido neste trabalho utilizando etanol como solvente foi de 32,2 % em base seca. O trabalho de Abed, Kurji, Abdulmajeed (2018) relataram que o rendimento em óleo aumentou consideravelmente nos 20 min iniciais alcançando posteriormente o equilíbrio nas extrações utilizando etanol como solvente.

CONCLUSÕES

A partir dos estudos realizados neste trabalho foi possível verificar que a extração alcóolica do óleo fixo de sacha inchi utilizando-se etanol absoluto como solvente, mostrou-se viável do ponto de vista operacional devido ao baixo custo e por apresentar rendimentos semelhantes a trabalhos que fizeram uso do etanol como solvente em outras matrizes graxas e temperaturas mais elevadas.

Por meio do delineamento experimental desenvolvido e tratamento por análise de variância (ANOVA) foi possível avaliar a influência das variáveis tempo, razão líquido/sólido e temperatura no processo de extração a um nível de confiança de 95% ($p < 0,05$). Foram obtidas equações polinomiais e superfícies de resposta que correlacionam as variáveis dependentes e independentes com índices de correlação satisfatórios ($R^2 > 0,82$). As conclusões deverão ser baseadas nos dados apresentados em resultados e discussão, referindo-se aos objetivos da pesquisa.

De modo geral, pode-se concluir que este trabalho contribuiu para o estudo e avaliação do comportamento de extração do óleo fixo de sacha inchi em etanol foi satisfatório.

REFERÊNCIAS

ABED, KHALID M.; KURJI, BADOOR M.; ABDULMAJEED, BASMA A. Extraction of *Ocimum Basillicum* Oil by solvents Methods. Asian journal of Chemistry, v. 30, p. 958-960, 2018.

BAÜMLER, E. R., CARRÍN, M. E., CARELLI, A. A. (2016). Extraction of sunflower oil using ethanol as solvent. Journal of Food Engineering, 178, 190-197.

BESSA, S. N. Avaliação da solubilidade e caracterização do óleo fixo das amêndoas de sacha inchi (*Plukenetia volubilis* L.) em etanol/Samir do Nascimento Bessa. 2018. 54f.: il. Color: 31 cm. Trabalho de Conclusão de Curso (Engenharia Química). Faculdade de Tecnologia, Universidade Federal do Amazonas.

FANALI, C.; DUGO, L.; CACCIOLA, F.; BECCARIA, M.; GRASSO, S.; DACHÀ, M.; MONDELLO, L. Chemical characterization of Sacha inchi (*Plukenetia volubilis* L.) oil. Journal of Agricultural and Food Chemistry, 59(24), 13043-13049, 2011.

FOLLEGATTI-ROMERO, L. A., PIANTINO, C. R., GRIMALDI, R., & CABRAL, F. A. (2009). Supercritical CO₂ extraction of omega-3 rich oil from Sacha inchi (*Plukenetia volubilis* L.) seeds. The Journal of Supercritical Fluids, 49(3), 323-329.

GOMES, J. H. D. F. Análise e otimização da soldagem de revestimento de chapas de aço ABNT 1020 com utilização de arame tubular inoxidável austenítico. 2010, 136p. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Produção) – Instituto de Engenharia de Produção e Gestão, Universidade Federal de Itajubá, UNIFEI, Itajubá, 2010.

GUTIÉRREZ, L. F.; ROSADA, L. M.; JIMÉNEZ, Á. Chemical composition of Sacha Inchi (*Plukenetia volubilis* L.) seeds and characteristics of their lipid fraction. Grasas y aceites, v. 62, n. 1, p. 76-83, 2011.

LIU, S. C.; LIN, J. T.; WANG, C. K.; CHEN, H. Y.; YANG, D. J. Antioxidant properties of various solvent extracts from lychee (*Litchi chinensis* Sonn.) flowers. Food Chem, vol. 114, n. 2, p. 577-581, 2009.

RATNAYAKE, W. M. N.; GALLI, C. Fat and fatty acid terminology, methods of analysis and fat digestion and metabolism: a background review paper. Annals of nutrition & metabolism, v. 55, n. 1-3, p. 8, 2009.

SAMARAM, S.; MIRHOSSEINI, H.; TAN, C. P.; GHAZALI, H. M.; BORDBAR, S.; SERJOUIE, A. (2015). Optimisation of ultrasound-assisted extraction of oil from papaya seed by response surface methodology: Oil recovery, radical scavenging antioxidant activity, and oxidation stability. Food Chemistry, 172, 7-17.

YOLMEH, M.; NAJAFI, M. B. H.; FARHOOSH, R. Optimisation of ultrasound-assisted extraction of natural pigment from annatto seeds by response surface methodology (RSM). Food chemistry, v. 155, p. 319-324, 2014.