

UNIVERSIDADE SÃO JUDAS TADEU

ADRIANA GUGLIELMI RANIERI MIRANDA

FRANCISCO JEFFERSON CARDOSO

JULIA PEREIRA

MATHEUS MARQUES POLIZEL

**EXTRAÇÃO E ANÁLISE DE ÓLEOS ESSENCIAIS  
PROVENIENTES DA MADEIRA DA ÁRVORE DE LARANJEIRA  
(*CITRUS SINENSIS*)**

São Paulo

2022

UNIVERSIDADE SÃO JUDAS TADEU

ADRIANA GUGLIELMI RANIERI MIRANDA

FRANCISCO JEFFERSON CARDOSO

JULIA PEREIRA

MATHEUS MARQUES POLIZEL

**EXTRAÇÃO E ANÁLISE DE ÓLEOS ESSENCIAIS  
PROVENIENTES DA MADEIRA DA ÁRVORE DE LARANJEIRA  
(*CITRUS SINENSIS*)**

Trabalho apresentado à Universidade como  
requisito parcial para obter o título de  
Engenheiro(a) Químico(a).

Orientador: Prof. Dr. Renan Pícolo Salvador

São Paulo

2022

## RESUMO

A capacidade química, que é a presença de extrativos, da madeira de laranjeira, *Citrus sinensis*, pode permitir sua exploração como matéria prima para a extração de compostos orgânicos via método de Soxhlet. Deve-se realizar caracterizações, como cor e aspecto, cromatografia em papel e espectrofotometria, para maior entendimento das propriedades deste extrato. No presente trabalho, foram encontradas semelhanças de cor e aspecto, na cromatografia em papel e nas curvas de espectrofotometria das amostras extraídas com as amostras de controle, o que pode indicar características análogas aos óleos essenciais comercializados. A partir deste ideal, extrações com técnicas diferentes e métodos de análise mais profundos podem ser realizados para um entendimento mais amplo, bem como a criação de suposições para aplicações industriais para estes compostos.

**Palavras-chave:** Madeira; *Citrus sinensis*; Óleo essencial; Extração; Caracterização.

## ABSTRACT

The chemical capacity, which is the presence of extractives, of orange tree wood, *Citrus sinensis*, may allow its exploitation as a raw material for the extraction of organic compounds via the Soxhlet method. Characterizations, such as color and aspect, paper chromatography and spectrophotometry, should be carried out for a better understanding of the properties of this extract. In the present work, similarities in color and appearance were found in the paper chromatography and in the spectrophotometry curves of the samples extracted with the control samples, which may indicate similar characteristics to the commercialized essential oils. From this ideal, extractions with different techniques and deeper analysis methods can be performed for a broader understanding, as well as the creation of assumptions for industrial applications for these compounds.

**Keywords:** Wood; *Citrus sinensis*; Essential oil; Extraction; Description.

# Sumário

<b>1. Introdução</b> .....	4
<b>1.1. Justificativa</b> .....	5
<b>1.2. Objetivos</b> .....	7
<b>1.2.1. Objetivo geral</b> .....	7
<b>1.2.2. Objetivos específicos</b> .....	7
<b>2. Revisão Bibliográfica</b> .....	8
<b>2.1. Óleos Essenciais e sua Composição Química</b> .....	8
<b>2.2. Técnicas de Extração</b> .....	9
<b>2.2.1. Ramo Industrial</b> .....	9
<b>2.2.2. Método de Soxhlet</b> .....	10
<b>2.3. Métodos de caracterização do extrato</b> .....	11
<b>2.3.1. Cor e Aspecto</b> .....	12
<b>2.3.2. Cromatografia em Papel</b> .....	12
<b>2.3.3. Espectrometria UV-Vis</b> .....	13
<b>3. Materiais e Métodos</b> .....	15
<b>3.1. Extração via arraste a vapor</b> .....	15
<b>3.2. Extração via Soxhlet</b> .....	17
<b>3.3. Métodos de caracterização</b> .....	20
<b>3.3.1. Cor e aspecto</b> .....	20
<b>3.3.2. Cromatografia em papel</b> .....	20
<b>3.3.3. Espectrofotometria UV-VIS Digital</b> .....	20
<b>4. Resultados e discussões</b> .....	23
<b>4.1. Resultados das extrações via Soxhlet</b> .....	23
<b>4.2. Análise de cor e aspecto</b> .....	24
<b>4.3. Cromatografia em Papel</b> .....	25
<b>4.4. Curvas construídas via espectrofotometria UV-Vis</b> .....	29
<b>5. Conclusões</b> .....	36
<b>6. Referências</b> .....	37

# 1. Introdução

Considerando a diminuição dos impactos ambientais, mostra-se cada vez mais necessário o foco na maximização do reaproveitamento de resíduos. Dessa forma, a produção de óleos essenciais a partir destes se mostra uma oportunidade de valorização e criação de produtos de interesse econômico e ambiental (FERNANDES *et al.*, 2011).

Óleos essenciais são conhecidos popularmente por seu aroma agradável. São misturas homogêneas de substâncias orgânicas da família dos terpenos. Possuem densidade menor do que a da água, mas viscosidade maior. Sua cor pode variar do incolor ao amarelo, dependendo da matéria prima (CERPA; VALLADOLID, 2007).

A composição de um óleo essencial depende da genética da planta do qual ele será extraído. Essa propriedade é denominada quimiotipo. Este se altera dependendo de fatores externos, como a localização que impacta no clima e nos nutrientes disponíveis no solo. Fatores internos também causam alterações, assim, o óleo varia de acordo com a parte da planta de que é extraído (SILVESTRE; PAULETTI, 2019).

Os principais métodos utilizados para extração são: arraste a vapor, hidrodestilação, extração com solventes orgânicos e prensagem. Os meios variam de acordo com a matéria prima utilizada (JAKIEMIU, 2008).

A extração de óleos essenciais pode ser realizada das mais variadas espécies de plantas. Destas, podem ser aproveitadas desde os frutos e folhas até a casca e o próprio caule. Em frutos cítricos há uma grande concentração de óleos essenciais, chegando a mais de 3%, comercialmente obtido como subproduto da produção de sucos e alimentos. A propriedade que permite essa extração se deve a presença de compostos químicos voláteis nessa biomassa (CASSEL *et al.*, 2009; FERNANDES *et al.*, 2011).

As plantas do grupo conhecido como Citrus, como variadas espécies de limão e laranja, apresentam óleos essenciais amplamente utilizados. Os usos variam desde aplicações em aromaterapia, cosméticos e práticas estéticas até alimentos e antibactericidas (SILVESTRE; PAULETTI, 2019; YUSOFF *et al.*, 2011).

A técnica de arraste a vapor se mostra efetiva para extração em componentes dessas árvores por conta da densidade dos voláteis ser menor do que a da água. Estes são arrastados pela corrente de vapor. A hidrodestilação funciona de forma análoga, com a

diferença de que nesta a biomassa está em contato também com a água em ebulição, e não só o vapor. Extrair com solventes orgânicos tem a desvantagem da presença de resíduos no produto final, o que impede sua aplicação comercial. O método de prensagem é mais físico, utilizado geralmente nas cascas desses frutos (SILVESTRE; PAULETTI, 2019).

Já na extração pelo método de Soxhlet usa-se um solvente em um aparato que permite sua recirculação, o que promove um contato prolongado do solvente com a amostra, aumentando o rendimento da extração (BARETTA, *et al.*, 2016).

A fruta mais plantada no Brasil é a laranja, que ocupa 50% da produção no mundo. Sua casca é um resíduo descartado em enorme volume, o que o torna uma possível boa fonte de matéria prima para extração. Esse processo teria grande retorno comercial e ambiental, pelo do custo reduzido e do reaproveitamento de resíduos, respectivamente (AGOSTI, 2013).

Portanto, o presente trabalho visa avaliar a viabilidade do processo de extração do óleo essencial a partir da madeira da laranjeira via arraste a vapor. Considerando a simplicidade, o curto tempo de residência, e a economia apresentada por esse processo, o mesmo se mostra uma ótima escolha. Ressalta-se que, por conta do exposto, o processo tem resultados muito satisfatórios desde escala laboratorial e piloto até escala industrial (FERNANDES, *et al.* 2011) .

## **1.1. Justificativa**

Referente à produção de laranja, o Brasil ocupa uma posição de destaque no mundo, concentrando 22% da produção mundial, como visto na figura 1. Segundo a prospecção da FAO (Food and Agriculture Organization) em 2019, durante o ano de 2020 a produção mundial seria de 75,5 milhões de toneladas, destas, 16,7 milhões de toneladas seriam produzidas em solo brasileiro (FAO, 2020).

## Participação dos principais países na produção mundial de laranjas em 2020

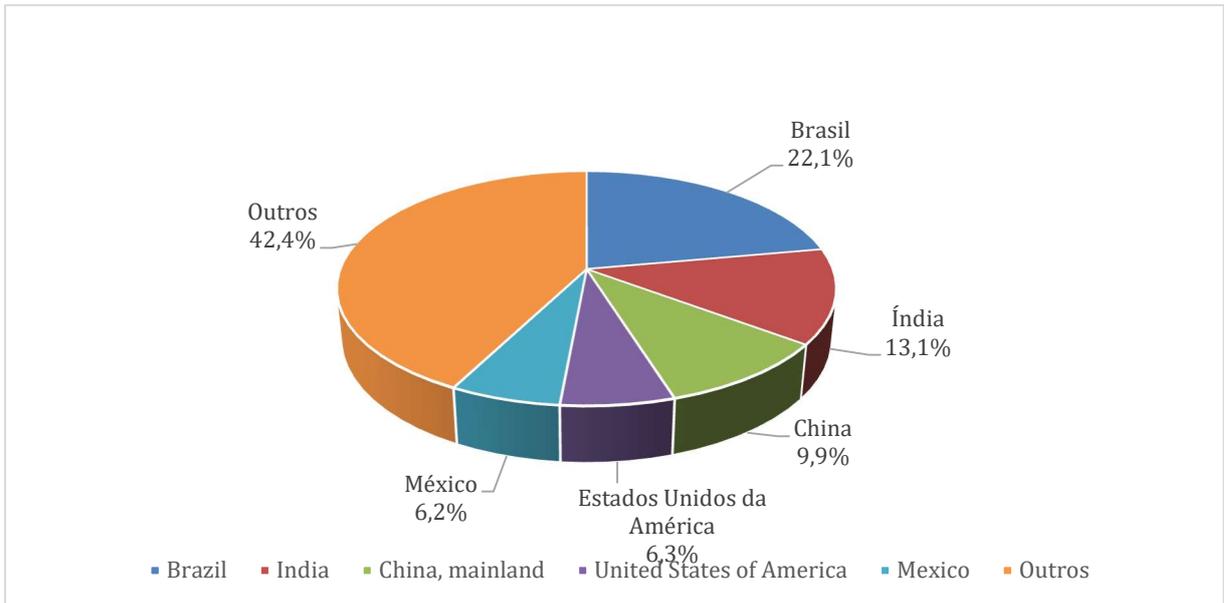


Figura 1: Adaptado de FAO, 2019.

De acordo com o IBGE (Instituto Brasileiro de Geografia e Estatística), em 2020 o estado de São Paulo concentrou 77,5% dessa produção nacional: cerca de aproximadamente 13 milhões de toneladas, como ilustrado na figura 2.

## Principais estados produtores de laranja no Brasil em 2020

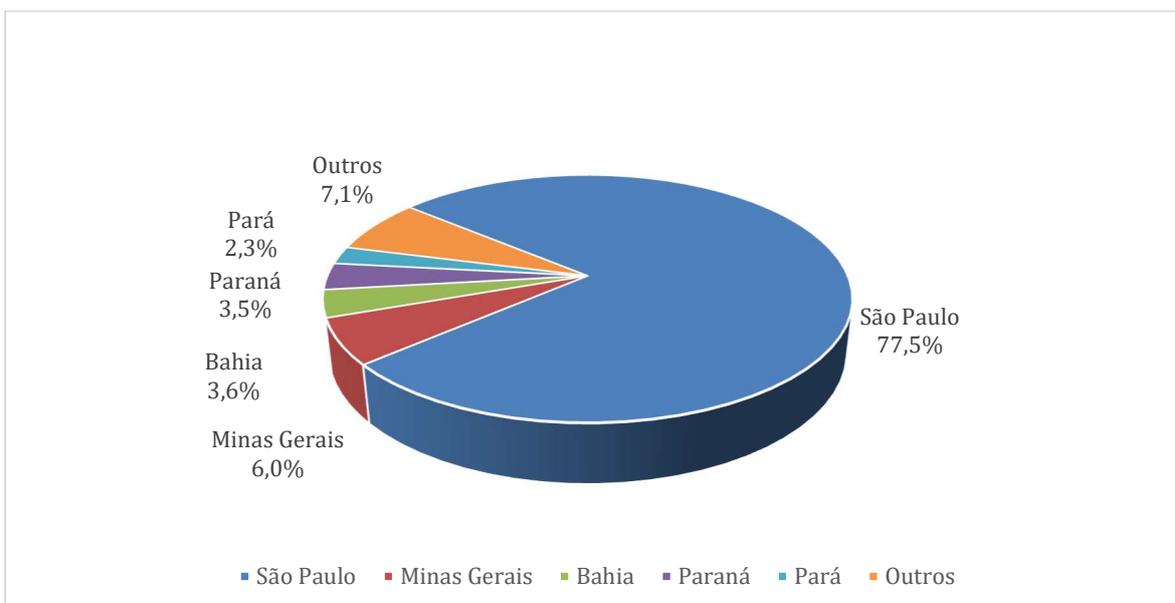


Figura 2: Adaptado de IBGE - Produção Agrícola Municipal, 2020

De acordo com a EMBRAPA (Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária), por conta do extenso volume de produção vários cuidados devem ser tomados, como o preparo do solo, a proliferação de pragas, aplicação de pesticidas e podas recorrentes.

O preparo do solo e das mudas é essencial para o rejuvenescimento, melhorando a produção em caso de pomares antigos ou de algum fator externo. A poda aplicada na laranja seleciona poucos ramos que permanecerão e remove os outros. Cortes mais agressivos devem ser realizados no inverno. (FACHINELLO, *et al*, 2007).

Essa madeira dos galhos e caules residuais das podas seriam uma fonte de matéria prima de alta disponibilidade, por conta da extensa área de produção, que foi de 362,7 mil hectares em 2020 (IBGE, 2020). Uma matéria prima abundante e que seria descartada tenderia a apresentar baixo custo de obtenção.

Pressupõe-se que o óleo extraído desta matéria prima possa ser aplicado na produção de cosméticos e alimentos caso apresente características próximas as dos outros óleos extraídos de outras partes da árvore de laranjeira, como os ramos finos, folhas e flores que são amplamente utilizados na indústria.

## **1.2.Objetivos**

### **1.2.1. Objetivo geral**

Este trabalho tem a finalidade de avaliar a possibilidade de extração de óleos essenciais a partir da madeira da laranjeira, *Citrus sinensis*. Assim, o mesmo foi estruturado em fases definidas conforme os objetivos específicos descritos a seguir:

### **1.2.2. Objetivos específicos**

- 1.2.2.1. Identificar parâmetros e caracterizar propriedades da matéria prima;
- 1.2.2.2. Especificar o processo de extração via arraste a vapor e via soxhlet e o comportamento dos mesmos na extração do óleo essencial a partir da madeira;
- 1.2.2.3. Caracterizar e avaliar comparativamente as propriedades da substância extraída com as de substâncias comercializadas a fim de estimar possíveis aplicações.

## 2. Revisão Bibliográfica

### 2.1. Óleos Essenciais e sua Composição Química

A definição de plantas aromáticas se deve a sua capacidade de resultar em um óleo essencial após ser submetida a um processo. Estas, são excelentes fontes de matérias primas para a extração de óleos essenciais. A variabilidade genética faz com que haja inúmeras possibilidades de aplicação dos extratos. Essa genética varia de espécie para espécie, bem como de diferentes partes de uma mesma planta (STEFFENS, 2010; MARTINS *et al.*, 2017).

Os óleos extraídos destas plantas possuem características particulares. Apresentam odor marcante e cor levemente amarela, têm densidade menor que a água, se mantem no estado líquido em temperatura ambiente, são imiscíveis em água, mas miscíveis em solventes orgânicos. Isso se deve a combinação de diferentes substâncias voláteis que formam esse extrato. Os terpenos são os compostos mais presentes neste meio (FIGUEIREDO; BARROSO, 2007).

Na fração volátil dos óleos provenientes de frutos de plantas cítricas temos monoterpenos e sesquiterpenos, derivados oxigenados destes terpenos, álcoois alifáticos, ésteres e aldeídos. Alguns outros compostos aparecem em menor quantidade, como  $\alpha$  e  $\beta$ -pineno,  $\gamma$ -terpineno e mirceno. Os teores das substâncias citadas variam de acordo com a espécie da planta que gerou o fruto e até com o estágio de desenvolvimento do mesmo (FIGUEIREDO; BARROSO, 2007; SIMAS *et al.*, 2015).

Compostos químicos presentes em uma parte de uma planta, como nos frutos, nem sempre são encontrados apenas nesta dita parte, podendo aparecer em outras, mesmo que em diferentes concentrações. Pode-se encontrar indícios da composição química de frutos ao extrair e analisar a composição química da madeira da árvore, por exemplo (GOTTLIEB *et al.*, 1981).

## **2.2. Técnicas de Extração**

Os óleos essenciais podem ser utilizados em sínteses químicas ou como novos materiais, para uso científico ou comercial, tendo sua extração suficiente para este propósito.

Existem diversos métodos de extração para isolar óleos essenciais de plantas aromáticas, tais como hidrodestilação, destilação a vapor, extração por solventes orgânicos, extração com fluido supercrítico, entre outros (SERAFINI *et al.*, 2002).

A extração de arraste por vapor de água em aparelho de Clevenger é um dos processos mais simples e mais utilizados (WILLIAMS, 1996).

Os métodos comumente utilizados para isolar os óleos essenciais na indústria são a destilação a vapor e a extração com solventes; porém, a extração com fluidos supercríticos também tem sido empregada industrialmente (SERAFINI *et al.*, 2002).

### **2.2.1. Ramo Industrial**

O ramo industrial possui preferência pelo procedimento utilizando vapor de água, onde a amostra é colocada em um recipiente e o vapor de água ali injetado, decorre de um gerador próprio, independente (WILLIAMS, 1996).

O projeto de equipamentos de processo é um fator importante para a planta industrial de obtenção de óleos essenciais obter o melhor custo-benefício dos seus recursos durante sua produção. No método de extração via a vapor, é necessário intercalar e testar bem os experimentos realizados em escala laboratorial e produção piloto para só assim, verificar os melhores equipamentos e processos, buscando o menor custo de fabricação e a melhor qualidade de produto (BANDONI, 2003). Equipamento tradicional de destilação a vapor d'água Fonte: (BANDONI, 2003)

Um dos primeiros fatores a se considerar para a construção de uma planta de destilação será a sua localização e o tamanho das instalações. Em relação à localização, deverá considerar que o movimento de biomassa a se destilar influi particularmente no processo, por se desprezar grandes volumes de materiais em pouco tempo. Por este motivo, as instalações devem ser construídas o mais perto possível das fontes do material vegetal. Esta alternativa nem sempre é a melhor, pois é necessário levar em conta o

fornecimento dos insumos imprescindíveis como o combustível e a água. A necessidade de uma linha de gás e de lenha e, especialmente, a obtenção de água de qualidade e quantidade necessárias podem ser fatores decisivos para fixar o lugar do empreendimento. Deve-se analisar a infraestrutura existente ao acesso e caminhos para os centros de comercialização.

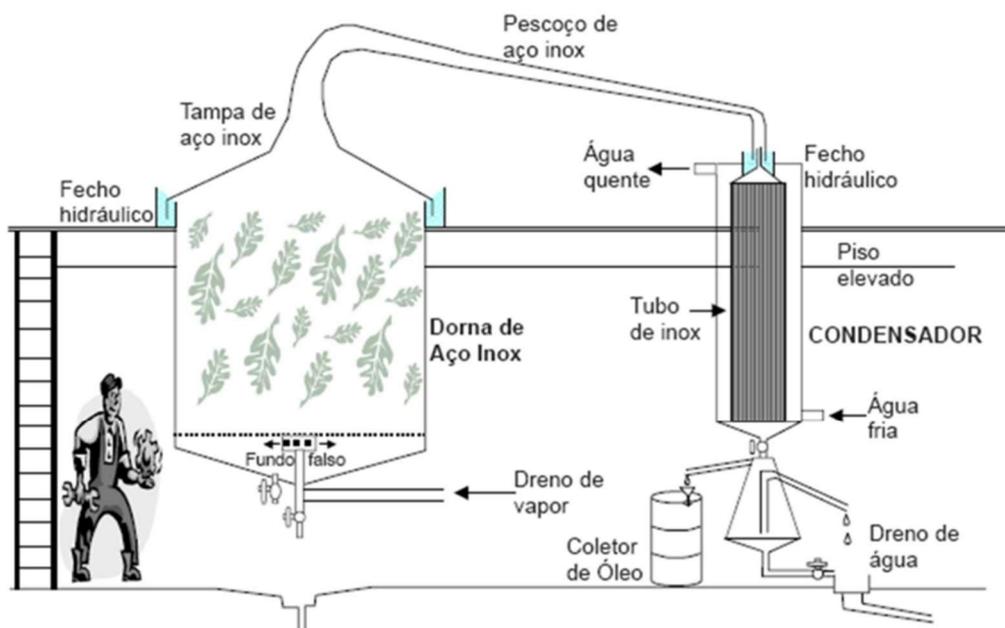


Figura 3: Esquema de um conjunto destilador para óleos essenciais Fonte: (VITTI; BRITO, 2003)

### 2.2.2. Método de Soxhlet

É uma metodologia muito simples que necessita de pouco treinamento especializado e tem a possibilidade de extrair mais massa da amostra do que a maioria dos métodos mais recentes como extração por micro-ondas, fluídos supercríticos, etc. (DE CASTRO & GARCÍA-AYUSO, 1998).

Outra vantagem de sua utilização, é que não possui a necessidade de uma filtração após o término da extração, pois a amostra fica acoplada em um cartucho isolado dentro do equipamento durante todo o procedimento (BRUM *et al.*, 2009).

Devido às suas diversas características, os óleos essenciais são um produto de alto valor agregado, sendo utilizados como matéria-prima e insumo em vários setores industriais, como é o caso dos setores farmacêuticos, de cosméticos e perfumarias (WOLFFENBUTTEL. A. N., 2010).

São encontrados cerca de 400 compostos em óleos essenciais de citros, sendo estas misturas de terpenos, hidrocarbonetos e compostos oxigenados. As laranjas, apresentam óleos essenciais ricos em limoneno, um hidrocarboneto monoterpênico amplamente utilizado na indústria por sua atividade antimicrobiana (CALO *et al.*, 2015).

Devido às suas diversas características, os óleos essenciais são um produto de alto valor agregado, sendo utilizados como matéria-prima e insumo em vários setores industriais, como é o caso dos setores farmacêuticos, de cosméticos e perfumarias (WOLFFENBUTTEL. A. N., 2010).

São encontrados cerca de 400 compostos em óleos essenciais de citros, sendo estas misturas de terpenos, hidrocarbonetos e compostos oxigenados. As laranjas, apresentam óleos essenciais ricos em limoneno, um hidrocarboneto monoterpênico amplamente utilizado na indústria por sua atividade antimicrobiana (CALO *et al.*, 2015).

### **2.3. Métodos de caracterização do extrato**

Com a intenção de avaliação e verificação com mais aprofundamento sobre as funções químicas existentes nos óleos essenciais, o que na maioria dos casos, apresentam uma predominância de compostos de mono e sesquiterpenos, fenilpropanoides, e metabólitos que conferem características organolépticas (BIZZO *et al.*, 2009).

Outro motivo importante para a realização da caracterização do óleo, seria por conta do potencial de volatilidade presente, onde possui uma propriedade derivada do processo de obtenção do mesmo, via extração (CRAVEIRO; QUEIROZ, 1992).

Tendo em vista os fatores apresentados, necessita-se que ocorra execução de alguns ensaios laboratoriais, para que se obtenha o objetivo final da identificação das características dos óleos essenciais, como:

Necessita-se que ocorra execução de alguns ensaios laboratoriais, dos quais tinham-se disponíveis:

Ensaio de cor e aspecto, de acordo com a ISO 3140;

Cromatografia em papel;

Espectrometria UV-Vis.

### 2.3.1. Cor e Aspecto

De acordo com a norma ISO 3140, o óleo essencial extraído da laranja doce expresso possui aparência, cor e odor específicos, os quais são considerados como requisitos para classificação do mesmo, como pode ser observado na Tabela 1 (ISO 3140, 2019).

Tabela 1 - Requisitos para o óleo essencial de laranja doce expresso [Citrus sinensis (L.)]

Características	Requerimento
Aparência	Líquido claro e móvel
Cor	Amarelo a amarelo avermelhado
Odor	Odor característico de casca de laranja

Fonte: Adaptado de ISO 3140:2019

### 2.3.2. Cromatografia em Papel

A Cromatografia em Papel é uma técnica físico-química simples para análise de amostras em pequena quantidade. É utilizada para separar misturas de substâncias em seus componentes.

É composto por uma fase estacionária (um sólido ou um líquido apoiado em um sólido) e uma fase móvel (líquido ou gás). Cada componente tem uma taxa diferente de absorção na fase sólida. Na cromatografia em Papel a fase estacionária é um papel absorvente e uniforme, já a fase móvel é um solvente líquido adequado ou uma mistura de solventes.

O princípio básico desse método, envolve a cromatografia de partição líquido – líquido. Assim, as substâncias são distribuídas entre as fases líquidas, sendo que são a água que fica retida nos poros do papel de filtro e a outra fase é uma fase móvel que passa através do papel (Geralmente, um solvente). Quando essa fase móvel se movimenta, ocorre a separação da mistura dos compostos e assim eles se separam com base nas diferenças de afinidade com os solventes da fase estacionárias e móvel sob a ação capilar dos poros do papel.

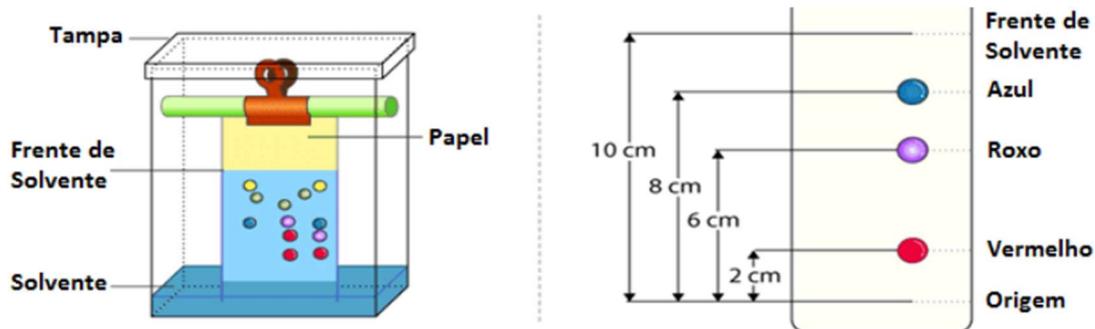


Figura 4: Esquema de cromatografia em papel. Fonte: Imagem em domínio público.

### 2.3.3. Espectrometria UV-Vis

A espectrofotometria se baseia na Lei de Lambert-Beer, que representa uma base para medidas de absorção de radiação de amostras em regiões do espectro eletromagnético, visíveis ou não, como no caso do infravermelho e do ultravioleta. Cada substância absorvente apresenta uma grandeza conhecida como absorvidade molar ( $\epsilon$ ), esta, depende do comprimento de onda da radiação que está sendo direcionada para a substância. (ROCHA, TEIXEIRA, 2004)

A Lei de Lambert-Beer pode ser escrita segundo a equação 1:

$$Abs = \epsilon \cdot b \cdot c$$

*Equação 1: A Lei de Lambert-Beer.*

Onde Abs representa a absorbância da substância em um comprimento de onda específico;

$\epsilon$  representa a absorvidade molar, em mm;

b representa o comprimento do caminho óptico, em mm;

c representa a concentração da espécie absorvedora, em g/ml;

A técnica de Espectrofotometria UV-VIS é amplamente utilizada no controle de qualidade de indústrias farmacêuticas pois tem a vantagem de ser realizada rapidamente mantendo a alta confiabilidade nos resultados e com baixo custo operacional. (DARELENE, *et al.*, 2010)

Seu princípio de funcionamento se baseia em uma fonte de luz que emite um espectro envolvendo uma faixa com o comprimento de onda que o equipamento engloba. O feixe de luz emitido tem então um comprimento de onda selecionado, que incidirá sobre a amostra, e terá sua intensidade medida. (CANASSA, 2018)

O intervalo de comprimento de ondas ultravioletas varia de 160 nm à 780 nm, porém os equipamentos UV-Vis na maioria das vezes trabalham em uma faixa que varia de 190 nm à 1100 nm, isso faz com que parte do espectro correspondente ao UV não seja englobando e que parte do espectro correspondente ao infravermelho próximo seja. O espectro característico do UV-Vis pode, então, trazer informações de absorbância, Abs, ou transmissão, T, em função do comprimento de onda,  $\lambda$ , em nm. (CANASSA, 2018)

O resultado desta análise se dá na forma de um espectro de absorção, que pode ser representado na forma de um gráfico de absorbância (A) por comprimento de onda ( $\lambda$ ), como se vê na figura 5. (SKOOG *et al.*, 2011)

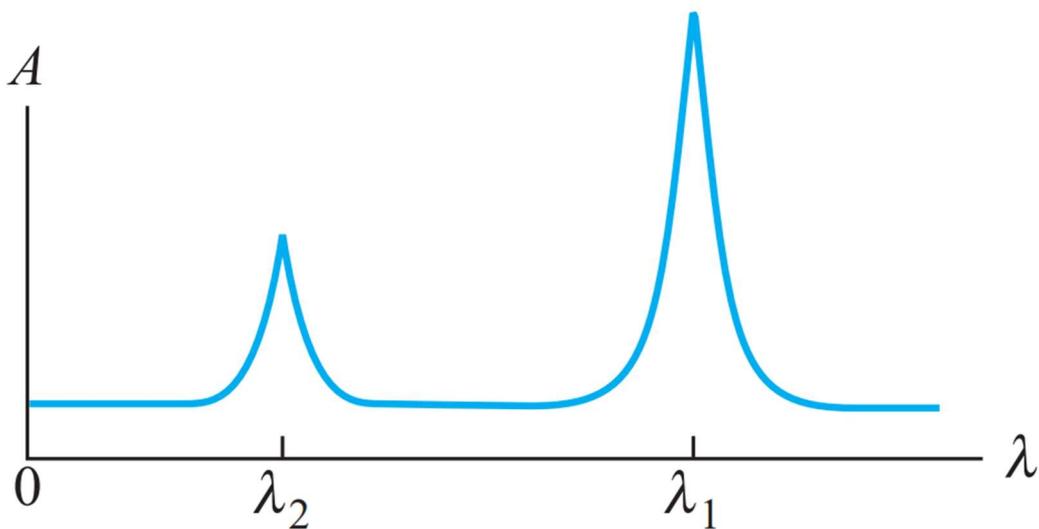


Figura 5: Espectro de absorção resultante. Fonte: Adaptado de Skoog *et al.*, 2011

### 3. Materiais e Métodos

Pretende-se fundamentar a pesquisa visando a extração de compostos orgânicos a partir da madeira da laranjeira *Citrus sinensis*. A amostra da respectiva madeira foi obtida já moída. Antes de ser submetida aos processos, a mesma passou por um quarteamento. Todos os processos aqui descritos foram realizados nos laboratórios da Universidade São Judas Tadeu, campus Mooca.

#### 3.1. Extração via arraste a vapor

Para a extração via arraste a vapor foi utilizado um equipamento padrão para extrações desse tipo, mas adaptado sob revestimento de papel alumínio, para isolamento térmico, acoplado a um condensador de coluna reta.

Materiais:

- 1 Manta Aquecedora (220 V)
- 1 Balão Fundo Redondo 250 mL
- 2 Cabeças de Destilação com Termômetro
- 1 Balão de Fundo Redondo 3 Bocas 250 mL
- 1 Condensador Simples (Coluna Reta)
- 1 Béquer de 250 mL
- Água Destilada
- Madeira *Citrus Sinensis* moída

No balão de fundo chato de 250 mL, foi colocado 125 mL de água destilada e foi mantido aquecimento constante, controlando a temperatura para que ficasse em torno de 90°C, temperatura esta, menor do que o ponto de ebulição da água, para ter uma evaporação mais lenta mais lenta.

Foi inserido 25 g de madeira *Citrus Sinensis* no balão de três bocas, em conjunto com 125 mL de água destilada, que está ligado ao balão de fundo chato sob aquecimento em uma extremidade e na outra um condensador simples alimentado por uma corrente de água de resfriamento, conforme apresentado na Figura 6. Resulta em um condensado (água + extrato), que é depositado em um béquer.



*Figura 6: Sistema de extração de arraste a vapor. Fonte: Figura do autor.*

No final do processo, o condensado foi levado sub aquecimento, para que houvesse uma evaporação lentamente o conteúdo extraído, a fim de retirar apenas a água e manter a matéria orgânica, e assim, obter o óleo concentrado.

Porém, antes que o processo fosse finalizado por completo, foi obtida uma amostra de extração, que em média tinha 70 ml, com o aspecto aquosa, límpida e incolor, conforme apresentado na Figura 7. Baseando nesta premissa inicial, os procedimentos consecutivos foram descontinuados por inconclusão dos resultados esperados na saída da extração.



*Figura 7: Amostra de extração. Fonte: Figura do autor.*

### 3.2. Extração via Soxhlet

Foi realizado de acordo com as práticas citadas por Bascon e Castro, 2019.

Para a realização desta prática foi utilizado um sistema de extração por Soxhlet, com manta de aquecimento e controle de temperatura constante para melhor rendimento.

Materiais:

- 1 Manta Aquecedora (220 V)
- 1 Balão Fundo Redondo 250 mL
- 1 Extrator de Soxhlet
- 1 Cartucho de Algodão
- 1 Condensador de Refluxo
- 500 mL de Hexano P.A.
- 500 mL de Etanol 96%
- Madeira de *Citrus Sinensis* moída

Este ensaio foi realizado em formato duplicatas para dois tipos de solventes, totalizando quatro extratos resultantes.

Em dois balões de fundo redondo foi inserido 200 mL de Etanol 96% e nos outros dois, a mesma quantidade, mas de Hexano. Ressalta-se que o Etanol é um solvente polar e o hexano é não-polar.

Em seguida, o balão colocado sob aquecimento em uma manta aquecedora em uma temperatura constante de aproximadamente 69°C para Hexano e 78°C para Álcool Etílico, para que não fosse ultrapassado a temperatura de ebulição, o que prejudicaria o processo.

Foi acoplado ao balão um extrator de Soxhlet que, internamente continha um cartucho de algodão com em média 20 g da madeira moída e, acima do extrator, foi ligado um condensador de refluxo, conforme a Figura 8.



*Figura 8: Extração via Soxhlet: Hexano e Etanol. Fonte: Figura do autor.*

Foi mantido então os refluxos, conforme representado na Figura 4, durante três horas determinado e ao término deste desligou-se o aquecimento. Ao cessar a evaporação do solvente, retirou-se o balão com a mistura solvente/óleo do aparelho extrator e realizou-se a evaporação do Álcool Etílico e do Hexano na própria manta aquecedora em uma capela fechada.



*Figura 9: Mistura extrato/solvente. Fonte: Figura do autor.*

Por fim, o óleo obtido foi pesado e calculado o rendimento do processo.

### **3.3. Métodos de caracterização**

#### **3.3.1. Cor e aspecto**

Analizamos as características organolépticas de aparência cor e odor dos extratos, através da comparação entre as amostras e dados da literatura.

#### **3.3.2. Cromatografia em papel**

Foi utilizado os seguintes materiais:

Papel-filtro (coador de café);

Substâncias obtidas após a extração via Soxhlet;

Um suporte;

Etanol;

Hexano;

Conta-gotas.

Para realizar a análise, foi colocado a substância obtida após as destilações num certo ponto do papel no solvente. A separação se deu durante a passagem da fase estacionária (Substância) e a fase móvel (solvente) no papel.

Os componentes que têm capacidade de formar ligações (ou pontes) de hidrogênio migram mais lentamente. Executa se cromatografia em papel em câmaras fechadas, cuja atmosfera está saturada com todos os componentes dos sistemas de solventes utilizados.

Foi feita a dissolução do extrato, cortou-se o papel filtro e pingou uma gota do nosso extrato e uma do extrato de tangerina e colocou os dois no mesmo solvente para caracterizar o arraste.

A compatibilidade dos solventes com o extrato permitiu o arraste das duas amostras.

#### **3.3.3. Espectrofotometria UV-VIS Digital**

O ensaio foi realizado em um espectrofotômetro com faixa UV-VIS Digital modelo IL-592-LC da Kasuaki, disponível na própria Universidade São Judas. O equipamento possui faixa UV visível de 195 a 1020nm, onde o Comprimento de onda é ajustado de maneira manual a partir de um botão giratório. Utiliza-se 4 cubetas com

capacidade para 4 ml da substância que será analisada. É um espectrofotômetro de alto desempenho, ampla aplicação e de operação simples. Suas características podem ser observadas na Tabela 2. (KASUAKI)

Tabela 2 - Especificações Técnicas do Espectrofotômetro IL-592-LC

Sistema ótico	C-T único, grade de 1200 linhas/mm
Comprimento de onda	Faixa: 195 ~ 1020nm Precisão: ± 2nm Repetibilidade: ≤ 1nm Configuração: Manual
Largura de banda espectral	5nm
Exibição fotométrica (A / %T / C)	Faixa: 0 ~ 125%T, 0-1.999A, 0-1999C Precisão: ± 1%T Repetibilidade: ± 0,5%T
Estabilidade	± 0.004A/h @ 500nm (após aquecimento)
Luz difusa	≤ 0,3% @ (340nm NaNO <sub>2</sub> )
Conexões	RS-232C
Tela LCD 4 dígitos	LCD 4 dígitos
Alimentação	Bivolt com chave seletora 110/220V
Software	Basic UV Vis
Lâmpada	Deutério (± 1500h) e Tungstênio (± 2000h)
Detector	Fotodiodo de silício
Dimensões do equipamento	45x52x32cm
Peso	10kg

Fonte: Adaptado de catálogo de Espectrofotômetros da Kasuaki

Matéria-prima, reagentes e vidrarias:

Foi utilizado como matéria prima os extratos provenientes da extração por soxhlet e um óleo essencial de tangerina para comparação. Cada amostra foi solubilizada com o respectivo solvente usado para extrai-la, ou seja, as amostras provenientes da extração com hexano foram solubilizadas com hexano e as amostras provenientes da extração com etanol foram solubilizadas com etanol. O óleo essencial de tangerina foi dividido em duas amostras, uma com cada solvente. Assim obteve-se as quatro amostras que a serem analisadas: Hexano 1; Hexano 2; Etanol 1; Etanol 2 e duas que serviriam de comparativo Tangerina com hexano e Tangerina com Etanol.

O volume de solvente foi medido em proveta e a solução feita em balão volumétrico. O volume mínimo de cada amostra deveria ser de 4 ml, de acordo com a necessidade do equipamento.

Para as amostras Etanol 1 e Etanol 2, a massa de extrato de era 0,3878 g e 0,3763 g, respectivamente. Foi adicionado 4 ml de etanol (3,22 g) em cada uma delas, alcançando uma concentração de aproximadamente 12%. Uma solução de mesma concentração foi preparada com o óleo essencial de tangerina solubilizado com etanol.

Para as amostras Hexano 1 e Hexano 2 o processo foi análogo, mas as massas eram respectivamente 0,0720 g e 0,0523 g. Como o volume da amostra deveria ainda sim ser de 4 ml, esse volume de solvente foi adicionado, resultando em uma concentração de aproximadamente 2%. Da mesma forma, a solução preparada com o óleo essencial de tangerina solubilizada com hexano seguiu a mesma concentração das amostras.

#### Preparação das curvas:

Para a criação de uma curva de absorvância x comprimento de onda, a substância é colocada na cubeta e o equipamento é iniciado. Para cada valor de comprimento de onda, controlado manualmente, o espectrofotômetro mede uma absorvância, esses valores são anotados até que se tenha um número de pontos suficientes para a construção da curva.

Primeiro deve-se criar uma curva que sirva como um controle para as análises. Para as amostras de hexano foi criada uma curva com o hexano e para as amostras de etanol foi criada uma com o etanol.

Depois foi criado as curvas que iram servir de comparativo, sendo uma com solução de óleo essencial de tangeria com hexano e uma do mesmo óleo, mas com etanol. Ambas seguindo o mesmo procedimento.

Com as curvas de controle construídas bastou repetir o procedimento com cada uma das amostras dos extratos.

## 4. Resultados e discussões

### 4.1. Resultados das extrações via Soxhlet

A Tabela 3 apresenta os resultados das extrações via soxhlet, separados por tipo de solvente. Observa-se que o rendimento (r) é significativamente maior nas amostras que utilizaram etanol como solvente, alcançando quase sete vezes mais extrato do que o extraído com hexano.

Onde:  $m_B$  é a massa do balão;

$m_A$  é a massa da amostra de matéria prima inserida no balão;

$m_f$  é a massa final do balão;

$m_e$  é a massa do extrato obtido;

r é o rendimento.

Tabela 3: Resultados das extrações via soxhlet

Etanol 01			
Balão de fundo redondo de 250 ml		Madeira de <i>citrus cinensis</i> moída	
Solvente	Etanol 96 %	$m_{A2}$ (g)	20,1051
$m_{B2}$ (g)	105,243	$m_f$ (g)	105,6308
Volume (ml)	200	$m_e$ (g)	0,3878
t (h)	3	r (%)	1,92886%
Etanol 02			
Balão de fundo redondo de 250 ml		Madeira de <i>citrus cinensis</i> moída	
Solvente	Etanol 96 %	$m_{A6}$ (g)	20,0019
$m_{B6}$ (g)	103,1351	$m_f$ (g)	103,5114
Volume (ml)	200	$m_e$ (g)	0,3763
t (h)	3	r (%)	1,88132%
Hexano 01			
Balão de fundo redondo de 250 ml		Madeira de <i>citrus cinensis</i> moída	
Solvente	Hexano	$m_{A3}$ (g)	20,0072
$m_{B3}$ (g)	105,661	$m_f$ (g)	105,733
Volume (ml)	200	$m_e$ (g)	0,0720
t (h)	3	r (%)	0,35987%
Hexano 02			
Balão de fundo redondo de 250 ml		Madeira de <i>citrus cinensis</i> moída	
Solvente	Hexano	$m_{A5}$ (g)	20,0004
$m_{B5}$ (g)	103,96	$m_f$ (g)	104,0123
Volume (ml)	200	$m_e$ (g)	0,0523
t (h)	3	r (%)	0,26149%

Fonte: Elaboração própria.

## **4.2. Análise de cor e aspecto**

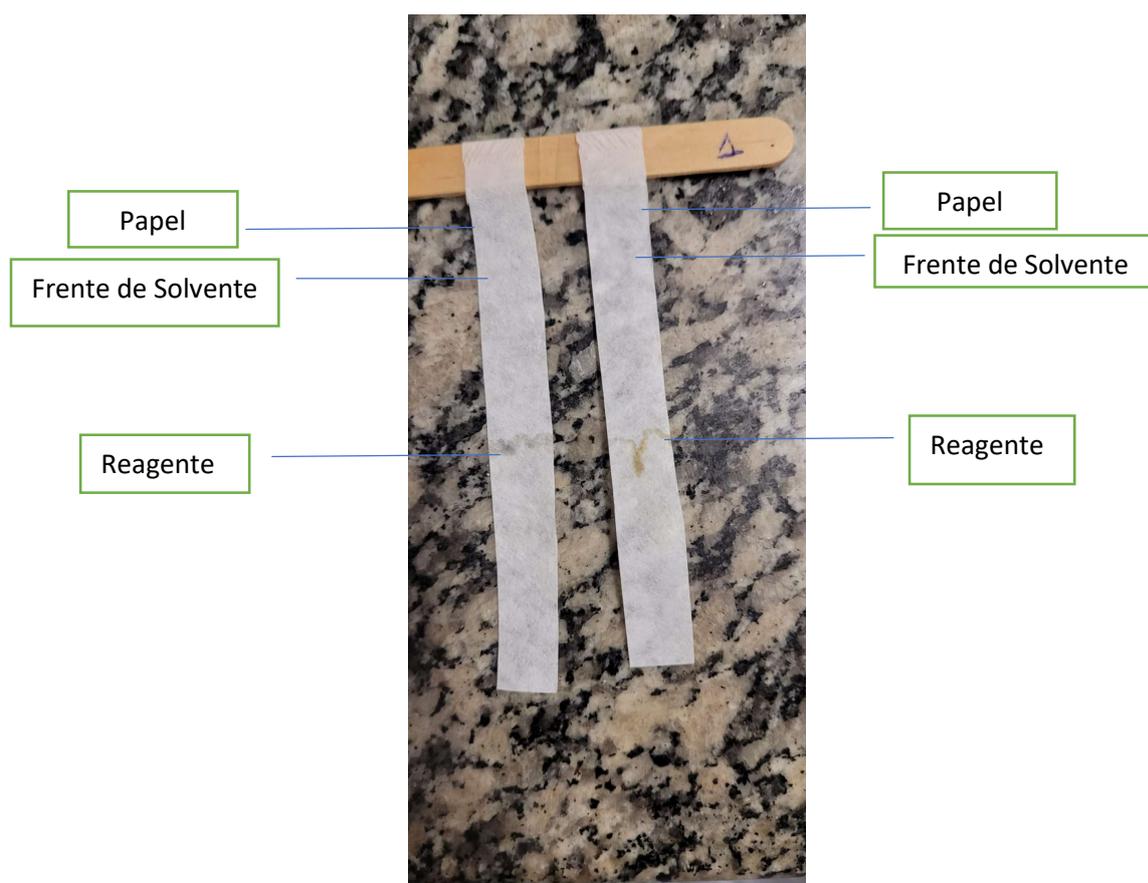
Nas amostras da extração por soxhlet foram observadas diferenças visuais conforme o solvente utilizado. Quando é utilizado o hexano, o extrato é líquido possui coloração amarelo claro e odor irrisório. Já no extrato obtido através do álcool etílico 96% a aparência mantém-se líquida com odor irrisório, porém a cor alcançada é o amarelo escuro.

### 4.3. Cromatografia em Papel

Caracterizou-se que o arraste da nossa amostra foi semelhante à amostra que utilizamos como amostra controle (Óleo essencial de tangerina).

#### Amostragem 1 – Dissolução em Etanol

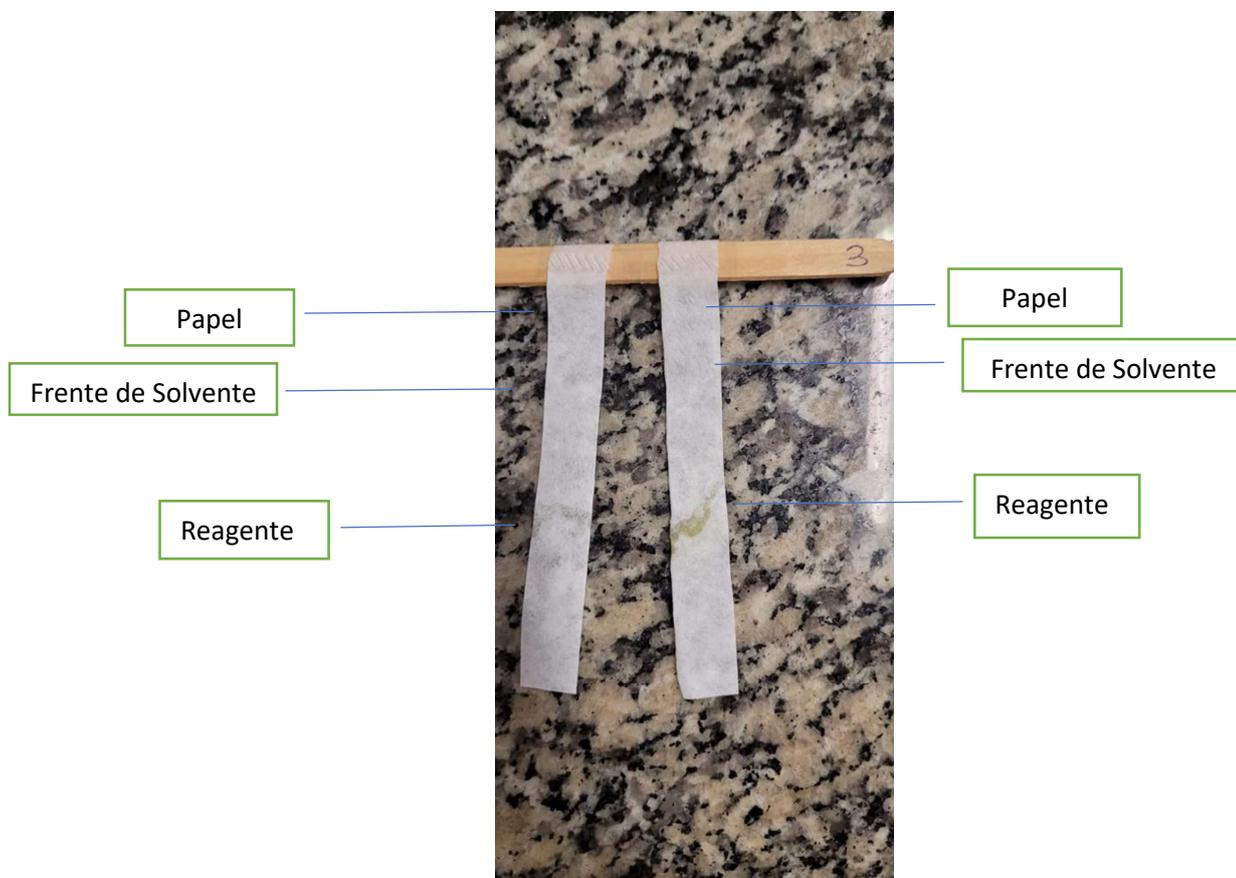
Todas as fitas possuem o mesmo tamanho e foi pingado os reagentes na mesma altura



*Figura 10: Amostragem 1 - Dissolução em Etanol. Fonte: Figura do autor.*

### Amostragem 3 – Dissolução em Etanol

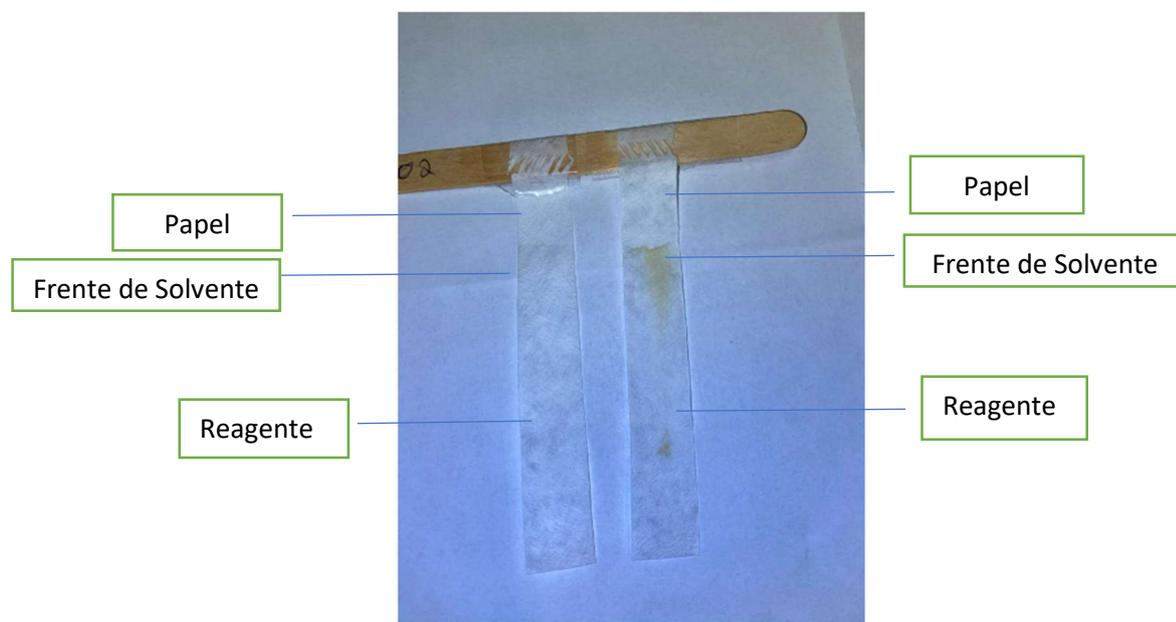
Todas as fitas possuem o mesmo tamanho e foi pingado os reagentes na mesma altura



*Figura 11: Amostragem 3 - Dissolução em Etanol. Fonte: Figura do autor.*

## Amostragem 2 – Dissolução em Hexano

Todas as fitas possuem o mesmo tamanho e foram pingados os reagentes na mesma altura



*Figura 12: Amostragem 2 - Dissolução em Hexano. Fonte: Figura do autor.*

Amostragem 2 – Dissolução em Hexano

Todas as fitas possuem o mesmo tamanho e foi pingado os reagentes na mesma altura

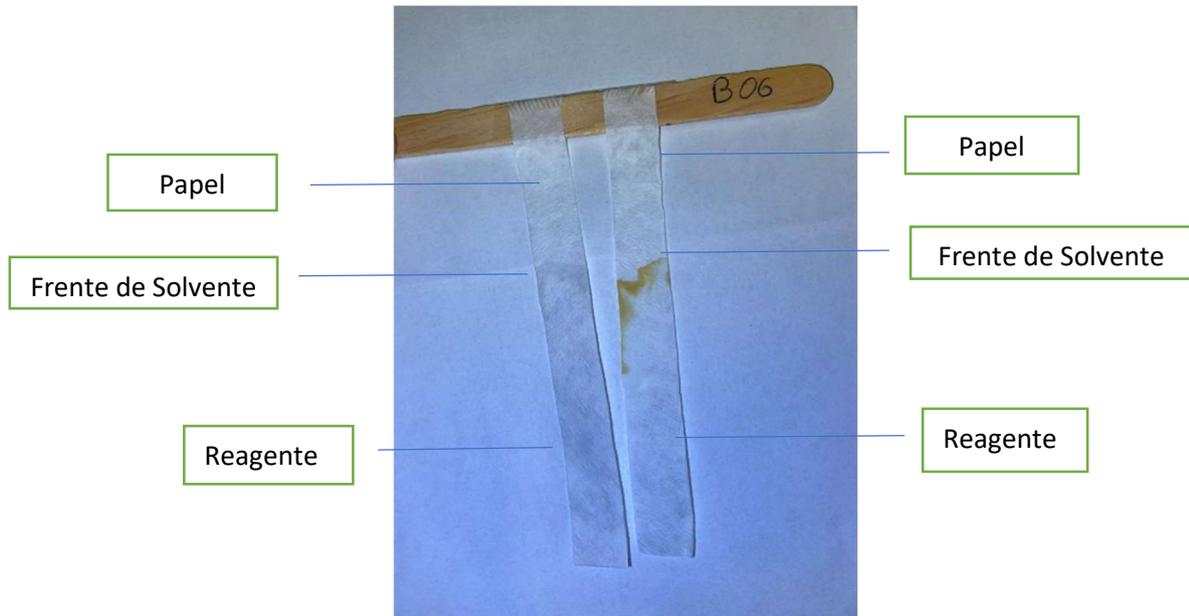


Figura 13: Amostragem 6 - Dissolução em Hexano. Fonte: Figura do autor.

#### 4.4. Curvas construídas via espectrofotometria UV-Vis

De início, a curva construída para a amostra de Etanol puro, Figura 1, serve como controle para comparações posteriores com as curvas correspondentes de mesmo solvente, mas com a presença do extrato.

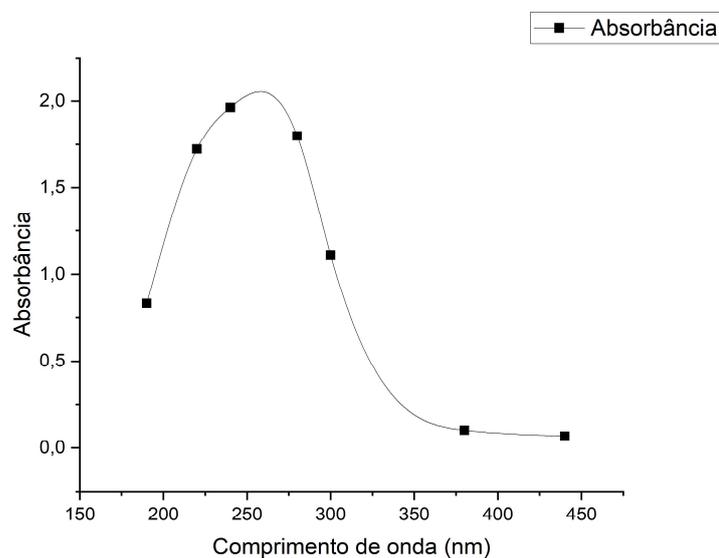
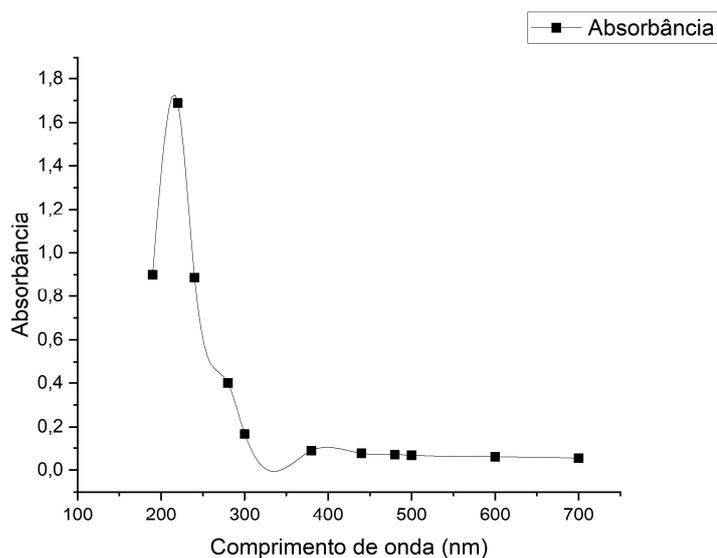


Figura 14: Curva Etanol Controle. Fonte: Figura do autor.

Nota-se que a curva do etanol é contínua e restrita a um espectro de absorbância que varia de aproximadamente 180 nm até 450 nm, característica proveniente de sua polaridade. De acordo com (SKOOG *et al.*, 2011): “Em um solvente polar, as forças de interação intermoleculares levam os picos eletrônicos a se fundirem para fornecer uma única absorção contínua”.

A curva de Hexano puro, Figura 2, foi construída com o mesmo propósito e de forma análoga.

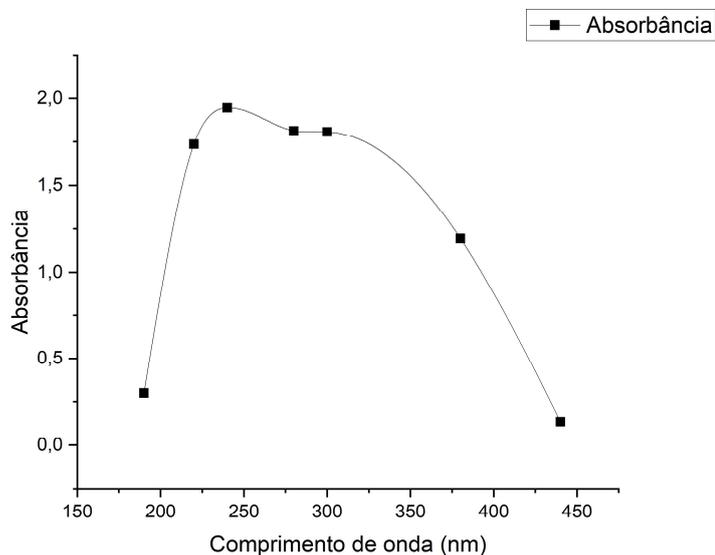


*Figura 15: Curva Hexano Controle. Fonte: Figura do autor.*

Observa-se que já no caso do hexano, um solvente não-polar, a curva não é mais contínua, apresentando mais variações. Isso se deve a capacidade do ensaio em identificar transições eletrônicas conforme a variação do comprimento de onda em solventes desse tipo. (SKOOG *et al.*, 2011) .

Em seguida foram construídas as curvas utilizando uma amostra de óleo essencial de tangerina, para que possamos comparar com o extrato da madeira.

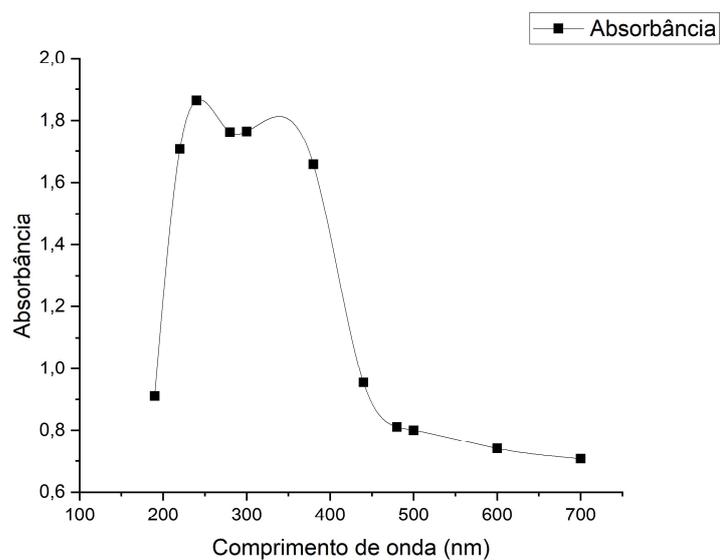
A curva do óleo essencial diluída em etanol ficou da seguinte forma:



*Figura 16: Curva Óleo Essencial em Etanol. Fonte: Figura do autor.*

Comparando com a curva de controle de etanol, é notável que a constância se mantém, mas com uma pequena variação próximo de 270 nm. A característica de uma curva de uma substância polar é preservada. A principal variação se dá no aumento do espectro de absorbância, que agora alcança um valor na faixa entre 200 e 450 nm, aproximadamente.

Já a curva do óleo essencial com o hexano como solvente, ficou desta forma:



*Figura 17: Curva Óleo Essencial em Hexano. Fonte: Figura do autor.*

Pode-se notar que o comportamento da curva com o óleo pode ser análogo ao que ocorreu na curva da figura 3, com o crescimento da amplitude do espectro de absorbância, mas apresentando uma variação mais notável próximo da faixa de 300nm, fruto da não polaridade do solvente.

Para a análise dos extratos em etanol foram construídas duas curvas, uma para a primeira amostra extraída em etanol (figura 5) e uma para a segunda (Figura 6).

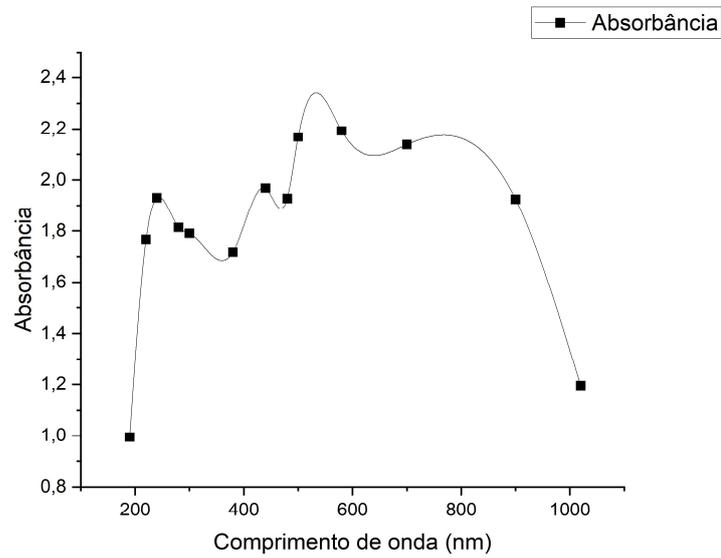


Figura 18: Curva Amostra Etanol 01. Fonte: Figura do autor.

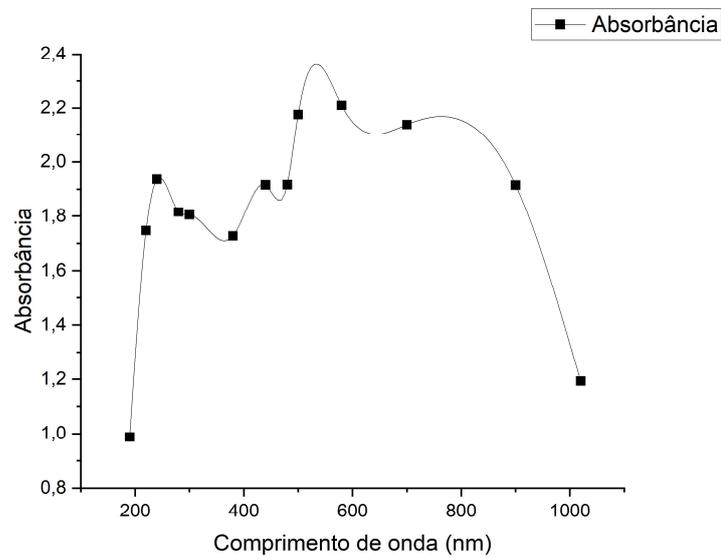


Figura 19: Curva Amostra Etanol 02. Fonte: Figura do autor.

Pode-se perceber que ambas apresentaram um comportamento bem semelhante, o que contribui para a confiabilidade do ensaio.

Era esperado um comportamento próximo ao da figura 3, com uma curva característica de uma substância polar, já que a amostra foi solubilizada em etanol, porém pode-se ver claramente a presença de picos característicos de substâncias não polares. Assim, supõe-se que algum, ou alguns, dos componentes orgânicos extraídos da madeira da laranjeira pode apresentar substâncias não polares. Essa característica não foi observada no ensaio com o óleo essencial de tangerina, o que indica que no extrato obtido há a presença de componentes que não são comuns no óleo essencial padrão.

O notável aumento na amplitude da curva também é importante, alcançando comprimentos de onda próximos de 1000 nm, quase duas vezes maior que a curva da figura 3, que está sendo usada de comparativo.

Da mesma forma, para os extratos em hexano foram construídas uma curva por amostra.

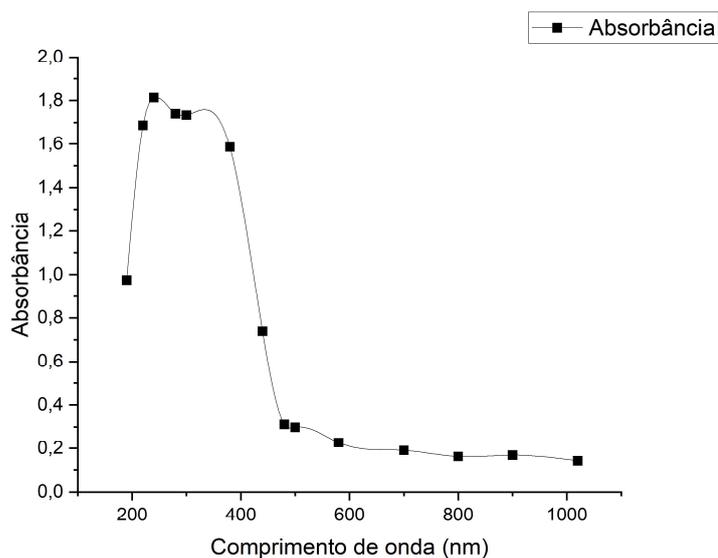


Figura 20: Curva Amostra Hexano 01. Fonte: Figura do autor.

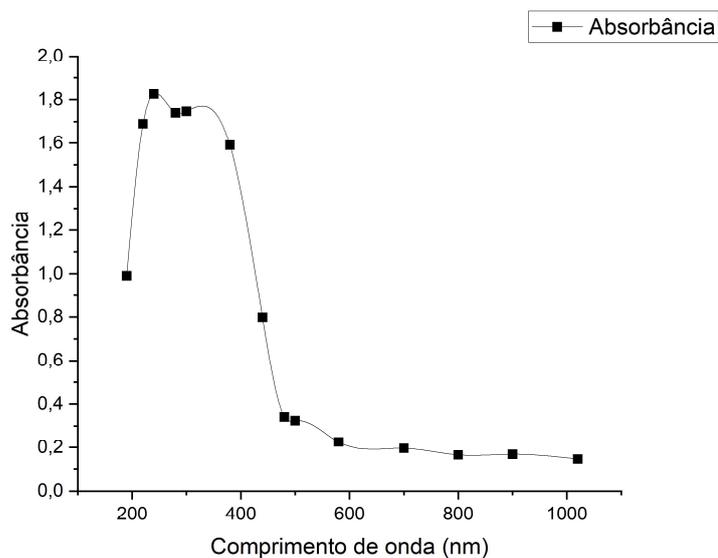


Figura 21: Curva Amostra Hexano 02. Fonte: Figura do autor.

Diferente das curvas das figuras 5 e 6, estas se mostraram semelhantes ao controle, figura 4, mas com espectro ligeiramente mais amplo. Isso pode indicar que, ao extrair os compostos com hexano as substâncias extraídas sejam quimicamente mais próximas das substâncias presentes no óleo essencial de tangerina.

## 5. Conclusões

Os resultados obtidos das análises realizadas, em conjunto com a pesquisa bibliográfica, mostram que pode haver uma capacidade química notável na madeira da laranjeira.

O processo de extração via arraste a vapor não se mostrou muito eficiente na extração dos compostos orgânicos na forma esperada, porém não se pode descartar seu uso, já que o mesmo pode servir para extrair algum composto químico diferente, que pode ser isolado com processos posteriores. Carece de ensaios mais complexos.

Já o processo via soxhlet foi mais próximo do esperado, resultando em um extrato com características de cor e aspecto mais próximas dos óleos essenciais conhecidos. Seu extrato permitiu a realização das caracterizações previstas.

O ensaio da cromatografia em papel nos mostrou que a fase orgânica extraída pode sim ser análoga a um óleo essencial, pois como visto, o arraste seguiu um padrão próximo ao do controle.

Com o UV-Vis foi possível analisar mais a fundo a capacidade de absorvância desses extratos e montar suas respectivas curvas, também comparando-as com um controle, o que permitiu detectar padrões na construção das mesmas.

Os ensaios de caracterização citados, ao comparados com os controles, nos mostram que compostos amplamente utilizados podem ser encontrados não só nas matérias primas já utilizadas pela indústria, mas também em partes pouco exploradas, como no caso da madeira utilizada.

Ensaio mais complexos devem ser realizados para comprovar essa ideia e, conseqüentemente, supor usos mais concretos para estes compostos.

## 6. Referências

- Agosti, A. **Extração e caracterização de óleo essencial de laranja obtido do resíduo de casca de laranja.** (2013). Disponível em: <https://www.researchgate.net/publication/274253516>
- Bandoni, Arnaldo. **Especialização em óleos essenciais: aspectos básicos de um projeto industrial para extração de óleos essenciais pelo método arraste a vapor.** 2. ed. Porto Alegre: PUCRS, (2003).
- Baretta, A. M., Jung, G., Schneider, F., Antunes, J., de Mello, J. M. M., & Dalcanton, F. **Extração do óleo essencial da casca da bergamota pelo método de soxhlet.** (2016).
- Bizzo, H. R., Ana Maria, C. H., & Rezende, C. M. **Oleos essenciais no brasil: aspectos gerais, desenvolvimento e perspectivas.** Quimica Nova, 32(3), 588–594. (2009). <https://doi.org/10.1590/S0100-40422009000300005>
- Brum, Aelson Aloir Santana, et al. **Métodos de extração e qualidade da fração lipídica de matérias-primas de origem vegetal e animal,** Quim. Nova, Vol. 32, No. 4, 849-854, 2009. Instituto Adolfo Lutz, 2008. Disponível em: <<http://www.ial.sp.gov.br/>>. Acesso em setembro de 2022.
- Calo, J. R., Crandall, P. G., O'Bryan, C. A., & Ricke, S. C. **Essential oils as antimicrobials in food systems - A review.** In Food Control (Vol. 54, pp. 111–119). Elsevier Ltd. (2015). <https://doi.org/10.1016/j.foodcont.2014.12.040>
- Canassa, T. **Utilização da lei de Lambert-Beer para determinação da concentração de soluções.** Journal of Experimental Techniques and Instrumentation, 1(2), 23–30. (2018). <https://doi.org/10.30609/jeti.2018-2.5930>
- Cassel, E., Vargas, R. M. F., Martinez, N., Lorenzo, D., & Dellacassa, E. **Steam distillation modeling for essential oil extraction process.** Industrial Crops and Products, 29(1), 171–176. (2009). <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2008.04.017>
- Cerpa, M. G., & Valladolid, C. **Hidrodestilacion De Aceites Esenciales: Modelado Y Caracterizacion** Memoria para optar al grado de Doctor por la Universidad de Valladolid presentada por el Ingeniero Químico. (2007).
- Craveiro, A. A., & Queiroz, D. C. **Óleos essenciais e química fina.** (1992).
- Darlene, L., Alves, S., Rolim, L. A., Ferreira Fontes, D. A., Rolim-Neto, P. J., Felts De La, M., Soares, R., Lamartine, J., & Sobrinho, S. (2010). **Desenvolvimento De Método Analítico Para Quantificação Do Efavirenz Por Espectrofotometria No Uv-vis.** In Quim. Nova (Vol. 33, Issue 9).
- EMBRAPA. **Citros 2021.** Disponível em: <https://www.embrapa.br/mandioca-e-fruticultura/cultivos/citros> acesso em setembro de 2022.

- Fachinello, José Carlos & Jair Costa Nachtigal. **Fruticultura Fundamentos e Práticas**. (2009).
- FAO. Citrus Fruit Statistical Compendium. Rome. **Citrus fruit fresh and processed Statistical bulletin** (2020).
- Fernandes, J. I., Agosti, A., & Goncalves Kieling, A. **Extração De Óleos Essenciais A Partir De Resíduos Orgânicos Para Produção De Sabonetes Por Uma Associação De Economia Solidária**. (2011).
- Figueiredo, A. C., & Barroso L G Pedro, J. G. **Potencialidades e Aplicações das Plantas Aromáticas e Medicinais PLANTAS AROMÁTICAS E MEDICINAIS. Factores que afectam a produção**. (2007).
- Gottlieb, O. R., Koketsu, M., Magalhães, M. T., Guilherme Maia, J. S., & M, P. H. **Óleos essenciais da Amazônia VII**. (1981).
- IBGE – Instituto Brasileiro de Geografia e Estatística. **Censo Agropecuário de 2020**. (2021).
- International Standard ISO 3140, **Essential oil of sweet orange expressed [Citrus sinensis (L.)]**, Fifth edition, 2019-05.
- Jakiemiu, Elizabete Aparecida Ruzza. **Uma Contribuição Ao Estudo Do Óleo Essencial E Do Extrato De Tomilho (Thymus vulgaris L.)** CURITIBA (2008).
- Kasuaki. (n.d.). **Espectrofotômetros**.
- López-Bascón-Bascon, M. A.; Luque De Castro, M. D. **Soxhlet Extraction**. Em: LIQUID-PHASE EXTRACTION. [S. l.]: Elsevier, (2019). p. 327–354. <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-816911-7.00011-6>
- Luque de Castro, M.D. and Garcia-Ayuso, L.E. **Soxhlet Extraction of Solid Materials: An Outdated Technique with a Promising Innovative Future**. *Analytica Chimica Acta*, 369, 1-10. (1998). [http://dx.doi.org/10.1016/S0003-2670\(98\)00233-5](http://dx.doi.org/10.1016/S0003-2670(98)00233-5)
- Martins da Silva Junior, J., Executivo Daniel Klüppel Carrara, D., & Barbosa Alves, A. **Plantas medicinais, aromáticas e condimentares: produção e beneficiamento**. (2017).
- Morais, S. M. de, Catunda Júnior, F. E. A., Silva, A. R. A. da, Martins Neto, J. S., Rondina, D., & Cardoso, J. H. L. **Atividade antioxidante de óleos essenciais de espécies de Croton do nordeste do Brasil**. *Química Nova*, 29(5), 907–910. (2006). <https://doi.org/10.1590/s0100-40422006000500004>
- Rocha, F. R. P., & Teixeira, L. S. G. (2004). **Estratégias para aumento de sensibilidade em espectrofotometria uv-vis**. In *Quim. Nova* (Vol. 27, Issue 5).
- Serafini, L. A., Santos, A. C. A., Toguinha, L. A., Agostinho, G., & Dalfovo, V. **Extrações e Aplicações de Óleos Essenciais de Plantas Aromáticas e Medicinais (1ª)**. EDUCS. (2002).
- Silvestre, W. P., & Pauletti, G. **Óleo essencial cítrico: produção, composição e fracionamento** Development of chitosan-based pervaporation membranes for the

**purification of essential oil components.** (2019).  
<https://www.researchgate.net/publication/332229707>

Simas, D. L. R., Amorim, S. H. B. M. de, Oliveira, J. M. de, Alviano, D. S., & Silva, A. J. R. da. **Characterization of essential oils of citrus fruits.** *Citrus Research Technology*, 36(1). (2015).  
<https://doi.org/10.5935/2236-3122.20150003>

Skoog, West, Holler, & Crouch. **Fundamentos da Química Análítica** (8th ed.). Thomson. (2011).

Steffens, A. H. **Estudo Da Composição Química Dos Óleos Essenciais Obtidos Por Destilação Por Arraste A Vapor Em Escala Laboratorial E Industrial.** (2010).

Vitti, Andréa M. Silveira; BRITO, José Otávio. **Óleo essencial de eucalipto.** Piracicaba, (2003). (Documentos Florestais, n. 17).

Williams, D. G. **The Chemistry of Essential Oils.** Micelle Press. (1996).

Wolffenbuttel. A. N. **Base da química dos óleos essenciais e aromoterapia: abordagem técnica e científica.** Roca. (2010).

Yusoff, Zakiah Mohd M. N. N. N. M. H. F. R. R. A. and M. N. T. **Characterization of Down-Flowing Steam Distillation System using Step Test Analysis.** IEEE. (2011).