

## OTIMIZAÇÃO MULTIVARIADA DA EXTRAÇÃO DE ÓLEO ESSENCIAL DE LIMA ÁCIDA ‘TAHITI’ POR HIDRODESTILAÇÃO ASSISTIDA POR ENZIMAS

Beatriz Regina Albiero<sup>1</sup> & Prof. Dr. Stanislau Bogusz Junior<sup>2</sup>

Universidade de São Paulo, Instituto de Química de São Carlos (IQSC)

beatrizalbiero@usp.br<sup>1</sup>; stanislau@iqsc.usp.br<sup>2</sup>

### Objetivos

O objetivo desta pesquisa foi empregar a metodologia de otimização multivariada por superfície de resposta (quimiometria) para otimizar a etapa de maceração enzimática das cascas de lima ácida Tahiti antes da hidrodestilação com a finalidade de aumentar a eficiência de extração dos seus óleos essenciais.

### Métodos e Procedimentos

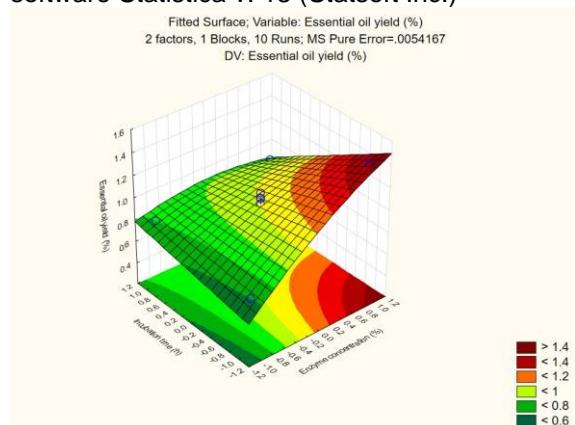
Os frutos maduros de lima ácida ‘Tahiti’ foram gentilmente cedidos pelo Instituto Agronômico - Centro de Citricultura ‘Sylvio Moreira’ de Cordeirópolis – SP. As frutas foram colhidas de forma aleatória em no mínimo 10 diferentes árvores e em diferentes alturas das copas das árvores. Uma vez colhidas, as frutas foram imediatamente transportadas até o IQSC/USP e submetidas ao processo de descascamento, e congelamento das cascas. Para a etapa de maceração enzimática, foi empregada a enzima Pectinex Ultra Olio®, que foi gentilmente doada pela empresa Novozymes (EUA). Para a otimização empregou-se um delineamento composto central do tipo 2<sup>2</sup> com seis pontos centrais. Foram realizados dez experimentos de maneira aleatória, além de um experimento adicional sem adição de enzima (controle) para fins de comparação. Foram otimizadas as variáveis concentração de enzima (mL/100g) e o tempo de maceração (h). Durante os experimentos de otimização o pH e a temperatura de maceração foram mantidos na faixa ótima de atividade da enzima (pH 3 a 5 e temperatura entre 50 e 60 °C). Após a maceração, as cascas de lima ácida ‘Tahiti’, foram hidrodestiladas por 3 horas em extrator

do tipo Clevenger. Os óleos essenciais obtidos foram quantificados (%v/m) e secos em sulfato de sódio anidro para posterior diluição em diclorometano (10% v/v) e injeção no GC-MS e no GC-FID. Além disso, também foi medida a atividade antioxidante dos óleos essenciais pelo método do radical livre DPPH (2,2-difenil-1-picrilhidrazil). Todas as análises foram realizadas em triplicata.

### Resultados

Com os resultados obtidos com o planejamento experimental (Figura 1) foi possível encontrar as condições ótimas de maceração enzimática (5 mL de enzima/100 g de casca e 30 minutos de maceração) que permitiram obter um aumento de mais de 100 % no rendimento de extração dos óleos essenciais em relação ao controle sem o uso de enzima.

**Figura 1.** Superfície de resposta gerada com software Statistica v. 13 (Statsoft Inc.)



Além disso, o óleo essencial obtido com o uso da maceração enzimática foi o que apresentou

maior atividade antioxidante por DPPH em relação ao controle sem o uso da enzima. Quanto as análises por GC-MS e GC-FID, estas revelaram uma composição química complexa nos óleos essenciais, onde foram identificados mais de 51 compostos, majoritariamente terpenos e sesquiterpenos. Os constituintes majoritários dos óleos essenciais foram: limoneno (41%), terpinoleno (14%), (E)-geranal (9%), β-pineno (9%), nerol (7%), acetato de nerila (2%), β-bisaboleno (2%) e α-terpineol (2%). Não foram verificadas diferenças estatísticas significativas na composição química e nas percentagens relativas dos óleos essenciais quando se comparou o uso da maceração enzimática com o óleo essencial obtido sem o uso da enzima.

### Conclusões

Os resultados revelaram que a maceração enzimática utilizando a enzima Pectinex Ultra Olio® (uma carboidratase) foi capaz de promover um aumento de mais 100% no rendimento de extração dos óleos essenciais da casca de lima ácida 'Tahiti'. Além disso, o uso da enzima não alterou a composição química dos óleos essenciais nem a sua percentagem relativa de seus constituintes, tendo sido identificados 51 compostos, majoritariamente terpenos e sesquiterpenos. Acredita-se que com o uso da enzima, e sob as condições ótimas conhecidas com esta pesquisa é possível dobrar o rendimento de óleo essencial de casca da lima acida Tahiti o que pode ser uma grande vantagem para as indústrias produtoras de óleos essenciais.

### Referências Bibliográficas

EMBRAPA, Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária, Lima ácida Tahiti CNPMF 02. Disponível em:  
<https://www.embrapa.br/buscade-solucoes-ecnologicas/-/produtoservico/1755/lima-acida-tahiti-cnpmf-02>. Acesso 09-09-2022.

BICCHI, et al. Techniques for preparing essential oils and aromatic extracts. Flavour and Fragrance Journal, 33, 133-134, 2018. <https://doi.org/10.1002/ffj.3433>

SHAABAN, et al. Bioactivity of essential oils and their volatile aroma components: Review. Journal of Essential Oil Research, 24, 2, 203-

212, 2012.  
<https://doi.org/10.1080/10412905.2012.659528>

AZEVEDO, et al. Essential oil profiling of six new citrus hybrids from Murcott tangor and Pera sweet orange, Journal of Essential Oil Research, 31, 5, 400-408, 2019. <https://doi.org/10.1080/10412905.2019.1596845>

WAHEED, et al. Kinetic model and optimization for enzyme-assisted hydrodistillation of Dlimonene-rich essential oil from orange peel. Flavour and Fragrance Journal, 35, 561–569, 2020. <https://doi.org/10.1002/ffj.3598>

FERREIRA, et al. Statistical designs and response surface techniques for the optimization of chromatographic systems. Journal of Chromatography A, 1158, 2-14, 2007.

SCHERER, et al. Antioxidant activity index (AAI) by the 2,2-diphenyl-1-picrylhydrazyl method. Food Chemistry, 112, 3, 654-658, 2009. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2008.06.026>