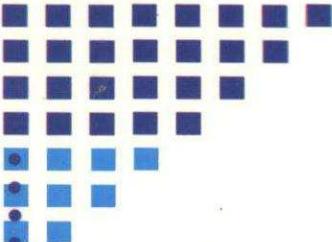




MINISTÉRIO DA AGRICULTURA, DO ABASTECIMENTO E DA REFORMA AGRÁRIA - MAARA  
EMPRESA BRASILEIRA DE PESQUISA AGROPECUÁRIA - EMBRAPA  
Centro de Pesquisa Agroflorestal da Amazônia Oriental - CPATU



JAPAN INTERNATIONAL COOPERATION AGENCY



# GERAÇÃO DE TECNOLOGIA AGROINDUSTRIAL PARA O DESENVOLVIMENTO DO TRÓPICO ÚMIDO

Convênio EMBRAPA-CPATU/JICA  
1990 - 1995



00326

Geração de tecnologia

1996

LV-2005.00326

Belém, PA

1996



30936-1

ISSN 0101-2835



MINISTÉRIO DA AGRICULTURA, DO ABASTECIMENTO E DA REFORMA AGRÁRIA - MAARA  
EMPRESA BRASILEIRA DE PESQUISA AGROPECUÁRIA - EMBRAPA  
Centro de Pesquisa Agroflorestal da Amazônia Oriental - CPATU



JAPAN INTERNATIONAL COOPERATION AGENCY

# GERAÇÃO DE TECNOLOGIA AGROINDUSTRIAL PARA O DESENVOLVIMENTO DO TRÓPICO ÚMIDO

Convênio EMBRAPA-CPATU/JICA  
1990-1995

Belém, PA  
1996

EMBRAPA - CPATU. Documentos, 85

Exemplares desta publicação podem ser solicitados à:

EMBRAPA - CPATU

Trav. Dr. Enéas Pinheiro, s/n

Telefones: (091) 226 - 6612, 226 - 6622

Telex: (91) 1210

Fax: (091) 226 - 9845

Caixa Postal, 48

66095 - 100 - Belém, PA

Tiragem: 200 exemplares

Unidade: <u>AI-Seed</u>
Valor aquisição: _____
Data aquisição: _____
N.º N. Fiscal/Fatura: _____
Fornecedor: _____
N.º OCS: _____
Origem: <u>Doce</u>
N.º Registro: <u>326/05</u>

### Comissão Editorial

Coordenação: Célio Francisco Marques de Melo

Dilson Augusto Capucho Frazão

Francisco José Câmara Figueirêdo

Revisão Gramatical: Maria de Nazaré Magalhães dos Santos

Composição: Ana Mirtes Maciel Fouró

Paulo Sérgio Oliveira

Silvia Helena Carneiro Matos

Vitor Guilherme de Sousa

Capa: Euclides Pereira dos Santos Filho

EMBRAPA. Centro de Pesquisa Agroflorestal da Amazônia Oriental (Belém, PA). **Geração de tecnologia agroindustrial para o desenvolvimento do trópico úmido.** Belém: EMBRAPA - CPATU / JICA, 1996. p. 305 (EMBRAPA - CPATU. Documentos, 85).

Convênio EMBRAPA - CPATU / JICA

1. Agroindústria - Tecnologia - Brasil - Amazônia.

I. Título. II. Série

CDD: 630.720811

© EMBRAPA - 1996

## EXTRAÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DO ÓLEO E OLEORRESINA DA PIMENTA-DO-REINO

Célio Francisco Marques de Melo<sup>1</sup>

Sebastião Hühn<sup>1</sup>

Wilson Carvalho Barbosa<sup>1</sup>

José Furlan Júnior<sup>22</sup>

Kenichi Asano<sup>3</sup>

Tetsuo Ohmura<sup>3</sup>

**Resumo:** A diversificação em outras formas de aproveitamento da pimenta-do-reino, com a obtenção do óleo essencial e do oleorresina, dará garantia quanto aos teores de piperina, eliminação da contaminação da salmonela, qualidade do produto, estabilização de preços e agregação de valores, permitindo a ocupação de um contingente de aproximadamente 400.000 homens/dia durante a colheita e a estabilidade de preços no mercado. As vantagens de comercializar, ao invés da matéria-prima agrícola, outras formas mais elaboradas dessa especiaria, são óbvias. No caso do processamento da pimenta-do-reino para obtenção do óleo e do oleorresina, haverá mobilização de mão-de-obra local, além do lucro da industrialização e a possibilidade de dar um destino mais racional ao produto de classe inferior que, em vez de exportado e comercializado por preços aviltados, poderá ser transformado em produto industrial de elevado valor, abrindo-se novos mercados. A pesquisa objetiva extrair e caracterizar o óleo e o oleorresina de algumas cultivares de pimenta-do-reino, determinando os teores de piperina e suas características físico-químicas. A extração do óleo essencial foi feita, tanto em laboratório como em usina-piloto, por arraste com vapor d'água. A fração resina foi extraída utilizando-se álcool etílico como solvente. Os resultados obtidos indicaram baixos teores de resina e óleo essencial extraídos em usina-piloto mostrando que o processo deve ser otimizado, devendo os mesmos serem repetidos nas safras de 1994 e 1995. Durante o período foram realizados os testes para a obtenção do oleorresina em pó; determinados os teores de piperina em amostras de resina e grãos de pimenta; além da extração com acetona, álcool etílico, hexano e dicloroetano das cultivares Yaçará, Bragantina, Guajarina e Cingapura, coletadas nos campos experimentais de Belém e de Capitão Poço, do CPATU.

<sup>1</sup> Quím. Ind. M.Sc. EMBRAPA-CPATU. Caixa Postal 48, CEP 66.017-970. Belém, PA.

<sup>2</sup> Eng. Agr. M.Sc. EMBRAPA-CPATU.

<sup>3</sup> Consultor da Japan International Cooperation Agency - JICA. Av. Nazaré 272, Sala 105. Ed. Clube de Engenharia, CEP 66.035-170. Belém, PA.

## EXTRACTION AND CHARACTERIZATION OF BLACK PEPPER OIL AND OLEORESIN

**Abstract:** Diversification in other forms of using black pepper, obtaining essential oils and oily resin, which guarantee levels of piperine, elimination of salmonella contamination, product quality, price stability and added value, shall provide employment to a contingent of some 400,000 workers/day during harvest and promote stability to market prices. The advantages of commercializing other elaborated products instead of the raw materials, are obvious. In the case of processing black pepper to obtain oil and oleoresin, it will put local labor to work, as well as provide increased profit from industrialization. It will also enable a more rational use of the poorer quality product. Instead of being commercialized and exported at extremely low prices, they can be transformed into industrialized products of increased value, thereby opening new markets. The objective of the research is to extract and characterize the oil and oleoresin of certain cvs of black pepper, determining piperine levels their physical-chemical characteristics. Both in the laboratory and in the pilot- plant, extraction was carried out using water vapor. The resin fraction was extracted utilizing ethyl as solvent. The results obtained indicate low levels of resin and essential oil at the pilot- plant, which means that the extraction process must be optimized. The same will be repeated for the harvests of 1994 and 1995. During this period, tests were carried out to obtain oleoresin in powder, to determine the piperine levels in resin samples and pepper grains, besides extraction with acetone, ethyl alcohol, hexane and dichloridethane of cvs yaçará, bragantina, guajarina and singapore, collected on experimental fields at CPATU and at Capitão Poço.

### Objetivo

Otimizar o processo de extração, em usina-piloto, do óleo essencial e da resina, de quatro cultivares de pimenta-do-reino, a fim de se obter produtos de alta qualidade para a utilização em indústrias de alimentos e de cosméticos.

## **Justificativa**

O mercado mundial de pimenta-do-reino tem sido tradicionalmente instável, com marcantes flutuações de preço do produto, fato que determina freqüentes crises, ora por falta, ora por excesso de oferta.

A despeito do esforço por parte da comunidade internacional dos pipericultores, através da adoção de políticas adequadas, visando à estabilização dos mercados e dos preços, a pimenta-do-reino continua em crise.

Apesar das oscilações, principalmente de preços, que vêm ocorrendo no mercado mundial da pimenta-do-reino constatou-se, não obstante, uma contínua tendência de aumento de consumo da ordem de 4% nos últimos anos. Essa tendência, ao que tudo indica, deverá continuar.

O mercado interno brasileiro é relativamente pouco significativo, apresentando um dos mais baixos índices de consumo per-capita/ano. Enquanto o consumo nacional de pimenta-do-reino é da ordem de 3.500t/ano (30g per-capita/ano), nos Estados Unidos da América e na Europa Ocidental o consumo atinge valores acima de 150g de pimenta per-capita/ano.

A principal aplicação da pimenta-do-reino na forma de grãos (pimentas preta e branca) é feita na industrialização de alimentos, principalmente, na elaboração de embutidos e outras conservas de carnes, peixes e legumes, e como condimentos, tendo-se sempre o risco de contaminação por salmonela e outros agentes, em função dos métodos de beneficiamento.

A estabilidade do mercado, em benefício tanto de produtores como de consumidores torna-se, portanto, um imperativo e deverá, necessariamente, levar em consideração o potencial de produção que se deve ajustar, tanto quanto possível, à demanda, em cada caso. Para que os preços da pimenta no mercado internacional possam atender o real valor do produto é condição essencial que não haja excesso de oferta, o que só poderá ocorrer se forem encontradas outras alternativas de uso e aplicação, significando que, atendido o mercado, o eventual excesso de produção seria processado e comercializado na forma de produtos derivados ou outras formas alternativas de uso e aplicação. Aliás, alguns desses derivados e formas alternativas de uso e aplicação da pimenta são conhecidos.

Um derivado que já atingiu expressivo volume de consumo é a fração de oleorresina extraída da pimenta, por tratamento com solventes. Em 1980, o volume de oleorresina de pimenta produzido e consumido foi de 400 toneladas, sendo que a taxa de expansão do mercado de consumo nos últimos cinco anos foi de 4% ao ano.

A aplicação da fração de oleorresina é feita não só na indústria de alimentos, especialmente embutidos, mas também pode servir como matéria-prima para obtenção da fração de óleos essenciais (1% a 3%) com amplas possibilidades de uso na indústria de cosméticos.

Por outro lado, como as frações de óleo e de resina são imiscíveis em água e produtos de umidade intermediária, como embutidos, enlatados e outros, necessário se faz que haja transformação para uso na forma de pó, visando a uma melhor homogeneização do universo do produto final.

A necessidade de desenvolvimento de tecnologia agroindustrial, em função basicamente do aproveitamento da pimenta chocha e do crescimento da demanda mundial, faz com que a busca de alternativas para aproveitamento da pimenta-do-reino assegure a continuidade de novos plantios e a manutenção dos existentes, independentemente das freqüentes oscilações de preço.

A entrada de novas cultivares no setor de produção faz com que se torne necessário o conhecimento dos teores de piperina, de modo a que se possa oferecer produtos de características definidas.

## Resultados parciais

### Experimento 1 - Extração do óleo essencial e da resina da pimenta-do-reino

O projeto, previsto para ser executado em três anos, foi efetivamente iniciado em novembro de 1992, com a instalação da usina-piloto destinada à extração de óleos essenciais e resinas (Figs. 59 e 60). Durante as safras de 1993 e 1994 foram coletadas amostras de pimenta-do-reino nos municípios paraenses de Santa Maria do Pará, Igarapé-Açu, Castanhal e Tomé-Açu. Após o beneficiamento de pós-colheita, procedeu-se a extração do óleo essencial dessas amostras, em laboratório, pelos processos de Coobação e em Usina-Piloto, através do arraste com vapor d'água. A separação do óleo da água foi efetuada por diferença de densidade e este desumidificado através de sulfato de sódio anidro.



FIG. 59 - Vista parcial da usina-piloto destacando-se o extrator de resina.



**FIG. 60 - Vista parcial da usina-piloto destacando-se o extrator de óleo essencial.**

Do resíduo resultante da extração do óleo essencial foi feita a extração da resina, também em usina-piloto, utilizando-se álcool etílico como solvente. O fluxograma apresentado na Fig. 61 e os dados das Tabelas 26, 27 e 28 mostram a metodologia utilizada no beneficiamento da pimenta, o rendimento em óleo essencial e resina, os teores de piperina e as extrações com solventes, respectivamente.

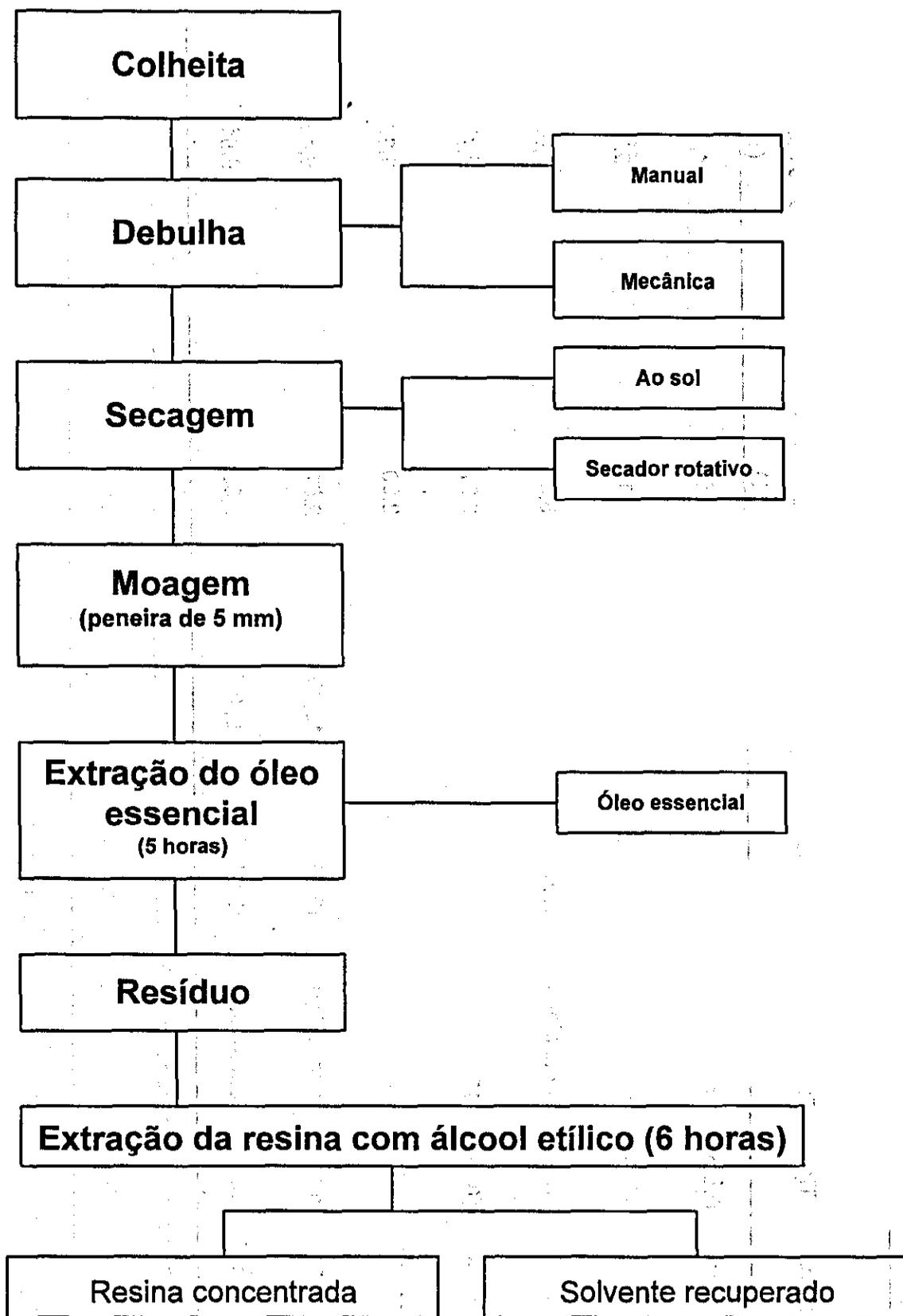


FIG. 61 - Fluxograma para extração de óleo essencial e de resina de pimenta-do-reino.

**TABELA 26 - Médias dos rendimentos em óleo essencial e resina, de cultivares de pimenta-do-reino, extraídos em laboratório e usina-piloto nos anos de 1993 e 1994, em Belém, Pará.**

Cultivar	Tipo	Procedência	Umidade (%)	Usina-piloto <sup>1</sup>			Laboratório <sup>1</sup>	
				Resina (%)	Óleo essencial (%)	Óleo essencial (%)		
Guajarina	Preta	Santa Maria	13,82	11,52	2,88	4,52		
Guajarina	Branca	Santa Maria	6,90	8,75	2,19	5,79		
Guajarina*	Preta	Santa Maria	17,66	11,80	5,64	7,66		
Cingapura	Preta	Igarapé-Açu	13,64	10,92	3,27	3,76		
Cingapura*	Preta	Castanhal	10,34	10,08	2,60	4,23		
Cingapura*	Preta	Igarapé-Açu	13,41	10,49	2,57	5,49		
Bragantina	Preta	Tomé-Açu	15,64	9,48	3,38	5,51		

\*= Chocha; <sup>1</sup>=Valores corrigidos para 0% de umidade.

**TABELA 27 - Teores de piperina em resina e grãos de pimenta-do-reino.**

Produto	Cultivar	Procedência	Piperina (%)
Resina	Cingapura	Igarapé-Açu	35,24
Resina	Bragantina	Tomé-Açu	39,67
Grão	Cingapura	Igarapé-Açu	3,14
Grão	Cingapura	Capitão Poço	3,16
Grão	Bragantina	CPATU	3,52
Grão	Cingapura	CPATU	3,30
Grão	laçará	Capitão Poço	2,48
Grão	Cingapura-branca	Igarapé-Açu	3,99
Grão	Cingapura	Santa Maria	5,28
Grão	Cingapura-chocha	Igarapé-Açu	7,07

**TABELA 28 - Resultados, em percentagem, das extrações com acetona, álcool etílico, hexano e dicloroetano, de algumas cultivares de pimenta-do-reino.**

Cultivar	Procedência	Umidade	Acetona	Álcool	Hexano	Dicloroetano
laçará	CPATU	13,43	6,90	11,72	4,55	8,78
Bragantina	CPATU	12,95	7,60	10,46	4,37	8,67
Guajarina	CPATU	11,95	7,36	11,45	4,98	7,62
Cingapura	CPATU	12,43	7,01	12,41	4,60	6,87
laçará	Capitão Poço	13,84	7,31	9,22	5,25	7,36
Cingapura	Capitão Poço	12,81	6,76	9,51	4,83	7,55
Guajarina	Capitão Poço	13,82	9,55	12,26	6,90	8,97
Bragantina	Capitão Poço	13,25	7,37	9,38	5,32	6,06
Sta Maria	Cingapura	11,90	6,69	9,30	4,62	7,81
Guejarina	Santa Maria	12,32	6,61	9,16	5,42	7,83
Cingapura	Igarapé-Açu	12,40	10,40	12,89	6,46	11,07
Cingapura	Igarapé-Açu	12,29	6,97	9,91	3,81	6,11

\* Valores corrigidos para 0% de umidade.

Com base nos resultados parciais contidos na Tabela 26, pode-se verificar que os teores de óleo essencial, determinados em laboratório, encontram-se dentro dos limites referidos na literatura, porém, são bastante superiores aos obtidos na usina-piloto, significando que devem ser feitos ajustes, no sentido de otimizar a extração. Os teores de resina obtidos na usina-piloto também podem ser mais elevados após esses ajustes.

Os resultados contidos na Tabela 27 são perfeitamente compatíveis com os encontrados na literatura e, os observados na Tabela 28, serão discutidos após as repetições com amostras referentes às safras de 1995.

## **Experimento 2 - Obtenção do oleorresina em pó**

Esta ação de pesquisa recebeu, no período de 11 de novembro de 1994 a 10 de fevereiro de 1995, a consultoria de um pesquisador da Takasago Perfumary Co. Ltd. e, assim, o experimento pôde ser iniciado.

O oleorresina da pimenta-do-reino pode ser utilizado na forma como é obtido, porém, como as frações do óleo essencial e da resina são imiscíveis em água e produtos de umidade intermediária como embutidos, enlatados e outros, o produto poderá ser transformado em pó visando melhor homogeneização.

Com essa finalidade, dois testes foram realizados. O primeiro, denominado "Absorbed Powder", que consistiu na mistura simples do óleo essencial, resina, e malte dextrina, em quantidades previamente determinadas. Os melhores resultados foram encontrados na seguinte composição percentual: óleo essencial (2%), resina (2%) e malte dextrina (96%). No segundo teste, o óleo essencial e a resina foram secados em aparelho "spray dryer" usando-se malte dextrina como veículo, e goma arábica e/ou amidos de mandioca, milho e arroz como agentes emulsificantes.

Considerando-se as dificuldades de secagem, a viscosidade e a emulsificação, nos diversos ensaios realizados, a formulação que apresentou o melhor resultado foi: 15% de óleo essencial; 15% de resina; 40% de goma arábica; 30% de malte dextrina e mais 180ml de água.

Os resultados comparativos entre os dois processos são apresentados a seguir.

Absorbed Powder:

- O pó é obtido em aproximadamente uma hora
- O custo do processo é baixo
- O teor máximo de óleo é de 5%
- O óleo oxida rapidamente e, conseqüentemente, o produto é instável

Secagem em "spray dryer":

- O pó é obtido em aproximadamente três horas
- O custo do processo é alto
- O teor de óleo varia de 20% a 30%
- A oxidação do óleo é muito lenta e, conseqüentemente, o produto é estável

**Experimento 3 - Utilização, em indústrias brasileiras de alimentos e de cosméticos, do oleorresina e do óleo essencial**

A utilização do óleo essencial e do oleorresina em indústrias de cosméticos e de alimentos, deverá ser iniciada em 1996.

## **Conclusões preliminares**

Os rendimentos obtidos na extração do óleo essencial e da resina da pimenta-do-reino podem ser otimizados, permitindo o aumento percentual dos teores, indicando maior viabilidade para o uso do tipo preta chocha.

Os teores de óleo e resina da pimenta-do-reino obtidos nesta pesquisa não diferem dos encontrados na literatura internacional, evidenciando, portanto, possibilidades de atender ao mercado interno e participar do externo.

Os teores de piperina determinados na resina e nos grãos permitem indicar o álcool etílico como substituto do dicloroetano e acetona, solventes comumente utilizados, e com a vantagem de ser produzido em larga escala no Brasil a baixo custo.

O oleorresina (mistura do óleo essencial com resina) vem sendo utilizado na forma em que é obtido, ou seja, um líquido viscoso de coloração verde-oliva a verde-escuro. Existe a possibilidade de ser transformado em pó, o que permite melhor homogeneização com produtos de umidade intermediária.

O oleorresina em pó, na forma de "absorbed power", implica na utilização imediata do produto, enquanto que o obtido em "spray dryer" apresenta-se bem mais estável. Contudo, a goma arábica, utilizada como agente emulsificante deverá ser substituída por outro produto, devido ao elevado preço no mercado.

## **Difusão de tecnologia**

- Apresentação de trabalho no Workshop "Geração de Tecnologia Agroindustrial para o Trópico Úmido". Convênio CPATU/JICA. Março de 1994: "Extração do óleo e do oleoresina da pimenta-do-reino" em Belém, PA".
- Atendimento a produtores da Cooperativa Agrícola Mista de Tomé-Açu, em 1994.
- EMBRAPA gera tecnologia com cooperação técnica do Japão - entrevista concedida ao jornal "O Liberal", de 6 de abril de 1994.
- Palestra para pesquisadores do CPATU em 1994 e 1995.
- Artigo sobre tecnologia da pimenta-do-reino na série coleção plantar, da EMBRAPA em 1995.
- Cursos para professores e alunos da Escola Agroindustrial Juscelino Kubitschek em 1995.
- Informações prestadas a professores da UFPA e FCAP.