

Artigo

Avaliação dos Métodos de Extração Aplicados ao Bagaço de Laranja

Trevizani, A. C.; Maciel, P. M. R.; Souza, F. L. P.; Lazaro, L. C. C.; Leme, M. C.*

Rev. Virtual Quim., 2019, 11 (3), no prelo. Data de publicação na Web: 2 de abril de 2019

<http://rvq.sbq.org.br>

Evaluation of Extraction Methods Applied to Orange Bagasse

Abstract: Brazil is today the largest orange exporter in the world, with much of its production converted into juice, a transformation that generates a large amount of waste. The feasibility of the reuse of these wastes has been studied, whose essential oils and antioxidants are byproducts. Essential oils were extracted from steam distillation of plant parts and antioxidants are chemical compounds mainly obtained by solid-liquid extraction methods such as maceration, decoction, infusion and Soxhlet. After sampling, it can be inferred that steam distillation is an indicated method to obtain essential oil from the orange pulp and that infusion is the most suitable method to extract antioxidants from these residues.

Keywords: Essential oil; orange; distillation; extraction.

Resumo

O Brasil é hoje o maior exportador de laranja do mundo, tendo grande parte da sua produção convertida em suco, transformação que gera grande quantidade de resíduos. Foi estudada a viabilidade da reutilização desses resíduos, que têm como subprodutos óleos essenciais e antioxidantes. Os óleos essenciais foram extraídos da destilação por arraste de vapor de partes dos vegetais e os antioxidantes são compostos químicos obtidos principalmente pelos métodos de extração sólido-líquido, como maceração, decocção, infusão e Soxhlet. Realizada a amostragem, pôde-se inferir que a destilação por arraste de vapor é um método indicado para obtenção de óleo essencial a partir da polpa da laranja e que a Infusão é o método mais indicado para extrair antioxidantes destes resíduos.

Palavras-chave: Óleo essencial; laranja; destilação; extração.

* Universidade Estadual Paulista "Julio Mesquita Filho", Departamento de Energia na Agricultura, Fazenda Lageado, Rua José Barbosa de Barros 1780, CEP 18610-307, Botucatu-SP, Brasil.

✉ mateus.leme93@gmail.com

DOI:

Avaliação dos Métodos de Extração Aplicados ao Bagaço de Laranja

Aline Cristina Trevizani,^a Patricia Mendonça Ribeiro Maciel,^a Flávia Luize Pereira de Souza,^b Lais Carine Candido Lazaro,^b Mateus de Campos Leme^b

^a Universidade Federal de Alfenas, Campus Avançado de Poços de Caldas, Rodovia José Aurélio Vilela 11999. Cidade Universitária, CEP 37715-400, Poços de Caldas-MG, Brasil.

^b Universidade Estadual Paulista “Julio Mesquita Filho”, Departamento de Energia na Agricultura, Fazenda Lageado, Rua José Barbosa de Barros 1780, CEP 18610-307, Botucatu-SP, Brasil

* mateus.leme93@gmail.com

Recebido em 17 de julho de 2018. Aceito para publicação em 28 de fevereiro de 2019

1. Introdução
2. Objetivo
3. Materiais e Métodos
 - 3.1. Extração do óleo essencial
 - 3.2. Constituintes fixos
 - 3.3. Cromatografia em camada delgada
4. Resultados e Discussão
 - 4.1. Destilação por arraste de vapor
 - 4.2. Extrações
 - 4.3. Cromatografia
5. Conclusão

1. Introdução

A produção de citros e exportação de suco de laranja tem se destacado no Brasil ao longo dos anos.¹ Atualmente, o país se destaca como o maior produtor mundial de laranja, sendo a produção em 2017 de 18,7 milhões de toneladas. O estado de São Paulo representa a maior região produtora do país com 14,3 milhões de toneladas.²

Cerca de 34 % da produção mundial é convertida em suco, entretanto, ao considerar os grandes países produtores como Brasil e Estados Unidos, esse número pode chegar a 96 %. Essa produção gera uma grande quantidade de resíduos, muitas vezes descartado pelas indústrias, representando a metade do peso da fruta e com uma umidade aproximada de 82 %³ e pode representar uma fonte de contaminação ao ambiente, caso o descarte seja feito de modo incorreto.

Esses resíduos, normalmente casca, semente, bagaço e polpa, são ricos em compostos bioativos como, ácidos orgânicos, açúcares, compostos fenólicos, além de vitaminas (C, A, e algumas do complexo B) e sais minerais (cálcio, potássio, sódio, fosforo e ferro).⁴

Com isso se faz necessária uma investigação científica e tecnológica a fim de possibilitar o reaproveitamento dos resíduos agroindustriais. Atualmente, existe uma atenção maior voltada à utilização eficaz dos resíduos. Assim, muitos bioprocessos progridem no emprego deles nas agroindústrias. Vários estudos têm proposto outras formas de utilização para os resíduos do processamento da laranja, como os insumos na indústria de alimentos, bebidas, cosméticos e perfumes, incluindo a obtenção de fertilizantes orgânicos, pectina, óleos essenciais, compostos com atividade antioxidante e diversas enzimas. Contudo as utilizações possuem um valor comercial expressivo.³

2. Objetivo

O trabalho teve como objetivo avaliar a eficiência dos métodos de extração de óleos essenciais e antioxidantes presentes nos resíduos de laranja.

3. Materiais e Métodos

A parte experimental foi realizada no laboratório 2 do curso de engenharia química

na Universidade Federal de Alfenas, câmpus Poços de Caldas – MG, em Junho de 2017. As laranjas utilizadas foram obtidas de uma lanchonete localizada em Poços de Caldas, onde existe uma pequena produção de suco de laranja diária, e são utilizadas laranjas maduras. Os resíduos foram coletados e mantidos em refrigeração constante.

3.1. Extração do óleo essencial

A obtenção do óleo essencial da laranja foi feita por arraste de vapor d'água, utilizando materiais, reagente e vidrarias (Tabela 1).

3.1.1. Procedimento experimental

Foram inseridos 5 cacos de porcelana no balão de fundo redondo (250 mL) e 5 g do material vegetal, completando com água até cerca de 2/3 do volume do frasco. O sistema de destilação foi montado e em seguida a massa do material utilizado foi anotado. Inserido o termômetro e iniciou-se o aquecimento da solução até a ebulição, (período acompanhando). Após a leitura do termômetro foi retirada a substância destilada da proveta.

Tabela 1. Materiais para Destilação por arraste de vapor

Materiais	Reagentes	Vidrarias
Espátula	200 mL de água	Balão de fundo redondo de 250 mL
2 garras		Adaptador de termômetro
Mangueira para manta aquecedora		1 Béquer de 250 mL
Mufa		Cabeça de destilação
Plataforma elevatória		Condensador de tubo reto
Rolha		Proveta de 100 mL
2 suportes universais		Funil

Fonte: Do autor

3.2. Constituintes fixos

decoção e Soxhlet (extrações a quente) foram os métodos utilizados para a extração dos constituintes fixos da laranja (Tabela 2).

A maceração (extração a frio), infusão,

Tabela 2. Materiais necessários para a realização das extrações

Materiais	Reagentes	Vidrarias
Argola Balança analítica	200 mL de etanol	Balão de fundo redondo de 250 mL
1 espátula		1 bastão de vidro
Manta de aquecimento		1 Béquer de 250 mL
Papel de filtro		Béquer de 50 ou 100 mL
Suporte universal		Condensador de refluxo
Grampeador		1 erlenmeyer de 250 mL
Mangueiras (para o condensador)		Funil
Resíduo de Laranja		Pedras de porcelana
Tela de amianto		1 proveta de 250 mL
Garra		1 vidro de relógio grande

Fonte: Do autor

3.2.1. Procedimento experimental

Foram utilizados 4 métodos, extração por maceração, infusão, decoção e Soxhlet. Em todos os métodos foram utilizadas amostras de 10g.

Na extração por maceração as amostras foram adicionadas à um béquer de 250 mL com 200 mL de etanol e depois de tampado permaneceu em repouso por 2 dias. Em seguida, foi realizada uma filtração por gravidade, onde previamente o papel de filtro foi pesado sem o material, a fim de quantificar a quantidade de material obtida

após a filtração. Após a filtração o papel filtro com o material vegetal foi colocado em um béquer pequeno para secagem em rotaevaporador. Por fim, o papel filtro foi pesado com o material seco.

Na extração por infusão depositou-se em um béquer de 250 mL a quantidade pesada. 200 mL de etanol foram aquecidos, até a ebulição, em uma manta de aquecimento, e o etanol foi depositado no béquer contendo o material vegetal. O frasco tampado foi colocado sobre a tela de amianto por 10 minutos. O papel de filtro foi pesado e a mistura foi filtrada por gravidade utilizando um Erlenmeyer e em seguida foi seco em rotaevaporador. Após a secagem o papel de filtro com o material vegetal seco foi pesado.

Na extração por decocção as amostras foram adicionadas em um béquer de 250 mL junto a 200 mL de etanol sendo então aquecidas em uma manta de aquecimento até o ponto de ebulição. Após aproximadamente 12 minutos, as amostras foram retiradas da manta de aquecimento e acondicionadas em tela de amianto por 10 minutos. Em seguida, a mistura foi filtrada por gravidade, utilizando um papel filtro previamente pesado. O papel filtro foi secado em rotaevaporador e após a secagem o mesmo foi pesado com o material vegetal seco.

Para extração por Soxhlet, primeiramente o papel de filtro foi pesado e anotada sua massa. O papel de filtro foi dobrado, formando um cartucho. As amostras de material foram picadas e colocadas dentro dos cartuchos. O cartucho foi pesado com o material vegetal e anotada a massa. O cartucho foi grampeado e com o auxílio de um bastão de vidro foi inserido no extrator de Soxhlet.

Montado o equipamento, foi utilizado um suporte universal e uma garra como apoio. Em um balão de fundo redondo de 250 mL, foram colocados 200 mL de etanol juntamente com 5 cacos de porcelana. Foram conectadas corretamente as mangueiras no condensador de bolas e foi aberta

lentamente a torneira. O frasco foi colocado sobre a manta aquecedora e conectado ao sistema. Em seguida, a manta de aquecimento foi ligada em temperatura branda e após 4 refluxos, foi desligado o sistema para o resfriamento. Por fim, o cartucho foi inserido em um béquer, devidamente identificado, e foi secado no rotaevaporador. Depois de seco, o cartucho foi novamente pesado.

3.3. Cromatografia em camada delgada

No intuito de analisar qualitativamente os extratos, foi realizada a análise de cromatografia em camada delgada, tal procedimento é um método físico-químico de separação dos componentes de uma mistura, que é realizada através da distribuição de tais componentes entre duas fases.⁵

A amostra seca dos extratos foi dissolvida em metanol na concentração 500 µg mL⁻¹ e, em seguida, estas foram aplicadas a uma placa cromatográfica, constituída por uma folha de alumínio revestida por uma fina camada de material adsorvente (sílica gel - 60), a qual é chamada de fase estacionária. Depois de aplicada a amostra nas placas com o auxílio de um capilar. Após a polarização da amostra, observou-se a eluição do solvente.

4. Resultados e Discussão

4.1. Destilação por arraste de vapor

Como o produto objetivado da destilação era o óleo essencial, foi utilizada a extração líquido-líquido com tetracloreto de carbono, pois o método separa o óleo essencial que estava anteriormente em fase aquosa. Obtendo-se assim os volumes na destilação, material incolor, por arraste de vapor e o volume de óleo resultante da extração líquido-líquido (Tabela 3).

Tabela 3. Dados obtidos para os óleos essenciais

Destilação	Volume de destilado (mL)	Volume de óleo (mL)
1	55	1
2	50	1
3	48	0
4	50	1
5	45	0
6	56	3
7	55	1
8	50	2
9	48	1
10	49	1
11	55	2
12	40	2

Fonte: Do autor

Os resíduos sólidos obtidos pelas destilações (Figura 1) apresentavam um alto teor de umidade, sendo necessário a realizar uma filtração por gravidade seguida de uma

filtração a vácuo, a fim de remover a maior quantidade possível de água presente no resíduo.



Figura 1. Resíduos das destilações por arraste de vapor. Fonte: Do autor

Durante o processo experimental, observou-se que a massa de resíduo ao final das destilações era inferior as 10 gramas

iniciais pesadas. Ou seja, as massas dos resíduos vegetais eram insuficientes para concluir as quatro extrações em triplicata.

Dessa forma, para testar a eficiência dos resíduos, foi feita apenas uma vez cada extração para obtenção das massas (Tabela 4).

Tabela 4. Tabela com as massas resultantes das extrações e eficiência obtida

EXTRAÇÕES COM RESÍDUO DA DESTILAÇÃO				
	Infusão	Decocção	Maceração	Soxlet
Massa (g)	0,3975	0,096	0,0867	0,0392
Eficiência (%)	3,7571	3,7571	3,7571	3,7571

Fonte: Do autor

Os métodos mais eficientes para produção de oxidantes são analisados pelo comparativo da eficiência *versus* massa média de resíduo empregado (Figura 2).

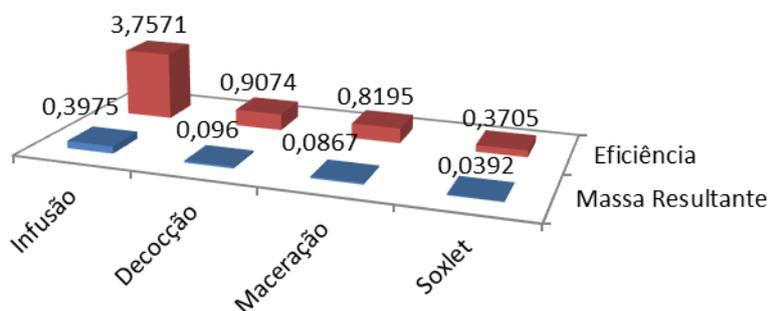


Figura 2. Resultado das extrações com resíduos da destilação

4.2. Extrações

As extrações foram feitas em triplicata e com resíduo vegetal puro (sem passar pelo

processo de destilação). Com as extrações concluídas e o solvente evaporado no rotaevaporador, a massa obtida foi pesada (Tabela 5).

Tabela 5. Resultado das extrações em gramas

EXTRAÇÕES COM RESÍDUO PURO				
	Infusão	Decocção	Maceração	Soxlet
1 (g)	0,8664	0,5982	0,2682	0,1703
2 (g)	0,9409	0,6695	0,2714	0,1906
3 (g)	1,0696	0,1863	0,8833	0,1258
Média (g)	0,9409	0,5982	0,2714	0,1703
Eficiência (%)	9,2245	6,0424	2,635	1,8511

Fonte: Do autor

A eficiência foi calculada pela divisão entre massa média obtida e a massa média de resíduo de laranja empregado.

Os resultados mostram diferenças significativas entre os métodos propostos para extração. Na primeira parte onde o resultado foi proveniente do material vindo da destilação por arraste de vapor, nota-se maior eficiência no procedimento da infusão.

Com o resíduo puro, retirado diretamente das laranjas analisadas, obteve-se o resultado similar ao verificado na primeira parte, sendo também a Infusão o método mais eficiente.

Para as duas fases do experimento tanto o método por infusão e o método por decocção foram apontados com maior eficácia e estes sendo métodos à quente, pode ser que a circulação do solvente através da amostra nesses casos melhor em altas temperaturas facilitada pela temperatura.

Em ambos os casos, o método por soxhlet teve a menor eficiência entre eles, embora a seja um método relativamente eficiente pois o solvente sempre se renova ao passar pelo material vegetal, mas alguns fatores podem

impactaram. Pode-se justificar esse resultado pela influência de algumas condições do sistema, como: número de reciclos do aparelho soxlet, teor de umidade presente da amostra em cartucho (pois a umidade dificulta a penetração do solvente), temperatura do conjunto e a natureza do líquido extrator.

A decocção mostrou-se inferior à infusão devido à possíveis influências do aquecimento.

4.3. Cromatografia

Com a finalidade de avaliar os antioxidantes extraídos, as amostras passaram pela análise cromatográfica. A cromatografia de camada delgada (CDD) é um método qualitativo que se caracteriza por separar os compostos de uma amostra com base na sua polaridade como mostram os resultados (Figura 3).

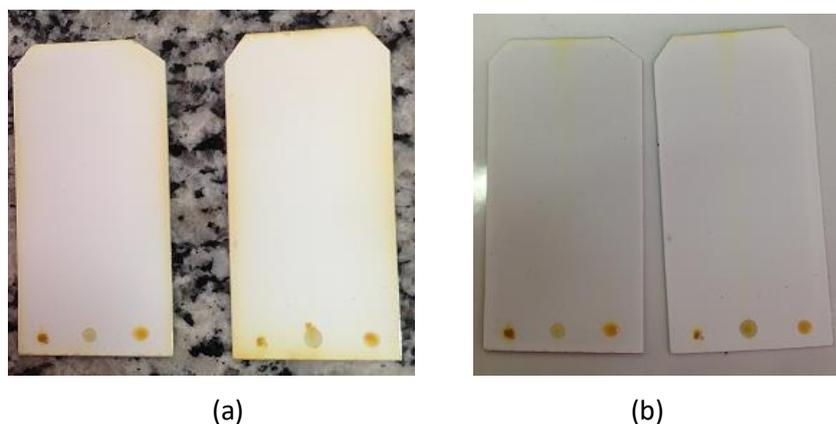


Figura 3. (a) CDD para as amostras de antioxidantes extraídos da decocção e Soxhlet, e (b) CDD para as amostras de antioxidantes extraídos da infusão e maceração, utilizando acetado de etila 8:2 acetona como fase móvel. Fonte: Do autor

Através da Cromatografia, foi possível perceber que, mesmo com a utilização de um revelador químico (iodo), pouco ou quase nenhum componente foi arrastado. É possível notar que ocorreu um arraste único

(Figura 3 (b)), o que caracteriza a afinidade do componente arrastado pela fase móvel.

5. Conclusão

Atesta-se, pelas técnicas experimentais empregadas, que é possível extrair do resíduo (polpa) de laranja após sua utilização em sucos: óleo essencial e extratos ricos em antioxidantes. Essa operação mostra-se simples, entretanto faz-se necessário uma minuciosa execução, de modo a se obter resultados com maiores eficiências.

Assim, conclui-se que os vegetais que possuem óleos voláteis podem tornar-se matéria prima para extração de óleos essenciais. Tal matéria prima pode ser facilmente obtida pela polpa de laranja. O método de destilação por arraste de vapor apresentou-se mais eficiente na produção dos óleos, que podem ser utilizados em indústrias farmacêuticas e cosméticas, entre outras.

O extrato obtido, rico em antioxidantes, pode ser proveniente tanto do vegetal passado pela destilação como pelo vegetal puro. Ambas as fontes de material são notavelmente mais eficientes pela infusão.

Referências Bibliográficas

- ¹ Silva, A. C. R.; de Almeida, G. M.; Lobato, W. T. S.; Almeida, F. S. S.; de Souza, A. A. S.; Vidal, D. J. F.; Lima, E. S. F.; Pereira, W. C. Estudo da produção de laranja: detecção de características regionais com modelos de shift-share e derivada na região norte. *Agroecossistemas* **2017**, *9*, 164. [[Link](#)]
- ² IBGE. Levantamento sistemático da produção agrícola. **2017**, *12*, 12. [[Link](#)]
- ³ Alexandrino, A. M.; Souza, C. J. M. Aproveitamento do resíduo de laranja para a produção de enzimas lignocelulolíticas por *Pleurotus ostreatus*. *Ciência e Tecnologia de Alimentos* **2007**, *27*, 364. [[CrossRef](#)]
- ⁴ Nascimento, W.; Franco, C. R. Avaliação do Potencial dos Resíduos Produzidos Através do Processamento Agroindustrial no Brasil. *Revista Virtual de Química* **2015**, *7*, 1968. [[CrossRef](#)]
- ⁵ Collins, S. R.; Schuldiner, M.; Krogan, N.J.; Weissman, J. S. A strategy for extracting and analyzing large-scale quantitative epistatic interaction data. *Genome Biology* **2006**, *7*, R63. [[CrossRef](#)] [[PubMed](#)]