

INSTITUTO FEDERAL
GOIANO
Câmpus Rio Verde

ENGENHARIA DE ALIMENTOS

**OBTENÇÃO DO ÓLEO DA AMÊNDOA DO PEQUI POR CO₂
SUPERCRÍTICO**

LÍVIA SILVA MATEUS

Rio Verde – GO

2019

INSTITUTO FEDERAL DE EDUCAÇÃO, CIÊNCIA E TECNOLOGIA
GOIANO – CAMPUS RIO VERDE
ENGENHARIA DE ALIMENTOS

OBTENÇÃO DO ÓLEO DA AMÊNDOA DO PEQUI POR CO₂
SUPERCRTICO

LÍVIA SILVA MATEUS

Trabalho de curso apresentado ao Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia Goiano – Campus Rio Verde, como requisito parcial para a obtenção do título de Bacharel em Engenharia de Alimentos.

Orientador: Prof. Dr. Rogério Favareto

Rio Verde - GO
Julho/2019

Sistema desenvolvido pelo ICMC/USP
Dados Internacionais de Catalogação na Publicação (CIP)
Sistema Integrado de Bibliotecas - Instituto Federal Goiano

MM425 Mateus, Livia Silva
o OBTENÇÃO DO ÓLEO DA AMÊNDOA DO PEQUI POR CO2
SUPERCRÍTICO / Livia Silva Mateus; orientador Rogerio
Favareto. -- Rio Verde, 2019.
34 p.

Monografia (Graduação em Engenharia de Alimentos) -
- Instituto Federal Goiano, Campus Rio Verde, 2019.

1. Caryocar brasiliense Camb. 2. Extração
supercrítica. 3. Ácidos graxos. 4. Compostos ativos.
5. Planejamento Box-Behnken. I. Favareto, Rogerio,
orient. II. Título.

Responsável: Johnathan Pereira Alves Diniz - Bibliotecário-Documentalista CRB-1 n°2376



INSTITUTO FEDERAL

Goiano

Repositório Institucional do IF Goiano - RIIF Goiano
Sistema Integrado de Bibliotecas

TERMO DE CIÊNCIA E DE AUTORIZAÇÃO PARA DISPONIBILIZAR PRODUÇÕES TÉCNICO-CIENTÍFICAS NO REPOSITÓRIO INSTITUCIONAL DO IF GOIANO

Com base no disposto na Lei Federal nº 9.610/98, AUTORIZO o Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia Goiano, a disponibilizar gratuitamente o documento no Repositório Institucional do IF Goiano (RIIF Goiano), sem ressarcimento de direitos autorais, conforme permissão assinada abaixo, em formato digital para fins de leitura, download e impressão, a título de divulgação da produção técnico-científica no IF Goiano.

Identificação da Produção Técnico-Científica

- | | |
|--|---|
| <input type="checkbox"/> Tese | <input type="checkbox"/> Artigo Científico |
| <input type="checkbox"/> Dissertação | <input type="checkbox"/> Capítulo de Livro |
| <input type="checkbox"/> Monografia – Especialização | <input type="checkbox"/> Livro |
| <input checked="" type="checkbox"/> TCC - Graduação | <input type="checkbox"/> Trabalho Apresentado em Evento |
| <input type="checkbox"/> Produto Técnico e Educacional - Tipo: _____ | |

Nome Completo do Autor: Livia Silva Mateus

Matrícula: 2014102200340128

Título do Trabalho: Obtenção do óleo da amêndoa do pequi por CO2 supercrítico.

Restrições de Acesso ao Documento

Documento confidencial: ☐ Não ☒ Sim, justifique: O mesmo ainda será publicado em congressos e revistas.

Informe a data que poderá ser disponibilizado no RIIF Goiano: 30/12/2019

O documento está sujeito a registro de patente? ☐ Sim ☒ Não

O documento pode vir a ser publicado como livro? ☐ Sim ☒ Não

DECLARAÇÃO DE DISTRIBUIÇÃO NÃO-EXCLUSIVA

O/A referido/a autor/a declara que:

- o documento é seu trabalho original, detém os direitos autorais da produção técnico-científica e não infringe os direitos de qualquer outra pessoa ou entidade;
- obteve autorização de quaisquer materiais incluídos no documento do qual não detém os direitos de autor/a, para conceder ao Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia Goiano os direitos requeridos e que este material cujos direitos autorais são de terceiros, estão claramente identificados e reconhecidos no texto ou conteúdo do documento entregue;
- cumpriu quaisquer obrigações exigidas por contrato ou acordo, caso o documento entregue seja baseado em trabalho financiado ou apoiado por outra instituição que não o Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia Goiano.

Rio Verde, 08 / 08 / 2019
Local Data

Livia Silva Mateus
Assinatura do Autor e/ou Detentor dos Direitos Autorais

Ciente e de acordo:

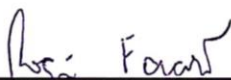
Rogério F. F. F. F.
Assinatura do(a) orientador(a)

ATA DE DEFESA DO TRABALHO DE CURSO (TC)

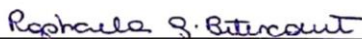
ANO	SEMESTRE
2019	1º

No dia 03 de julho de 2019, às 15 horas, reuniu-se a banca examinadora composta pelos docentes Dr. Rogério Favareto, Dra. Raphaela Gabri Bitencourt e o mestrando Bruno Rodrigues Wenceslau para examinar o Trabalho de Curso (TC) intitulado como **Obtenção do óleo da amêndoa do pequi por CO₂ supercrítico** da acadêmica **Livia Silva Mateus**, Matrícula nº 2014102200340128 do Curso de Bacharelado em Engenharia de Alimentos do IF Goiano - Campus Rio Verde. Após a apresentação oral do TC, houve arguição da candidata pelos membros da banca examinadora. Após tal etapa, a banca examinadora decidiu pela **Aprovação** da acadêmica. Ao final da sessão pública de defesa foi lavrada a presente ata, que segue datada e assinada pelos examinadores.

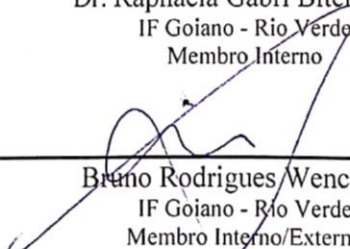
Rio Verde, 03 de Julho de 2019



Dr. Rogério Favareto
IF Goiano - Rio Verde
Orientador



Dr. Raphaela Gabri Bitencourt
IF Goiano - Rio Verde
Membro Interno



Bruno Rodrigues Wenceslau

IF Goiano - Rio Verde
Membro Interno/Externo

Observação:

() O(a) acadêmico(a) não compareceu à defesa do TC.

“Em um lugar escuro nos encontramos, e um pouco mais de conhecimento ilumina nosso caminho.”

Star Wars – Episódio VI: O império contra ataca.

*Dedico este trabalho primeiramente a Deus por me manter
firme diante das dificuldades, a minha mãe por todo apoio e
dedicação para comigo, ao meu pai e minha irmã
pelo companheirismo.*

AGRADECIMENTO

Agradeço,

Primeiramente a Deus por me manter firme e sempre com esperança, sem ele nada somos.

A minha mãe Rozangela Maria da Silva, por nunca medir esforços para me ajudar a ter um bom futuro, por sempre estar ao meu lado em todos os momentos a minha vida. Mãe sem você este sonho não seria possível e graças a você estou me tornando a uma pessoa cada vez melhor, obrigada por tudo.

Ao meu pai Roberto Costa Mateus e minha irmã Michelly Silva Mateus, por todo amor, companheirismo e dedicação.

Ao meu padrasto José Marcos por sempre me acompanhar no estágio durante aos sábados de madrugada e por todas as brincadeiras.

Ao meu namorado e amigo Júlio César Quirino Résio, por todo amor, companheirismo e paciência nos meus momentos de estresse.

A minha amiga Anna Izabella Prado Moraes, por todo o companheirismo e amizade nesta fase de graduação e que continuemos assim. A meu amigo Mauricio Willian Ramos Leão pela amizade e descontração.

A todos os meus amigos e colegas de faculdade por todo este tempo de aprendizado que passamos, durante esta importante fase de nossas vidas.

Aos meus amigos do “sexta de lei”, e a Emilly e Brenda por todos os momentos de descontração e alegria.

Aos meus colegas de Maringá por me recepcionarem tão bem, e por todos seus ensinamentos. Em especial o Prof. Lúcio Cardozo pela conversa de incentivo e por transmitir seus conhecimentos.

Ao meu orientador Rogério Favareto por me incentivar nos meus estudos, por transmitir seus conhecimentos, por apoiar minhas ideias para que este trabalho fosse possível, e por toda amizade e puxões de orelha quando se fizeram necessários.

Ao Instituto Federal Goiano – Campus Rio Verde, pela formação acadêmica e pela oportunidade de concluir o curso de engenharia de alimentos.

A todos meus professores meu muito obrigada pelos ensinamentos e por acreditarem no meu potencial.

A banca examinadora e a todos que contribuíram de forma direta ou indireta para conclusão deste trabalho.

Por fim, meu eterno AGRADECIMENTO a todos aqui citados.

RESUMO

MATEUS, Livia Silva. **Obtenção do óleo da amêndoa do pequi por CO₂ supercrítico.** 2019. 34 p. Monografia (Curso de Bacharelado em Engenharia de Alimentos). Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia Goiano - Campus Rio Verde, Rio Verde, GO, 2019.

O *Caryocar brasiliense* Camb., popularmente conhecido como pequi, é um fruto oriundo do pequizeiro que tem em abundância no cerrado brasileiro, sendo uma ótima fonte de nutrientes. O uso dos fluidos em condições supercríticas nas extrações possui o intuito de extrair o composto de forma eficaz sem deixar resíduos na amostra. Visto tamanha abundância e ausência de estudos relacionados a extração supercrítica do óleo da amêndoa do pequi este trabalho objetivou-se extrair o óleo da amêndoa do pequi utilizando dióxido de carbono supercrítico, avaliar as melhores condições de extração e caracterizar os compostos ativos e ácidos graxos. Os experimentos de extração foram realizados com planejamento Box-Behnken para avaliar os efeitos da temperatura (313-333 K), pressão (150-250 bar) e vazão volumétrica (2-5 g min⁻¹). Desta maneira a melhor condição de extração foi a pressão de 250 bar, temperatura de 318,15 K e vazão de 5 g/min, onde obteve um rendimento de 17,3%. O modelo quadrático de segunda ordem apresentou bom ajuste para as curvas cinéticas sendo que todas as variáveis (pressão, temperatura e vazão) influenciaram significativamente no rendimento. O óleo de amêndoa do pequi apresentou grandes quantidades de esqualeno estigmasterol, ácido graxo oleico e ácido graxo palmítico.

Palavras-Chave: *Caryocar brasiliense* Camb; Extração supercrítica; Ácidos graxos; Compostos ativos; Planejamento Box-Behnken.

LISTA DE FIGURAS E TABELAS

Figura 1: Fruto do pequizeiro.....	13
Figura 2: Caroço do pequi (a), espinhos e amêndoa (b), amêndoa (c)	13
Figura 3: Diagrama de fases	15
Figura 4: Fases da extração supercrítica	16
Figura 5: Guilhotina para corte do caroço do pequi	17
Figura 6: Diagrama esquemático da unidade de extração supercrítica	18
Figura 7: Superfície de resposta referente ao rendimento da extração do óleo de da amêndoa do pequi em função dos níveis de temperatura e pressão	25
Figura 8: Superfície de resposta referente ao rendimento da extração do óleo de da amêndoa do pequi em função dos níveis de temperatura e vazão	25
Figura 9: Superfície de resposta referente ao rendimento da extração do óleo de da amêndoa do pequi em função dos níveis de pressão e vazão	26
Tabela 1: Projeto Box-Behnken de um sistema de três variáveis	20
Tabela 2: Planejamento experimental Box-Benken utilizando três variáveis	21
Tabela 3: Condições experimentais e rendimentos de extração	23
Tabela 4: Análise de variância (ANOVA) referente ao rendimento obtido.....	24
Tabela 5: Composição de ácidos graxos no óleo da amêndoa do pequi extraído com CO ₂ supercrítico	28
Tabela 6: Compostos ativos no óleo da amêndoa do pequi extraído com CO ₂ supercrítico....	30

LISTA DE ABREVIACES, SIGLAS OU SBOLOS

%	Porcentagem
μm	Micrometro
μL	Microlitro
ρ	Densidade
$^{\circ}\text{C}$	Graus Celsius
CO_2	Dixido de carbono
CER	Constant Extracion Rate (Taxa de extrao constante)
DCP	Diffusion Controlled Period (Difuso do perodo controlado)
EFS	Extrao com Fluido Supercrtico
FER	Falling Extraction Rate (Taxa de extrao decrescente)
K	Kelvin
P	Presso
T	Temperatura
V	Vazo
Y	Rendimento

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	11
2 REVISÃO DE LITERATURA	13
2.1. Pequizeiro, pequi e amêndoa	13
2.2 Extração com CO ₂ supercrítico	14
3 MATERIAL E MÉTODOS	17
3.1 Obtenção da amêndoa de pequi	17
3.2 Reagentes	17
3.3 Extração supercrítica	18
3.4 Composição de ácidos graxos	19
3.5 Compostos ativos	19
3.6 Planejamento experimental	20
3.7 Análise estatística	21
4 RESULTADOS E DISCUSSÃO	23
4.1 Rendimento de extração.....	23
4.2 Caracterização do óleo.....	27
4.2.1 Ácidos graxos	27
4.2.2 Compostos ativos	29
5 CONCLUSÃO	31
6 REFERÊNCIAS	32

1 INTRODUÇÃO

O *Caryocar brasiliense* Camb, conhecido como pequi, é um fruto oriundo o pequizeiro que tem em abundância no cerrado brasileiro, suas árvores possuem troncos retorcidos de tamanho médio e com folhas largas. Já os frutos possuem um epicarpo (casca) esverdeado, o mesocarpo (polpa) possui cor amarelada, o endocarpo formado por espinhos marrons e castanha de cor esbranquiçada.

Este fruto encontrado em abundancia no cerrado é uma ótima fonte de nutrientes, pois o mesmo apresenta proteínas (2,4%), lipídeos (31,5%), fibras alimentares (9,5%), carboidratos (3,4% e 9,4%), vitamina C (45 mg.100 g⁻¹), betacaroteno (5,4 mg.100 g⁻¹), compostos fenólicos (531,5 mg.100 g⁻¹) e atividade antioxidante (13,7%) (PAZ et al., 2014).

Diante de tamanha disponibilidade do fruto e vasta fonte de nutrientes o pequi vem sendo um objeto de pesquisa ao longo dos anos, o que faz com que os estudiosos avaliem todas as partes do fruto. A amêndoa do pequi parte pouco estudada, é uma ótima fonte de óleo que pode ser utilizada como base para produção de novos alimentos e cosméticos.

A extração do óleo de pequi pode ser realizada por várias maneiras, Carrazza e Ávila (2010) obtiveram óleo da castanha do pequi por prensagem que é um meio mecânico, enquanto outros estudos demonstram as extrações realizadas por solventes. O solvente mais utilizado nas extrações é o hexano. Visto que o óleo da castanha do pequi possui vários nutrientes o que torna-se interessante o uso da extração supercrítica com o intuito de preservar ao máximo os nutrientes encontrados no óleo.

A extração com fluido supercrítico (EFS) incorpora os processos que utilizam fluidos a altas pressões como solventes de extração, sendo o dióxido de carbono (CO₂) o exemplo mais importante. O dióxido de carbono ganhou a melhor aceitação, pois oferece muitas vantagens, tais como condições brandas de temperatura e pressão supercríticas, baixo custo, fácil fabricação, propriedades não tóxicas e não inflamável, disponibilidade imediata e fácil remoção dos produtos extraídos. Além disso, a utilização de dióxido de carbono proporciona a vantagem de ser adequado para a extração de compostos termolábeis, devido ao fato de que o aquecimento excessivo não é necessário. Hoje em dia, a extração com fluido supercrítico, o qual foi desenvolvido em 1960, é usado numa ampla variedade de áreas, incluindo as indústrias de engenharia, farmácia e ambiental (GOLÇALVES, 2013).

Com a ausência de estudos do óleo da castanha do pequi, teve-se a ideia de estudar a influência do processo de extração supercrítico do óleo de forma que se quantificassem os

compostos ativos e ácidos graxos do óleo extraído. Verificando a influência dos parâmetros de temperatura, pressão e vazão na extração supercrítica.

2 REVISÃO DE LITERATURA

2.1. Pequiizeiro, pequi e amêndoa

O pequiizeiro é uma árvore natural do cerrado brasileiro, que atinge cerca de 7 a 12 metros e possuem troncos retorcidos com casca grossa, folhas largas e esverdeadas com pequenos pelos. As flores são branco-amareladas e se agrupam em cachos com até trinta unidades, onde irá produzir em média 350 frutos por árvore. (OLIVEIRA e SCARIOT, 2010). A etapa de floração até a colheita dura em média de três meses, o que implica que o tempo de colheita vai de outubro a dezembro (FEITOSA et al., 2005).

O pequiizeiro produz como fruto o pequi, que possui uma casca esverdeada, polpa amarela, caroço com espinhos e amêndoa de cor esbranquiçada (figura 1). (CARRAZA e ÁVILA, 2010).



Figura 1: Fruto do pequiizeiro. Fonte: Vera et al. (2005) - Adaptado.

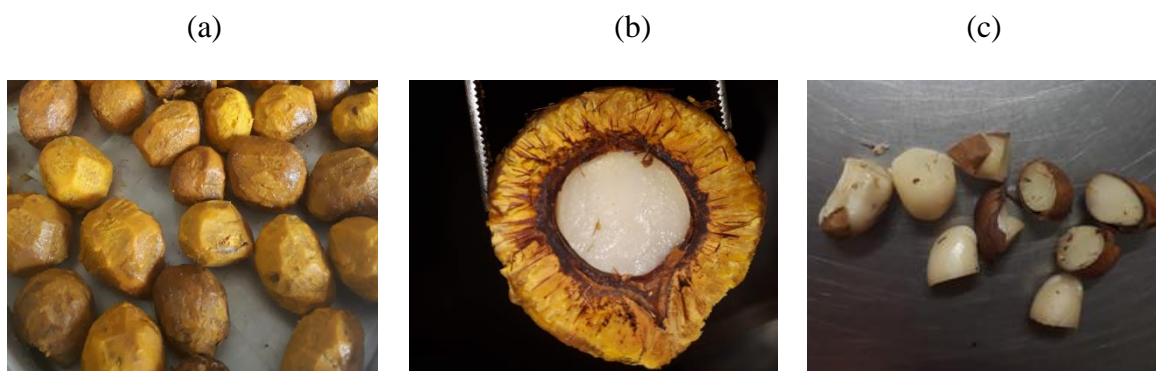


Figura 2: Caroço do pequi (a), espinhos e amêndoa (b), amêndoa (c). Fonte: Próprio autor.

Atualmente, o pequi tem sido fonte de renda para a agricultura familiar em vários estados brasileiros, dentre eles pode-se citar o estado de Goiás, Bahia, Tocantins, São Paulo e outros. Para os agricultores de renda familiar, uma colheita de seis horas diárias e dezesseis

dias por mês pode render em média R\$ 2.440,00, o que faz do pequi uma boa fonte de renda. (FEITOSA et al., 2005)

Em média o fruto possui uma massa total de 120 gramas, altura de 60,5 mm, diâmetro maior de 64,3 mm e diâmetro menor 55,2 mm. Já o mesocarpo possui em média 94,5 gramas, o caroço 24,7 gramas, a polpa 8,4 gramas e a amêndoa 1,1 gramas (ALVES, 2014).

A amêndoa fica localizada logo após a polpa, possui cor esbranquiçada e a mesma é revestida/ protegida por uma camada marrom de espinhos finos e pequenos, que possui grandes quantidades de boflavina, tiamina, provitamina A e em óleos, que agregam um alto valor nutritivo a esta parte do fruto; (VERA, 2005).

Em comparação aos valores nutritivos da amêndoa do pequi com a polpa observou-se que a amêndoa possui maior quantidade de proteínas cerca de 25,27 gramas enquanto a polpa possui apenas 3 gramas, a quantidade de lipídios foi de 51, 51 gramas enquanto a polpa foi de 33,40 gramas. Os únicos índices em que a polpa superou a amêndoa foram na quantidade de carboidratos e fibras alimentares, para os quais foram obtidos 11,45 gramas de carboidratos na polpa e 8,33 gramas na amêndoa e 10,02 gramas de fibras alimentares na polpa e 2,20 gramas na amêndoa (LIMA et al., 2007).

Diante de tamanha fonte de nutritivos Oliveira et al. (2011) desenvolveu uma margarina convencional e light a base de óleo de pequi, sua pesquisa demonstrou que a margarina convencional obteve um maior índice de aceitação e intenção de compra. Baseado nestes dados observou a importância e grande utilização do óleo do pequi, visto que a obtenção do mesmo poder ser adquirida por diversos meios.

2.2 Extração com CO₂ supercrítico

Um líquido e um gás são substâncias que tomam forma do recipiente do qual é colocado, a transição de fase para estado líquido ou gasoso irá depender da pressão e temperatura na quais ambos são submetidos. Os fluidos podem apresentar dois estados, líquido e gasoso de forma que na fase gasosa obtém menores pressões e maiores temperaturas, já na fase sólida tem-se maiores pressões e menores temperaturas, o estado líquido fica no intermeio destas condições a partir do ponto crítico. A distribuição de onde começa cada fase é de acordo com a densidade, viscosidade e coeficiente de compressibilidade (figura 1) (BARRETO, 2007).

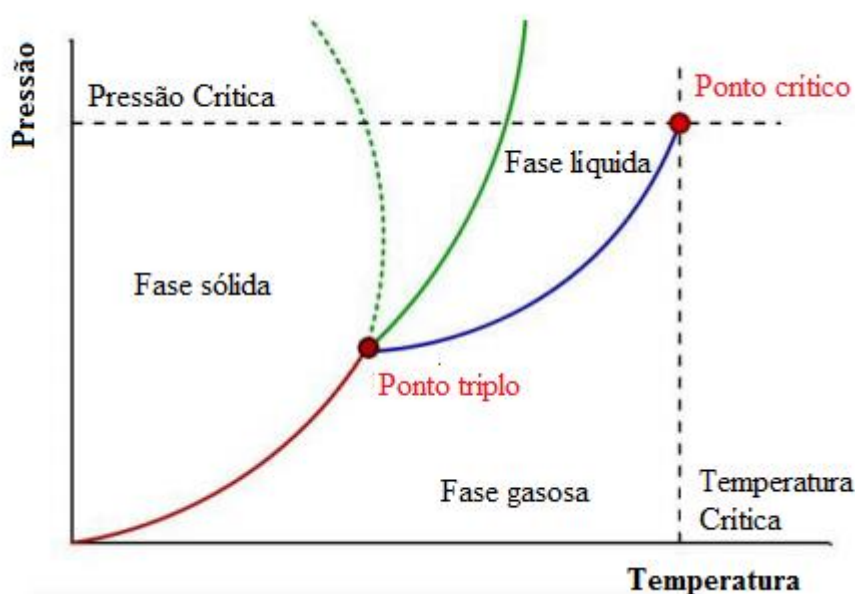


Figura 3: Diagrama de fases. Fonte: Barreto et al. (2007) – Adaptado.

A região supercrítica se encontra a partir do ponto crítico, tal ponto é caracterizado pela linha entre líquido e gás, ou seja, as diferenças entre o estado líquido e gasoso vão diminuindo até chegar no ponto crítico. Para o dióxido de carbono a temperatura crítica é de 304,1 K e a pressão de 73,75 bar. (BARRETO, 2007)

O processo de extração supercrítica basicamente é dividido em três fases, a primeira é a taxa de extração constante (CER), a segunda a taxa de extração decrescente (FER) e a terceira é a difusão do período controlado (DCP) (figura 2). Na primeira fase temos uma velocidade constante onde que a superfície da amostra está coberta por um soluto de fácil acesso e resistente a transferência de massa. Já na segunda fase a velocidade de extração é decrescente e é onde ocorre a exaustão da camada superficial, neste processo, o solvente penetra nos espaços da amostra de forma a solubilizar o soluto e difundir a mistura soluto-solvente. E por último na terceira fase a extração é nula pois todo o extrato existente já foi extraído. O ideal para todas as extrações supercríticas é que as permaneçam até a terceira fase, pois é nela que garantimos que todo o extrato foi retirado (MAIA e ALICIEO, 2017).

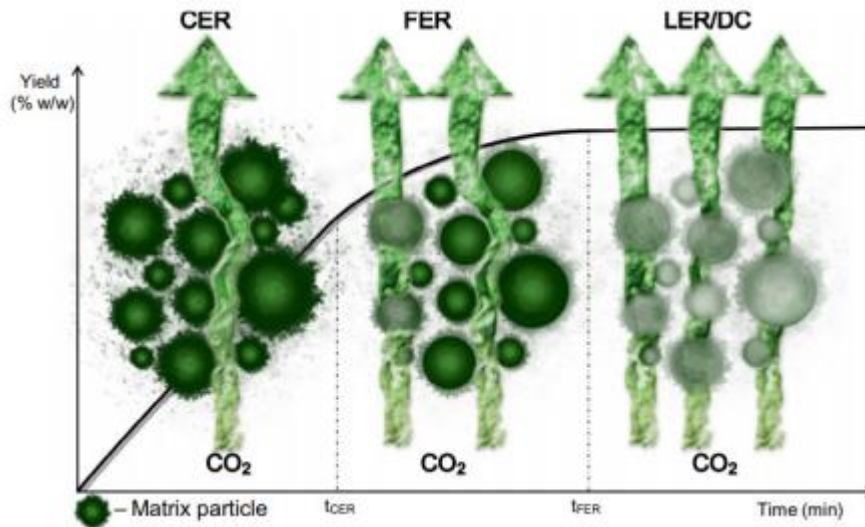


Figura 4: Fases da extração supercrítica. Fonte: Silva et al. (2016).

As extrações utilizando solventes supercríticos possui diversas vantagens, tais como os solventes após a extração podem ser facilmente eliminados e não deixam resíduos na amostra, a maioria dos gases são seguros e inertes, os extratos quase não sofrem hidrólise e oxidação. (MAUL et al., 1996)

Diante tamanhas vantagens podemos observar que existem vários estudos utilizando que fazem comparativas entre os métodos de extração como o do Zelioli et al. (2015), onde o mesmo realizou extração supercrítica de Espilantol em leito fixo a partir de jambu (*Acmella oleracea* (J.) R.K. Jansen). Já a Couto (2019) realizou estudos comparando dois tipos de solvente onde o intuito era obter óleo de café defeituoso (pva) empregando fluidos pressurizados, a mesma utilizou CO₂ e propano ambos em condição supercrítica.

3 MATERIAL E MÉTODOS

3.1 Obtenção da amêndoa de pequi

Os pequis foram adquiridos em uma feira local do município de Rio Verde – GO, logo após foram encaminhados para o Laboratório de Cereais e Panificação no IF Goiano – Campus Rio Verde onde, foram descascados e despulpados com o auxílio de facas e deixados secar naturalmente por 20 horas em temperatura ambiente e depois colocados em estufa com circulação de ar por mais 6 horas a temperatura de 50 °C para facilitar o processo de corte. Em seguida os caroços de pequi foram cortados ao meio com o auxílio de guilhotina fabricada manualmente (figura 3).



Figura 5: Guilhotina para corte do caroço do pequi. **Fonte:** Próprio autor

Após o corte do caroço, as amêndoas foram retiradas como auxílio de facas e colocadas para secar em estufa com circulação de ar durante 24 horas a 60°C. Após isto as mesmas foram embaladas a vácuo e recobertas com papel alumínio para evitar a oxidação. Antes de se iniciar o processo de extração as amêndoas foram amassadas no almofariz de porcelana.

3.2 Reagentes

Nas extrações supercríticas foi utilizado como solvente o dióxido de carbono com 99,5% de pureza, fornecido pela UEM – Universidade Estadual de Maringá.

Para determinar os compostos livres de glicerol, N, O-bis (trimetilsilil) trifluoroacetamida (BSTFA), trimetilclorosilano (TMCS), os padrões internos de 5 α -colestano

e heptadecanoato de metilo (obtidos da Sigma-Aldrich) foram utilizados na derivatização do óleo. Para o conteúdo de tocoferóis e fitosteróis foram utilizados padrões com 99,9% de pureza obtidos da Sigma-Aldrich.

3.3 Extração supercrítica

As extrações de óleo com dióxido de carbono (CO_2) supercrítico foram realizadas no laboratório de tecnologia supercrítica situado na Universidade Estadual de Maringá no estado do Paraná.

Os experimentos foram realizados em escala laboratorial conforme citados em trabalhos anteriores realizados por Favareto et al, (2016). Basicamente o equipamento é constituído por um extrator de aço inoxidável, um cilindro de solvente, dois banhos termostáticos (Julabo F25-ME e Quimis Q214M2), uma bomba de seringa (Isco 500D) e um reservatório de solvente (figura 4).

O procedimento experimental começou com a introdução de 10 g de amêndoa de pequi no extrator, logo após é realizado a abertura do cilindro de CO_2 , ajuste das temperaturas nos banhos termostáticos, enchimento do reservatório de solvente, ajuste das pressões e por último compressão do gás. Após todas as etapas, aguarda os banhos atingirem as temperaturas necessárias, e logo após iniciou-se o processo de extração.

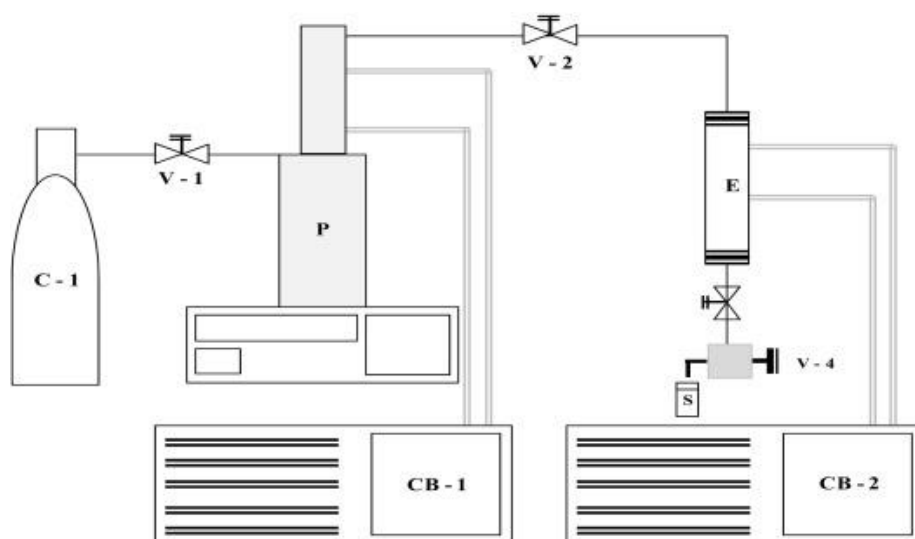


Figura 6: Diagrama esquemático da unidade de extração supercrítica. C-1, Cilindro de solvente; CB-01 e CB-02, Banhos de circulação; P, Bomba de seringa; E, Extrator; S, Frasco de amostragem; V-1 e V-2, Válvula esfera. Fonte: Trentini et al. (2017).

As extrações foram realizadas variando temperatura, pressão e vazão do solvente conforme planejamento experimental Box-Behnken. A massa obtida de óleo foi sendo pesada no intervalo de 10 em 10 minutos em balança analítica durante um período de 70 minutos. Ao final da extração os óleos foram guardados em vidro âmbar e colocados na geladeira até a realização da análise de compostos ativos e ácidos graxos. O rendimento do óleo foi calculado pela equação (1).

$$\text{rendimento} = \frac{\text{massa extraída}}{\text{massa da amostra}} \quad (1)$$

3.4 Composição de ácidos graxos

Para determinar a composição dos ácidos graxos no óleo obtido da amêndoa do pequi foi utilizado a metodologia demonstrada por Gonzalez et al. (2013), onde utiliza-se amostras de 60 mg aproximadamente derivadas do BF₃- metanol e do heptadecanoato de metila, onde a mesma foi diluída em heptano e utilizada na quantificação dos compostos. A análise foi realizada utilizando um cromatógrafo a gás (GC-MS QP2010 SE, Shimadzu) que possui coluna capilar e detector de ionização de chama com injeção de 1 µL em 1: 20 modos divididos. Primeiramente o procedimento começou com uma temperatura de 70 °C na coluna que logo foi aumentado para 180 °C a uma taxa de 10 °C min⁻¹ e posteriormente para 240 °C a uma taxa de 4 °C min⁻¹, que foi mantida por 4 min. A temperatura utilizada para o injetor e detector foi de 250 °C e os componentes foram identificados por comparação com amostras padrões de ésteres metílicos de ácidos graxos.

3.5 Compostos ativos

Os compostos ativos foram identificados utilizando-se um GC-MS QP2010 SE (Shimadzu) com coluna SH-RTx-5MS (Shimadzu, 5% fenil-metilsiloxano, 30 m × 0,25 mm id x 0,25 µm). Foram utilizadas amostras de 40 mg que foram derivadas com 40 µL de N, O-bis (trimetilsilil) trifluoroacetamida por 60 min a 60 °C.

Logo após foi utilizado 80 µL de 5α-colestano (5 mg mL⁻¹) e 50 µL de heptadecanoato de metila (5 mg mL⁻¹) e 50 µL de heptadecanoato de metila (5 mg mL⁻¹) onde foram adicionados como padrões internos para quantificar os compostos ativos. Logo em seguida as amostras foram diluídas com heptano para atingir o volume final de 1000 µL de solução.

Para realizar o arraste foi utilizado o gás hélio a uma vazão de 1,0 ml min⁻¹ com razão de separação de 10 e foram injetadas 1,5 µL de amostra. A temperatura inicial foi de 150 °C

que foi sendo aumentada a $10^{\circ}\text{C min}^{-1}$ até atingir 230°C , e depois foi aumentada para 280°C e mantida por 22 min.

Os compostos foram identificados comparando os dados obtidos com os dados disponíveis nas bibliotecas espectrais NIST14.lb e NIST14.lbs

3.6 Planejamento experimental

O planejamento experimental escolhido foi o Box-Behnken que elimina experimentos insatisfatórios, este planejamento elimina estes experimentos variando números de -1, 0 e 1 (tabela 1) (FERREIRA, 2007).

Experimento	P (bar)	T (K)	V (g/min)
1	-1	-1	0
2	1	-1	0
3	-1	1	0
4	1	1	0
5	-1	0	-1
6	1	0	-1
7	-1	0	1
8	1	0	1
9	0	-1	-1
10	0	1	-1
11	0	-1	1
12	0	1	1
C	0	0	0
C	0	0	0
C	0	0	0

Tabela 1: Projeto Box-Behnken de um sistema de três variáveis. Fonte: (FERREIRA, 2007) – Adaptado.

Para determinar o número exato de experimentos necessários para as condições desejadas foi utilizado a equação (2) (FERREIRA, 2007).

$$N = 2k(k - 1) + C_0 \quad (2)$$

N=número de experimentos

K= número de variáveis

C_0 = número de pontos centrais

Desta maneira os experimentos foram realizados baseados no planejamento Box-Benken, onde foram utilizadas três variáveis temperatura (T), pressão (P) e vazão (V) (tabela 2).

Tabela 2: Planejamento experimental Box-Benken utilizando três variáveis.

Experimento	P (bar)	T (K)	V (g/min)
1	150	303,15	3,50
2	150	333,15	3,50
3	250	303,15	3,50
4	250	333,15	3,50
5	150	318,15	2,00
6	150	318,15	5,00
7	250	318,15	2,00
8	250	318,15	5,00
9	200	303,2	2,00
10	200	303,15	5,00
11	200	333,15	2,00
12	200	333,15	5,00
13	200	318,15	3,50
14	200	318,15	3,50
15	200	318,15	3,50

3.7 Análise estatística

As análises de ácidos graxos e compostos ativos foram realizadas em duplicatas. Os valores encontrados foram submetidos à análise de variância (ANOVA) e ao teste de Tukey à 5% de significância ($p < 0,05$) utilizando o programa SISVAR versão 5.6.

Além disso foram realizadas análises de regressão no programa STATISTIC 7, para avaliar os efeitos no rendimento (Y) da extração por meio do modelo matemático expresso pela equação (3).

$$Y = b_0 + \sum_{i=1}^3 b_i \cdot x_i + \sum_{i,j=1, i < j}^3 b_{ij} \cdot x_i \cdot x_j + \sum_{i=1}^3 b_{ii} \cdot x_i^2 \quad (3)$$

Sendo:

b_0 = constante

b_i = coeficiente linear

b_{ij} = coeficiente de interação

b_{ii} = coeficiente quadrático

4 RESULTADOS E DISCUSSÕES

4.1 Rendimento de extração

Na tabela 2 pode-se observar as condições experimentais que o experimento foi realizado e os respectivos rendimentos.

Tabela 3: Condições experimentais e rendimentos de extração.

Experimento	P (bar)	T (K)	V (g/min)	ρ (kg/m ³)	Y (%)
1	150	303,15	3,50	0,85	4,81
2	150	333,15	3,50	0,61	1,05
3	250	303,15	3,50	0,92	13,19
4	250	333,15	3,50	0,79	11,83
5	150	318,15	2,00	0,74	1,49
6	150	318,15	5,00	0,74	3,97
7	250	318,15	2,00	0,86	6,85
8	250	318,15	5,00	0,86	17,30
9	200	303,15	2,00	0,89	5,47
10	200	303,15	5,00	0,89	13,28
11	200	333,15	2,00	0,72	3,01
12	200	333,15	5,00	0,72	6,39
13*	200	318,15	3,50	0,81	7,46 \pm 0,43

* Triplicata do ponto central.

A tabela 3 apresenta a análise de variância, que foi utilizada para verificar a influência das variáveis temperatura, pressão e vazão mássica no rendimento de extração supercrítica com um intervalo de confiança de 95%.

Tabela 4: Análise de variância (ANOVA) referente ao rendimento obtido.

Fatores¹	Graus de Liberdade	Soma dos Quadrados	Média dos Quadrados	Valor de F	P-Valor
P (bar) (L)	1	0,017907	0,017907	296,3659	0,000012
P (bar) (Q)	1	0,000036	0,000036	0,6008	0,473305
T (K) (L)	1	0,002618	0,002618	43,3209	0,001215
T (K) (Q)	1	0,000001	0,000001	0,0151	0,906950
V (g/min) (L)	1	0,007272	0,007272	120,3559	0,000109
V (g/min) (Q)	1	0,000051	0,000051	0,8454	0,400035
P:T	1	0,000145	0,000145	2,3957	0,182345
P:V	1	0,001587	0,001587	26,2619	0,003693
T:V	1	0,000491	0,000491	8,1325	0,035750
Erro	5	0,000302	0,000060		
Total	14	0,030417			

¹ P=Pressão, V=Vazão, T=Temperatura, Q= Quadrático e L= Linear

O resultado do modelo de regressão em termos dos níveis codificados foi significativo pelo Teste-F, e o resultado do modelo quadrático é expresso pela Equação (4):

$$Y = 0,075 + (0,047.P) - (0,018.T) + (0,030.V) + (0,020.PV) - (0,011.TV) \quad (4)$$

De acordo com a tabela 3 podemos notar que a pressão, temperatura e vazão tiveram efeitos significativos ($p < 0,05$). As interações entre a pressão e vazão e entre temperatura e vazão também tiveram efeitos significativos ($p < 0,05$), enquanto que a interação entre pressão e temperatura não tiveram efeitos significativos ($p > 0,05$). O coeficiente de regressão ajustado foi de 97,2 % indicando que o modelo proposto representa satisfatoriamente os valores experimentais.

Para melhor visualização da influência da pressão, temperatura e vazão no rendimento optou-se pela construção da superfície de resposta do rendimento em função de duas variáveis fixando a terceira no ponto central como apresentado nas Figuras 6, 7 e 8.

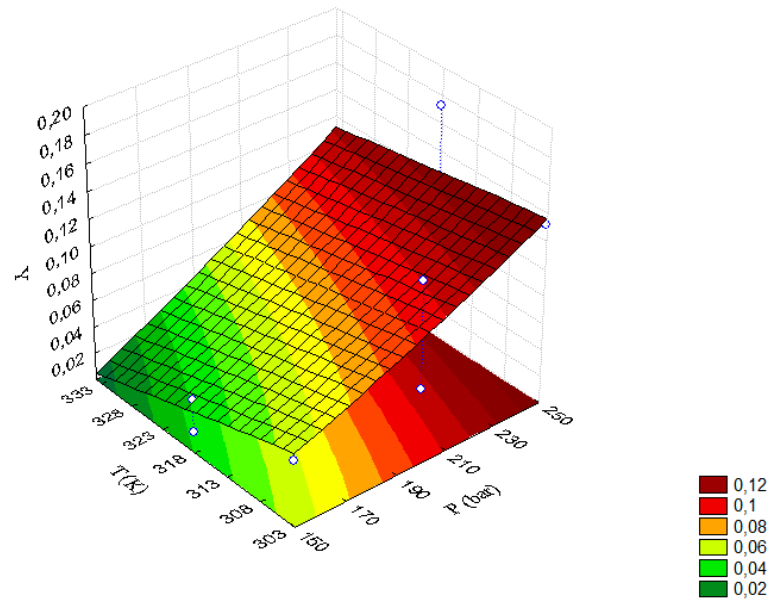


Figura 7: Superfície de resposta referente ao rendimento da extração do óleo da amêndoa do pequi em função dos níveis de temperatura e pressão com vazão constante de $3,5 \text{ g min}^{-1}$.

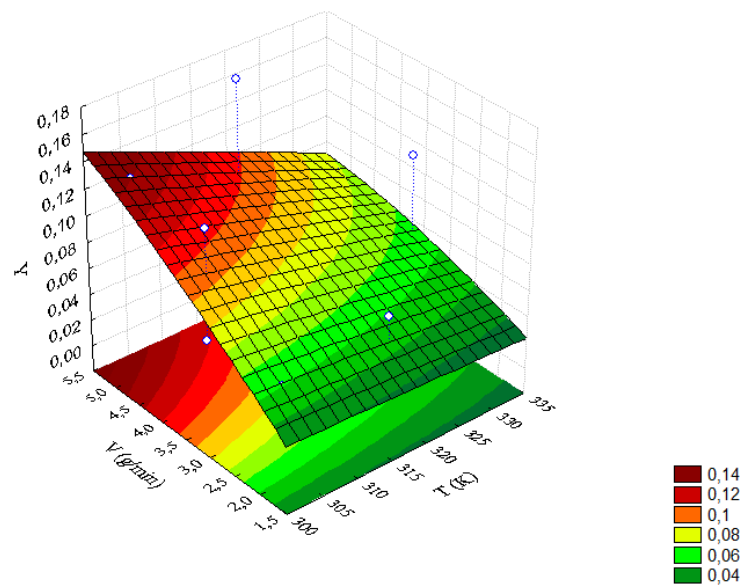


Figura 8: Superfície de resposta referente ao rendimento da extração do óleo de da amêndoa do pequi em função dos níveis de temperatura e vazão com pressão constante de 200 bar.

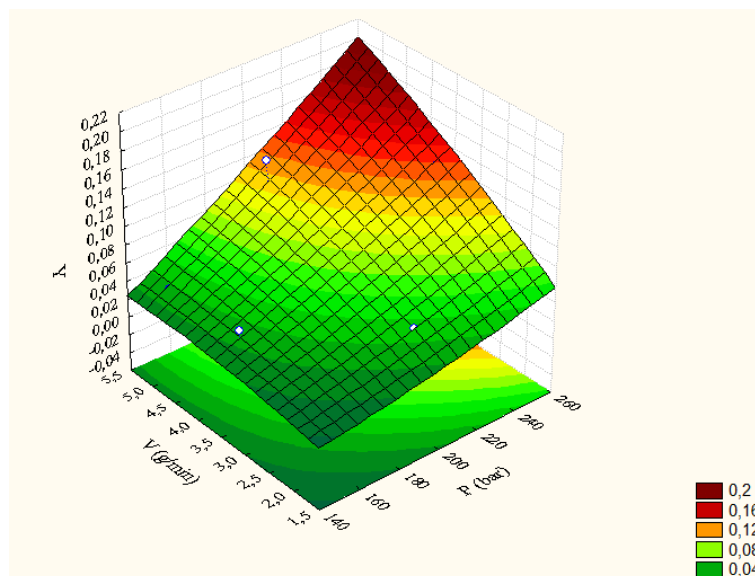


Figura 9: Superfície de resposta referente ao rendimento da extração do óleo de da amêndoa do pequi em função dos níveis de pressão e vazão com temperatura constante de 318,15 K.

Os efeitos positivo da pressão e negativo da temperatura no rendimento de extração podem ser observados na Figura 6 e na Tabela 2. O aumento da pressão de 150 bar para 250 bar com temperatura constante de 333,15 K aumentou o rendimento de 1,05 para 11,83 % conforme pode ser visto pelos experimentos 2 e 4. Observando os experimentos 1 e 2 nota-se que o rendimento diminui de 4,81 para 1,05 % quando aumenta-se a temperatura de 303,15 para 333,15 K. Este efeito pode ser explicado devido ao aumento da pressão com a diminuição da temperatura acarretar em um aumento da densidade do CO_2 e consequentemente o poder de solvatação do solvente (BRUNNER, 1994). Enquanto a pressão e temperatura afetam as propriedades termodinâmicas e de transporte, tais como densidade, solubilidade e difusividade, a vazão aumenta o coeficiente de transferência de massa convectivo e diminui a concentração do soluto no CO_2 supercrítico, sendo assim a vazão volumétrica apresentou efeito positivo sobre o rendimento de extração (MELO et al., 2014) conforme pode ser visto nas figuras 7 e 8.

4.2 Caracterização do óleo

4.2.1 Ácidos graxos

Os ácidos graxos encontrados nos alimentos são de suma importância para o corpo humano, neste estudo foi possível identificar nove tipos de ácidos graxos. Sendo que o encontrado com maior abundância no óleo da amêndoa do pequi foi o oleico com 54,48% e o com menor abundância foi o gadoleico com 0,06% (tabela 4) que inclusive foi o único que não obteve diferença significativa ($p < 0,05$) pelo teste de tukey, os outros oito tipos de ácidos tiveram diferença significativa entre os tratamentos.

Em um estudo realizado por Deus (2008), onde se extraiu óleo da amêndoa do pequi através da metodologia de soxhlet obteve-se 50,2% de ácido oleico, 42,3% de ácido palmítico, 1,5% de ácido esteárico, 1% de ácido linoleico, 0,5% de ácido linolênico, 0,2% de ácido araquídico, 0,3% de ácido mirístico e 0% de ácido gadoleico. Comparando com os resultados obtidos neste estudo, pode-se observar que os valores encontrados de ácido oleico, linoleico, esteárico, mirístico e gadoleico foram superiores aos já obtidos neste método de extração. Vale ressaltar que não foram encontrados na literatura dados de composição ácidos graxos de óleo da amêndoa do pequi obtidos através de extração com fluidos supercríticos.

Já nos estudos realizado por Lopes et al. (2012), onde óleo da polpa do pequi foi extraído a frio por Bligh e Dyer, podemos notar que os valores de ácido oleico (53,50%) e ácido palmítico (39,02%) foram próximos aos dados obtidos neste estudo, sendo ácido oleico (54,48%) e ácido palmítico (40,56%).

Nota-se ainda neste estudo que os oitos valores obtidos de ácidos graxos foram nas condições de temperatura igual a 333,15 K, a vazão de 3,50 g/min, e nas pressões de 150, 200 e 250 bar. Desta maneira podemos dizer que ao se fixar temperatura e vazão em 333,15 K e 3,50 g/min é possível extrair uma boa quantidade de ácidos graxos na amêndoa do pequi, desde que as pressões variem de 150 bar a 250 bar.

Tabela 5: Resultado da composição de ácidos graxos no óleo da amêndoa do pequi extraído com CO₂ supercrítico.

Ácidos graxos									
Experimento	Mirístico	Palmítico	Palmitoleico	Esteárico	Oleico	Linoleico	Araquídico	Linolênico	Gadoléico
1	0,35 ± 0,00 ^c	37,76 ± 0,04 ^{d,e}	0,41 ± 0,00 ^{a,b}	1,48 ± 0,04 ^d	53,66 ± 0,02 ^c	6,09 ± 0,01 ^b	0,08 ± 0,00 ^{b,c}	0,13 ± 0,00 ^d	0,05 ± 0,01 ^a
2	0,41 ± 0,00 ^a	35,18 ± 0,02 ^f	0,43 ± 0,01 ^a	1,56 ± 0,01 ^{c,d}	54,07 ± 0,03 ^b	6,035 ± 0,02 ^b	0,01 ± 0,00 ^a	0,15 ± 0,00 ^c	0,05 ± 0,00 ^a
3	0,31 ± 0,00 ^e	37,31 ± 0,03 ^f	0,36 ± 0,01 ^{e,f}	1,76 ± 0,00 ^{a,b,c}	54,23 ± 0,01 ^{a,b}	5,69 ± 0,02 ^{c,d}	0,08 ± 0,01 ^b	0,18 ± 0,00 ^b	0,06 ± 0,01 ^a
4	0,27 ± 0,00 ^f	37,35 ± 0,00 ^{e,f}	0,32 ± 0,01 ^g	1,92 ± 0,06 ^{a,b}	54,48 ± 0,04 ^a	5,32 ± 0,00 ^{c,d}	0,07 ± 0,00 ^{c,d}	0,21 ± 0,00 ^a	0,05 ± 0,01 ^a
5	0,32 ± 0,01 ^{d,e}	37,45 ± 0,01 ^{e,f}	0,37 ± 0,01 ^{d,e,f}	1,56 ± 0,04 ^{c,d}	54,26 ± 0,00 ^{a,b}	5,77 ± 0,03 ^c	0,07 ± 0,00 ^{c,d}	0,15 ± 0,00 ^c	0,04 ± 0,00 ^a
6	0,35 ± 0,00 ^c	38,56 ± 0,00 ^{b,c}	0,40 ± 0,00 ^{b,c}	1,73 ± 0,06 ^{a,b,c,d}	52,99 ± 0,03 ^{e,f}	5,77 ± 0,02 ^{c,d}	0,07 ± 0,00 ^{c,d}	0,15 ± 0,00 ^c	0,04 ± 0,01 ^a
7	0,33 ± 0,00 ^c	0,39 ± 0,05 ^d	0,39 ± 0,00 ^{b,c,d,e}	1,18 ± 0,08 ^e	53,45 ± 0,04 ^{c,d}	6,25 ± 0,07 ^a	0,08 ± 0,00 ^{b,c}	0,15 ± 0,00 ^c	0,05 ± 0,00 ^a
8	0,27 ± 0,01 ^f	37,13 ± 0,05 ^f	0,35 ± 0,00 ^{f,g}	1,92 ± 0,01 ^{a,b}	54,48 ± 0,04 ^a	5,52 ± 0,02 ^e	0,07 ± 0,00 ^{c,d}	0,21 ± 0,00 ^a	0,05 ± 0,00 ^a
9	0,33 ± 0,00 ^d	38,05 ± 0,12 ^d	0,39 ± 0,00 ^{b,c,d}	1,70 ± 0,01 ^{a,b,c,d}	53,58 ± 0,07 ^c	5,66 ± 0,05 ^{c,d}	0,08 ± 0,00 ^c	0,15 ± 0,00 ^c	0,04 ± 0,00 ^a
10	0,31 ± 0,00 ^e	38,16 ± 0,03 ^{c,d}	0,37 ± 0,00 ^{c,d,e,f}	1,83 ± 0,00 ^{a,b}	53,24 ± 0,05 ^{d,e}	5,78 ± 0,01 ^c	0,07 ± 0,00 ^{b,c,d}	0,17 ± 0,00 ^b	0,05 ± 0,00 ^a
11	0,37 ± 0,00 ^b	40,56 ± 0,04 ^a	0,37 ± 0,00 ^{c,d,e,f}	1,95 ± 0,01 ^a	51,36 ± 0,02 ^g	5,10 ± 0,00 ^g	0,06 ± 0,00 ^d	0,17 ± 0,00 ^b	0,04 ± 0,00 ^a
12	0,33 ± 0,01 ^{c,d}	38,80 ± 0,05 ^b	0,37 ± 0,00 ^{c,d,e,f}	1,69 ± 0,06 ^{b,c,d}	52,87 ± 0,01 ^f	5,64 ± 0,02 ^{d,e}	0,07 ± 0,00 ^{c,d}	0,15 ± 0,00 ^c	0,05 ± 0,00 ^a
13	0,32 ± 0,01 ^{d,e}	38,13 ± 0,35 ^d	0,41 ± 0,00 ^{a,b}	1,84 ± 0,18 ^{a,b}	53,29 ± 0,22 ^d	5,69 ± 0,04 ^{c,d}	0,08 ± 0,00 ^{b,c}	0,17 ± 0,01 ^b	0,04 ± 0,00 ^a

Valores expressos em g/100g de óleo. Média DP. Letras diferentes na mesma coluna indicam diferença significativa pelo teste de Tukey a 5%.

4.2.2 Compostos ativos

Ao todo foram possíveis detectar sete tipos de compostos ativos no óleo de amêndoa do pequi, sendo os maiores teores de esqualeno e estigmasterol. Os outros cinco compostos ativos encontrados são o β -sistosterol, octacosanol, γ -tocoferol, α -tocoferol. (tabela 5).

O esqualeno apresenta atividade antioxidante que podem prevenir vários tipos de câncer, e sua maior fonte está no óleo do fígado de alguns tubarões, no óleo de oliva (7 mg/g) e nas sementes de *Amaranthus* (5,64 mg/g). (BATISTA et al. 2014 e LI et al.2009). Neste estudo foi obtido um índice de 14219,82 mg/100g de esqualeno o que indica que foi superior ao encontrado em estudos anteriores.

Levando em consideração a grande preocupação recente com o meio ambiente e os animais, o óleo da amêndoa do pequi se torna uma excelente fonte de esqualeno tanto para a alimentação humana como para ser utilizado em medicamentos e fármacos.

Outro composto ativo encontrado em abundância no óleo da amêndoa do pequi foi o estigmasterol com 324,88 mg/100g. Em estudos realizados por Girardi, (2010) com erva-mate notou-se um índice de 212,08 mg/g de stigmasterol o que foi inferior aos dados obtidos neste experimento.

Em estudos realizados por Torres, (2016), onde-se obteve o óleo da amêndoa do pequi por prensagem a frito e artesanalmente os índices de stigmasterol também foram inferiores ao obtido neste trabalho. Neste mesmo estudo os índices de γ -tocoferol, α -tocoferol e β -sistosterol foram inferiores comparando aos índices obtidos neste trabalho.

Desta maneira, a extração supercrítica é uma excelente alternativa para extrair compostos ativos do óleo da amêndoa do pequi. Os mais altos índices extraídos foram nas condições de 150 bar de pressão, 333,15 K de temperatura e 3,50 g/min de vazão.

Comparando as quantidades obtidas de compostos ativos e ácidos graxos, podemos observar que os maiores índices obtidos foram nas temperaturas de 333,15 K e 3,50 g/m de vazão o que torna estas condições as melhores para extrair estes componentes no óleo da amêndoa do pequi.

Tabela 6: Resultado de compostos ativos no óleo da amêndoa do pequi extraído com CO₂ supercrítico.

Compostos ativos							
Experimento	Esqualeno	Y-Tocoferol	Octacosanol	α -Tocoferol	Estigmasterol	Triacantanol	β -Sistosterol
1	5032,05 \pm 59,04 ^f	9,17 \pm 0,12 ^e	27,59 \pm 0,15 ^d	11,92 \pm 0,14 ^{d,e}	133,92 \pm 1,64 ^d	12,99 \pm 0,12 ^c	35,96 \pm 2,92 ^{b,c}
2	14219,82 \pm 68,39 ^a	27,01 \pm 1,11 ^a	34,06 \pm 0,47 ^c	24,65 \pm 0,77 ^a	324,88 \pm 2,07 ^a	16,69 \pm 0,86 ^b	70,61 \pm 1,35 ^a
3	2972,47 \pm 1,62 ⁱ	9,26 \pm 0,05 ^e	9,89 \pm 0,30 ^g	9,25 \pm 0,87 ^{f,g,h}	90,48 \pm 2,92 ^h	5,56 \pm 0,03 ^f	25,68 \pm 1,14 ^{d,e,f}
4	3069,31 \pm 24,20 ⁱ	9,55 \pm 0,11 ^e	9,59 \pm 0,41 ^g	7,30 \pm 1,39 ^h	93,54 \pm 4,05 ^{g,h}	7,19 \pm 0,21 ^{e,f}	23,73 \pm 0,12 ^{d,e,f}
5	9021,06 \pm 198,23 ^b	18,59 \pm 1,04 ^{b,c}	36,91 \pm 2,88 ^c	14,80 \pm 0,57 ^{b,c}	197,97 \pm 0,52 ^b	16,85 \pm 1,13 ^b	38,18 \pm 0,63 ^b
6	6671,90 \pm 105,24 ^d	16,82 \pm 0,12 ^c	22,48 \pm 0,46 ^e	16,46 \pm 0,13 ^b	181,58 \pm 2,20 ^c	11,58 \pm 0,19 ^{c,d}	38,36 \pm 2,43 ^b
7	3756,2 \pm 81,36 ^h	10,94 \pm 0,26 ^{d,e}	10,99 \pm 0,27 ^{f,g}	14,00 \pm 0,79 ^{c,d}	103,97 \pm 1,99 ^{f,g}	5,80 \pm 0,21 ^{e,f}	20,60 \pm 0,77 ^f
8	2826,37 \pm 63,43 ⁱ	9,48 \pm 0,30 ^e	3,08 \pm 0,06 ^h	9,53 \pm 0,49 ^{e,f,g,h}	83,55 \pm 3,31 ^h	2,48 \pm 0,46 ^g	19,76 \pm 1,39 ^f
9	4225,7 \pm 135,21 ^g	12,04 \pm 0,78 ^d	20,73 \pm 0,67 ^e	9,99 \pm 0,19 ^{e,f,g}	119,50 \pm 0,33 ^e	10,36 \pm 0,19 ^d	24,05 \pm 2,27 ^{d,e,f}
10	3057,3 \pm 28,68 ⁱ	8,95 \pm 0,38 ^e	14,08 \pm 0,17 ^f	8,54 \pm 0,70 ^{g,h}	88,60 \pm 1,45 ^h	7,83 \pm 0,43 ^e	20,80 \pm 1,56 ^{e,f}
11	7076,92 \pm 45,31 ^c	18,99 \pm 0,01 ^b	40,65 \pm 0,44 ^b	16,53 \pm 0,39 ^b	185,65 \pm 0,37 ^c	18,82 \pm 1,03 ^b	39,18 \pm 2,52 ^b
12	5507,90 \pm 50,45 ^e	16,89 \pm 0,35 ^c	22,52 \pm 0,42 ^e	11,63 \pm 0,22 ^{d,e,f}	143,42 \pm 0,44 ^d	12,71 \pm 0,54 ^c	30,20 \pm 0,17 ^{c,d}
13	3848,6 \pm 157,25 ^h	11,97 \pm 0,29 ^d	48,77 \pm 1,00 ^a	8,37 \pm 0,07 ^{g,h}	113,37 \pm 4,75 ^{e,f}	23,58 \pm 0,54 ^a	27,22 \pm 0,66 ^{d,e}

Valores expressos em mg/100g de óleo. Média \pm DP. Letras diferentes na mesma coluna indicam diferença significativa pelo teste de Tukey a 5%.

5 CONCLUSÃO

A melhor condição de extração para o rendimento foi a pressão de 250 bar, temperatura de 318,15 K e vazão de 5 g/min. O que indica que maiores pressões e vazões obtém melhores rendimentos. O óleo de amêndoa do pequi possui grandes quantidades de squalene (14.219,82 mg/100g de óleo) e de stigmasterol (324,88 mg/100g de óleo), sendo que os mais altos índices extraídos foram nas condições de 150 bar de pressão, 333,15 K de temperatura e 3,50 g/min de vazão. As maiores concentrações de ácido graxo oleico (54,48 mg/100g de óleo) e ácido graxo galdoleico (40,56 mg/100g de óleo) foram extraídas a temperatura de 333,15 K, mostrando que esta foi a melhor temperatura para extração de ácidos graxos e compostos ativos utilizando CO₂ supercrítico.

6 REFERÊNCIAS

- ALVES, A.M.; Características físicas e nutricionais de pequis oriundos dos estados de Tocantins, Goiás e Minas Gerais. *Braz. J. Food tecnol*, v.17, n.3, p.198-203, 2014.
- BATISTA,I.; MARTINS, G.; PADILHA, M.; PAULO, M.C.; BANDARRA, N.M.; Produção de esqualeno e ácidos gordos polinsaturados por microrganismos do grupo dos Thraustochytrids. **Boletim de biotecnologia**, p. 44-46, 2014.
- BARRETO, R.C.; Fluidos supercríticos introdução e questionamento geral. **Universidade de São Paulo**, 2007.
- BRUNNER, G. **Gas Extraction: An Introduction to Fundamentals of Supercritical Fluids and the Application to Separation Processes**, vol. 4, Steinkopff, Darmstadt, Alemnha, , p. 387, 1994.
- CARRAZZA, L.R.; ÁVILA, J.C.C.; Manual tecnológico de aproveitamento integral do fruto do pequi (*Caryocar brasiliense*). Instituto Sociedade, População e Natureza (ISPN), v.2, 2010.
- COUTO, J.M.F.A, Obtenção do óleo de café defeituoso (PVA) empregando fluidos pressurizados. Universidade Estadual de Maringá, 2019.
- DEUS, T.N.; **Universidade Católica de Goiás**, 2008.
- FAVARETO, R. Study of the supercritical extraction of Pterodon fruits (Fabaceae). **The Journal of Supercritical Fluids**, v. 128, p.159–165, 2017.
- FEITOSA, T.C.; MENEZES, A.J.E.A.; HOMMA, A.K.O.; MATOS, G.B.; A importância do extrativismo do pequi na economia doméstica entre os agricultores do sudeste paraense. **XLIII Congresso da SOBER**, 2005.
- FERREIRA.S.L.C.; Box-Behnken design: An alternative for the optimization of analytical methods. **Analytica Chimica Acta** 597, p. 179–186, 2007.
- GIRARDI, J.S.; Avaliação da influência das condições de cultivo sobre os teores de compostos de interesse presentes nos extratos de erva-mate (*Ilex paraguariensis*) obtidos por CO₂ a altas pressões. **Universidade Federal de Santa Catarina**, 2010.
- GONÇALVES, R. M. et al. Comparing conventional and supercritical extraction of (-)-mammea A/BB and the antioxidant activity of calophyllum brasiliense extracts. **Molecules**, v. 18, n. 6, p. 6215–6229, 2013.

- LI, Q.; CHEN, G.Q.; FAN, K.W.; LU, F.P.; AKI, T. JIANG, Y. Screening and characterization of Squalene-Producing Thraustochytrids from Hong Kong Mangroves. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**. 2009
- LIMA, A.D.; SILVA, A.M.O.; TRINDADE, R.A.; TORRES, R.P.; FILHO, J.M.; Composição química e compostos bioativos presentes na polpa e na amêndoa do pequi (caryocar brasiliense, camb.). **Rev. Bras. Frutic.**, v. 29, n. 3, p. 695-698, 2007.
- LOPES, R.M.; SILVA, J.P.; VIEIRA, R.F.; SILVA, D.B.; GOMES, I.S.; COSTA, T.T.S.; Composição de ácidos graxos em polpa de frutas nativas do cerrado. **Rev. Bras. Frutic.**, v. 34, n. 2, p. 635-640, 2012
- MAIA, J.D.; ALICIEO, T.V.R.; Extração supercrítica aplicada a frutas – revisão. **Revista Inova Ciência & Tecnologia**, p. 36-48, v. 3, n. 2, 2017.
- MAUL, A.A.; WASICKY, R. BACCHI, E.M. Extração por fluido supercrítico. **Revista brasileira de farmacognosia**, v.05.1996.
- MELO, M.M.R.; SOLVESTRE, A.J.D.; SILVA, C.M. Supercritical fluid extraction of vegetable matrices: Applications, trends and future perspectives of a convincing green technology, **Journal of Supercritical Fluids** v. 92, p. 115–176, 2014.
- OLIVEIRA, E.N.A.; SANTOS, D.C.; MARTINS, J.B.; BEZERRA, L.C.N.M.; Obtenção e caracterização de margarina convencional e light à base de óleo de pequi. **Digital library of journals**, v. 29, n. 2, p. 293-304, 2011.
- OLIVEIRA, W.L.; SCARIOT, A.; Boas práticas de manejo para o extrativismo sustentável do pequi. **Embrapa - Recursos Genéticos e Biotecnologia e do Instituto Sociedade, População e Natureza – ISPN**, 2010.
- PAZ, J.G.; PACHECO, P.; SILVA, C.O.; PASCOAL, G. B.; Análise da composição nutricional e de parâmetros físico-químicos do pequi (caryocar brasiliense camb) in natura. **Linkania**, v.1, p.73-86, 2014.
- SILVA, R. P. F. F.; ROCHA-SANTOS, T. A. P.; DUARTE, A. C. Supercritical fluid Extraction of bioactive compounds. **Trends in Analytical Chemistry**, v. 76, p. 40-51, 2016.
- TORRES, L.R.O.; Avaliação físico-química de óleos da amêndoa do pequi (Caryocar Brasiliense Camb.) obtidos artesanalmente e por prensagem a frio e sua influência sobre marcadores bioquímicos, oxidativos e inflamatórios de ratos submetidos à toxicidades aguda por tetracloreto de carbono. **Universidade de São Paulo**, 2016.

TRENTINI, C. P. Oil extraction from macauba pulp using compressed propane. **The Journal of Supercritical Fluids**, v. 126, p. 72–78, 2017.

VERA, R. et al. Caracterização física de frutos do pequizeiro (*Caryocar brasiliense* Camb.) no Estado de Goiás. **Pesquisa Agropecuária Tropical**, v. 35, n. 2, p. 71-79, 2005.

ZELIOLI, I.A.M.; FREITAS, V. S.; RODRIGUES, R.A.F.; CABRAL, F. A.; Extração supercrítica de Espilantol em leito fixo a partir de jambu (*acmella oleracea* (j.) r.k. jansen) **XI Congresso brasileiro de engenharia química em iniciação científica**. Unicamp.2015.

