

UNIVERSIDADE ESTADUAL DE MARINGÁ – UEM  
CENTRO DE TECNOLOGIA  
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA QUÍMICA  
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA QUÍMICA

**EXTRAÇÃO ASSISTIDA POR ULTRASSOM DO ÓLEO DA AMÊNDOA E  
POLPA DE MACAÚBA (*ACROCOMIA ACULEATA*) UTILIZANDO ETANOL  
COMO SOLVENTE**

Ana Claudia Santos da Rosa  
Eng<sup>a</sup> de Alimentos, UEM, 2019  
Orientadora: Prof<sup>a</sup>. Dr<sup>a</sup>. Camila da Silva

**Dissertação de Mestrado submetida à  
Universidade Estadual de Maringá, como  
parte dos requisitos necessários à obtenção  
do Grau de Mestre em Engenharia Química,  
área de Desenvolvimento de Processos.**

**Maringá – PR- Brasil  
Julho de 2019**

UNIVERSIDADE ESTADUAL DE MARINGÁ – UEM  
CENTRO DE TECNOLOGIA  
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA QUÍMICA  
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA QUÍMICA

Esta é a versão final da dissertação de Mestrado apresentada por Ana Claudia Santos da Rosa perante a Comissão Julgadora do Curso de Mestrado de Engenharia Química em 30 de julho de 2019.

COMISSÃO JULGADORA

  
Prof.<sup>a</sup> Camila da Silva, Dr.<sup>a</sup>  
Orientadora

  
Prof.<sup>a</sup> Caroline Portilho Trentini, Dr.<sup>a</sup>  
Membro

  
Prof. Vitor Augusto dos Santos Garcia, Dr  
Membro

Dados Internacionais de Catalogação na Publicação  
(CIP)  
(Biblioteca Central - UEM, Maringá, PR, Brasil)

Rosa, Ana Claudia Santos da  
R788e       Extração assistida por ultrassom do óleo da amêndoa  
e polpa de macaúba (*acrocomia aculeata*) utilizando  
etanol como solvente / Ana Claudia Santos da Rosa. --  
Maringá, 2019.  
74 f.: il. color., figs., tabs.  
  
Orientador (a): Prof.a Dr.a Camila da Silva.  
Dissertação (Mestrado) - Universidade Estadual de  
Maringá, Centro de Tecnologia, Programa de Pós-Graduação  
em Engenharia Química, 2019.  
  
1. Extração de óleo vegetal - Otimização. 2. Óleo  
vegetal - Extração assistida por Ultrassom. 3. Extração  
de óleo vegetal - Equilíbrio de fases . I. Silva, Camila  
da, orient. II. Universidade Estadual de Maringá. Centro  
de Tecnologia. Programa de Pós-Graduação em Engenharia  
Química. III. Título.  
  
CDD 21. ed.660.28424

MAS-CRB 9/1094

**DEDICATÓRIA**

Dedico este trabalho aos meus pais, Vanderlei da Rosa e Maria Lucia Santos Rosa, aos meus irmãos Daniel Augusto da Rosa e Vanderlei da Rosa Júnior (*in memoriam*), ao meu noivo Bruno Henrique Bridi Tamborim e aos meus avós Cezarina Alves dos Santos (*in memoriam*), Adolfo Alves dos Santos (*in memoriam*), Carmo da Rosa (*in memoriam*) e Nereide Rossini da Rosa.

## AGRADECIMENTOS

À Deus, por todas as graças concebidas.

Aos meus pais, que nunca deixaram de me apoiar, não mediram esforços para eu estar percorrendo meu caminho. Por todo ensinamento, valores éticos e morais. Por tudo que fizeram e fazem por mim, são meus exemplos de vida.

Ao meu irmão, minhas avós Nereide e Lina (*in memoriam*) e todos os outros familiares que sempre me apoiaram nesta etapa.

Ao meu noivo, meu amor incondicional, que diariamente me apoia e aguenta meu mau humor durante os momentos críticos do mestrado. Sempre me aconselhando e entendendo que minha prioridade foi concluir esta etapa.

À minha orientadora que eu admiro muito prof<sup>a</sup> Camila da Silva, que mais uma vez tive a honra de ser orientada por ela, que é de uma competência admirável. Obrigada por toda a paciência que teve comigo (não foi pouca), por acreditar em mim, por todas as correções, ensinamentos, pelo suporte acadêmico e motivacional em todos os momentos, contribuiu não apenas com a orientação, mas também com o meu crescimento como ser humano. Só tenho a agradecer a ela, obrigada, obrigada e obrigada!!!

Ao pessoal do mestrado, Fernanda, Pedro, Vitor, Pâmela, Maria Angélica, Adriana e Giovana, foram dias intermináveis estudando para as disciplinas, mas tudo valeu a pena.

As meninas do grupo de Pesquisa PRO-IQA, Thainara, Isabela, Carol Trentini, Carol Laidens, Bruna e todas as demais, pessoas que sempre me ajudaram de alguma forma no andamento dos experimentos. Principalmente a Nati e a Najla, amigas que estiveram comigo durante todo este percurso, sempre me ajudaram, sempre foram parceiras, obrigada pela amizade de vocês, foram sensacionais, sem contar que me forneceram até um lugarzinho na casa delas para que eu pudesse ficar durante os experimentos, muito obrigada meninas.

À Meire, técnica do laboratório, sempre muito atenciosa, uma querida que nunca mediu esforços para ajudar quando precisávamos.

Ao professor Nehemias, excelente profissional, que contribuiu com seu laboratório e forneceu alguns equipamentos no departamento de engenharia química (DEQ), não mediu esforços para que eu conseguisse realizar algumas etapas na minha pesquisa, obrigada professor.

À Universidade Estadual de Maringá - Câmpus Sede e Câmpus Umuarama (CTC), pelo suporte e contribuição com este trabalho.

Ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química e aos Departamentos de Tecnologia e Engenharia Química.

À CAPES, pelo apoio financeiro.

Por fim, agradeço à todos que contribuíram de alguma forma para a realização deste trabalho.

*"A utopia está lá no horizonte. Me aproximo dois passos, ela se afasta dois passos. Caminho dez passos e o horizonte corre dez passos. Por mais que eu caminhe, jamais alcançarei. Para que serve a utopia? Serve para isso: para que eu não deixe de caminhar."*

*(Eduardo Galeano)*

## EXTRAÇÃO ASSISTIDA POR ULTRASSOM DO ÓLEO DA AMÊNDOA E POLPA DE MACAÚBA (*ACROCOMIA ACULEATA*) UTILIZANDO ETANOL COMO SOLVENTE

**AUTOR: ANA CLAUDIA SANTOS DA ROSA**  
**ORIENTADOR: PROF<sup>a</sup>. DR<sup>a</sup> CAMILA DA SILVA**

Dissertação de Mestrado; Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química; Universidade Estadual de Maringá; Av. Colombo, 5790, BL E46 – 09; CEP: 87020-900 – Maringá – PR, Brasil, defendida em 30 de Julho de 2019. 74 p.

### RESUMO

Neste estudo, foi investigada a extração assistida por ultrassom do óleo da mistura de amêndoa e polpa, utilizando etanol como solvente. Os experimentos foram conduzidos à temperatura (40 – 70 °C), razão solvente:amostra (4 – 12 mL g<sup>-1</sup>) e tempo (15 – 45 min) sobre rendimento em óleo e a composição química dos extratos. Um planejamento experimental Box-Behnken foi aplicado para avaliar o efeito das variáveis e permitir a determinação das condições que maximizam a remoção do óleo e quanto à composição química. Os resultados foram comparados com os obtidos por extração convencional (Soxhlet) e sem o uso do ultrassom, em termos de rendimento e caracterização do óleo. O óleo da mistura de amêndoa e polpa apresentou maior teor de  $\beta$ -caroteno quando comparado ao óleo obtido apenas da amêndoa e maior teor de fitoesteróis comparado ao óleo obtido apenas da polpa. A aplicação de maiores volumes de solvente e temperatura favoreceram a extração do óleo e o aumento de compostos ativos estavam relacionados à elevadas temperaturas e ao maior período de tempo conduzido por ultrassom. As condições máximas para rendimento em óleo,  $\beta$ -caroteno e fitoesteróis totais foram, (70 °C, 12 mL g<sup>-1</sup>, 15 min), (70 °C, 4 mL g<sup>-1</sup>, 15 min) e (70 °C, 12 mL g<sup>-1</sup>, 45 min), respectivamente. A partir dessas condições a Extração assistida por ultrassom proporcionou lipídeos de maior qualidade em termos de  $\beta$ -caroteno (13,90  $\pm$  0,53 mg 100 g<sup>-1</sup>) e fitoesteróis (76,96  $\pm$  0,50 mg 100 g<sup>-1</sup>) comparado à extração convencional e sem o uso de ultrassom. Dentre os ácidos graxos presentes, prevaleceram ácido oleico, laurico e palmítico.

**Palavras chave:**  $\beta$ -caroteno, Fitoesteróis, Ácidos Graxos, Otimização.

## ULTRASOUND-ASSISTED EXTRACTION OF KERNEL AND PULP OIL MACAÚBA (*ACROCOMIA ACULEATA*) USING ETHANOL AS SOLVENT

**AUTHOR: ANA CLAUDIA SANTOS DA ROSA**  
**SUPERVISOR: PROF<sup>a</sup>. DR<sup>a</sup> CAMILA DA SILVA**

Master Thesis; Chemical Engineering Graduate Program; State University of Maringá; Av. Colombo, 5790, BL E46 – 09; CEP: 87020-900 – Maringá – PR, Brazil, presented on 30<sup>th</sup> July 2019. 74 p

### ABSTRACT

In this study, an ultrasound assisted extraction of oil from the almond and pulp mixture using ethanol as a solvent was investigated. The experiments were conducted at temperature (40 - 70 °C), solvent: sample ratio (4 - 12 mL g<sup>-1</sup>) and time (15 - 45 min) on oil yield and chemical composition of the extracts. An experimental Box-Behnken design was applied to evaluate the effect of the variables and to determine the conditions that maximize oil removal and chemical composition. The results were compared with those obtained by conventional extraction (Soxhlet) and without the use of ultrasound, in terms of oil yield and characterization. The oil in the oil-pulp mixture has the highest  $\beta$ -carotene content when it is shown to the oil, only the oil and the phytosterol content is the oil used only from the pulp. The application of higher solvent and temperature volumes favors the extraction of oil and the increase of temperature-related active compounds and the longer period of time conducted by ultrasound. The maximum recommended conditions for oil,  $\beta$ -carotene and phytosterols were total (70 °C, 12 mL g<sup>-1</sup>, 15 min), (70 °C, 4 mL g<sup>-1</sup>, 15 min) and (70 °C, 12 mL g<sup>-1</sup>, 45 min) respectively. Under these conditions, Ultrasound Assisted Extraction provides higher quality lipids in terms of  $\beta$ -carotene (13.90  $\pm$  0.53 mg 100 g<sup>-1</sup>) and phytosterols (76.96  $\pm$  0.50 mg 100 g<sup>-1</sup>). ) compared to conventional extraction and without the use of ultrasound. Among the fatty acids present, prevailing oleic, lauric and palmitic acid.

**Keywords:** Ultrasound assisted extraction, Oil characterization, *Acrocomia aculeata*, Optimization.



## ÍNDICE DE FIGURAS

<b>Figura 1.</b> Palmeira da espécie <i>Acrocomia aculeata</i> . FONTE: (COLOMBO et al., 2018) .....	16
<b>Figura 2.</b> Cacho de frutos da palmeira. FONTE: (COLOMBO et al., 2018) .....	16
<b>Figura 3.</b> Corte transversal do fruto da palmeira <i>Acrocomia aculeata</i> . FONTE: (SILVA; CARDOSO; PASA, 2016) .....	17
<b>Figura 4.</b> Óleo extraído da amêndoa e polpa de macaúba. FONTE: (LESCANO et al., 2015b) .....	19
<b>Figura 5.</b> Estrutura química dos precursores da vitamina A ((a) licopeno, (b) $\beta$ -caroteno e (c) retinol). FONTE: (STROBBE; LEPELEIRE; ATRAETEN, 2018). . .	20
<b>Figura 6.</b> Estrutura química dos fitoesteróis stigmasterol, campesterol e $\beta$ -sitosterol. FONTE: (AGOSTINI-COSTA, 2018) .....	21
<b>Figura 7.</b> Estrutura química dos ácidos graxos: (I) saturados ((a) palmítico, (b) esteárico); (II) insaturados ((c) oleico, (d) linoleico, (e) linolênico). FONTE: (RAMALHO; SUAREZ, 2013). .....	23
<b>Figura 8.</b> Desenvolvimento e colapso de uma bolha de cavitação. FONTE: (PILLI et al., 2011) .....	26
<b>Figura 9.</b> Microscopia eletrônica de varredura (MEV) de farelo de semente. (a) in natura, (b) extração por Soxhlet e (c) extração assistida por ultrassom. FONTE: (LI et al., 2012) .....	29

**ÍNDICE DE TABELAS**

<b>Tabela 1.</b> Níveis das variáveis utilizadas na extração por ultrassom do planejamento Box-Behnken .....	32
<b>Tabela 2.</b> Determinação do óleo das partes da macaúba (amêndoa, polpa e mistura amêndoa+polpa) obtido por Soxhlet de rendimento em óleo, teor de $\beta$ -caroteno, composição em ácidos graxos e fitoesteróis.....	35
<b>Tabela 3.</b> Condições experimentais e resultados de rendimento em óleo, teor de $\beta$ -caroteno e fitoesteróis obtidos por ultrassom.....	39
<b>Tabela 4.</b> Efeitos, $p$ -valor e coeficientes das variáveis operacionais para rendimento em óleo, $\beta$ -caroteno e fitoesteróis totais.....	41
<b>Tabela 5.</b> Resultados nas condições de máximo rendimento em óleo, $\beta$ -caroteno e fitoesteróis totais de $F_{cal}$ , $F_{tab}$ , valor predito e valor experimental.....	48
<b>Tabela 6.</b> Resultados gerados nas condições ótimas referentes ao rendimento, $\beta$ -caroteno, fitoesteróis e ácidos graxos do óleo obtido por ultrassom .....	50

**LISTA DE SÍMBOLOS***Símbolos*

ABS - Absorbância da amostra;

V - Volume (mL);

$E_{1\text{cm}}^{1\%}$  - Coeficiente de absorvidade do  $\beta$ -caroteno (2592);

Y – Rendimento;

P – Peso da amostra (g);

T – Temperatura (K);

b. s. - Base seca;

$\omega$ -6 – Ômega 6;

$\omega$ -3 – Ômega 3;

$\omega$ -9 - Ômega 9;

**SUMÁRIO**

RESUMO.....	VII
ABSTRACT .....	VIII
ÍNDICE DE FIGURAS .....	IXI
ÍNDICE DE TABELAS .....	X
LISTA DE SÍMBOLOS.....	XI
1 INTRODUÇÃO.....	13
1.1. Objetivos .....	15
2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA .....	16
2.1. Macaúba .....	16
2.1.1. Óleo da amêndoa e polpa .....	18
2.2. Composição dos Óleos Vegetais .....	19
2.2.1. $\beta$ -caroteno .....	19
2.2.2. Fitoesteróis .....	21
2.2.3. Ácidos Graxos .....	22
2.3. Métodos de Extração de Óleos Vegetais .....	25
2.3.1. Prensagem .....	24
2.3.2. Solventes orgânicos .....	25
2.3.3. Extração Assistida por Ultrassom.....	26
2.3.4. Estado da arte sobre a extração do óleo da polpa e amêndoa de macaúba.....	26
3 MATERIAIS E MÉTODOS .....	31
3.1. Materiais.....	30
3.2. Preparação das amostras .....	30
3.3. Extração do óleo .....	31
3.3.1. Extração convencional.....	31
3.3.2. Extração Assistida por Ultrassom.....	32

3.4.	Caracterização do óleo .....	34
3.4.1.	$\beta$ -caroteno .....	33
3.4.2.	Fitoesteróis .....	34
3.4.3.	Ácidos Graxos Totais.....	34
3.5.	Análise Estatística .....	34
4	RESULTADOS E DISCUSSÃO .....	35
4.1.	Extração convencional .....	35
4.1.1.	Rendimento em óleo.....	34
4.1.2.	$\beta$ -caroteno .....	34
4.1.3.	Fitoesteróis .....	34
4.1.4.	Ácidos Graxos Totais.....	34
4.2.	Extração Assistida por Ultrassom .....	38
4.2.1.	Rendimento em óleo.....	41
4.2.2.	$\beta$ -caroteno .....	43
4.2.3.	Fitoesteróis .....	45
4.2.4.	Modelo polinomial e maximização .....	46
4.2.5.	Efeito do Ultrassom .....	49
5	CONCLUSÃO .....	52
6	REFERÊNCIAS .....	54

## 1 INTRODUÇÃO

A palmeira macaúba (*Acrocomia aculeata*) pertence à família Arecaceae (SIMIQUELI et al., 2018) é encontrada em grande parte do território brasileiro (DA CONCEIÇÃO et al., 2017) e pode produzir em torno de 4-6 toneladas de óleo vegetal por hectare (CÉSAR et al., 2015), o qual é concentrado na polpa e amêndoa do fruto (ABREU et al., 2012; RÍO et al., 2016).

O óleo da amêndoa de macaúba tem sido estudado por ter ampla aplicação em cosméticos (RÍO et al., 2016) e alimentação humana (ROSA et al., 2019), contém alto teor de ácido laurico, oleico (CÉSAR et al., 2015; SILVA; CARDOSO; PASA, 2016; DÁRIO et al., 2018; ROSA et al., 2019) e dentre os fitoesteróis, prevalecem  $\beta$ -sitosterol e campesterol (RÍO et al., 2016; ROSA et al., 2019; TRENTINI et al., 2019). Por outro lado, o óleo da polpa tem aplicação nas indústrias farmacêuticas, cosméticas (CARDOSO et al., 2017) e alimentícias (TILAHUN et al., 2019) devido a expressiva quantidade de  $\beta$ -caroteno (TRENTINI et al., 2016; TRENTINI et al., 2017b; ARENA et al., 2018) e dentre os ácidos graxos os que se destacam são oleico e palmítico (NUNES et al., 2015; RODRIGUES et al., 2017; LIEB et al., 2019), é atribuído como menor teor de fitoesteróis, quando comparado ao óleo da amêndoa (RÍO et al., 2016; TRENTINI et al., 2016)

Na literatura, foram encontrados trabalhos sobre a extração do óleo da amêndoa de macaúba utilizando extração assistida por ultrassom (ROSA et al., 2019), aparato Soxhlet (LESCANO et al., 2015b; ALVES et al., 2016; OLIVEIRA et al., 2017; DÁRIO et al., 2018; LIEB et al., 2019; ROSA et al., 2019), fluídos pressurizados (TRENTINI et al., 2019) e prensagem (CÉSAR et al., 2015; RÍO et al., 2016). Também foram encontrados relatos da extração do óleo da polpa de macaúba por extração assistida por ultrassom (RODRIGUES et al., 2017), aparato soxhlet (RODRIGUES et al., 2017; DÁRIO et al., 2018; VALÉRIO-PRATES; CELAYETA; CREN, 2019) e prensagem (CÉSAR et al., 2015; LESCANO et al., 2015b; RÍO et al., 2016). No entanto, não foram encontrados estudos sobre a obtenção do óleo a partir de uma mistura de amêndoa e polpa. Esta pesquisa desperta interesse uma vez que o óleo obtido das amêndoas atuará como co-solvente na extração de compostos ativos da polpa, obtendo assim um óleo vegetal enriquecido.

Tecnologia que vem sendo estudada, conhecida por remover maior número de compostos ativos é a extração assistida por ultrassom (SHONS et al., 2017). Também extrai grande quantidade de óleo e com alta qualidade (KUMAR et al., 2017), opera em um período curto de tempo (CHEMAT et al., 2017) e em baixas temperaturas (KUMAR; BANERJEE, 2019), o que reduz o consumo de energia (PANDA; MANICKAM, 2019), além de utilizar menor volume de solvente (TAVARES et al., 2017; HASHEMI et al., 2018). O que contraria o método convencional, que opera em período longo (STEVANATO; SILVA, 2019) e pode haver degradação dos compostos ativos devido ao maior tempo de contato do solvente no soluto (TRENTINI et al., 2019). O mecanismo de ação do ultrassom é atribuído ao fenômeno de cavitação (PANDA; MANICKAM, 2019), o qual ocorre próximo à parede celular vegetativa devido a expansão ou compressão que é causado nas bolhas por vibrações mecânicas (BEJAOUUI et al., 2017) seguido de colápsos (PANDA; MANICKAM, 2017), que contribuem com o rompimento da estrutura da membrana celular facilitando a penetração do solvente na matriz vegetal, promovendo a extração de óleo e outros compostos de interesse devido à maior área de contato entre soluto e solvente (SUN et al., 2011).

Originado do petróleo, *n*-hexano tem sido usado como solvente para extração de óleos, devido ao baixo ponto de ebulição e estabilidade química (CASCANT et al., 2017). No entanto, é altamente tóxico (YUNUS; ZAKI; ALWI, 2018), considerado um poluente para o ar (YUNUS; ZAKI; ALWI, 2018; ZHUANG et al., 2018) e perigoso à saúde humana (PERRIER et al., 2017). Visando a substituição do *n*-hexano, o etanol foi proposto como solvente alternativo na extração de óleos. É conhecido por reduzir a emissão de compostos na atmosfera (BAUMLER; CARRÍN; CARELLI, 2016), possui baixa toxicidade (ZHUANG et al., 2018), produzido por fermentação de uma grande variedade de materiais biológicos tornando-se fonte de menor custo e rotulado como “natural” ou “verde” (BAUMLER; CARRÍN; CARELLI, 2016; TODA; SAWADA; RODRIGUES, 2016). Além de possuir característica polar, cujo é eficiente na solubilização de componentes da matéria-prima quando empregado na extração de óleos (NASCIMENTO et al., 2016). É considerado como bom co-solvente (JUCHEN et al., 2019), pois segundo Capellini et al. (2017) o uso do etanol na extração de óleos pode ser usado como processo de refino, ou seja, a desacidificação, o qual

remove os ácidos graxos livres que estiverem presentes devido a parcial miscibilidade do solvente.

### 1.1. Objetivos

Neste contexto, o objetivo deste trabalho foi de avaliar o desempenho da extração assistida por ultrassom (EAU) do óleo da mistura de amêndoa e polpa de macaúba usando etanol como solvente. Para fins comparativos, os extratos foram obtidos por extração convencional e sem o uso do ultrassom. Para isto, os seguintes objetivos específicos foram estipulados:

- i. Extração do óleo da amêndoa, polpa e da mistura dessas partes da macaúba em Soxhlet, avaliando rendimento em óleo e a composição dos extratos, conforme trabalhos reportados por Cuco; Cardozo-Filho e Silva (2019); Massa et al. (2019).
- ii. Extração assistida por ultrassom do óleo da mistura de amêndoa e polpa de macaúba a partir de um projeto experimental Box-Behnken, com intuito de verificar o efeito das variáveis de processo (temperatura, razão solvente:amostra e tempo) sobre rendimento em óleo e caracterização do extrato;
- iii. Determinação das condições máximas de remoção do óleo obtido por extração assistida por ultrassom;
- iv. Extração do óleo da mistura de amêndoa e polpa nas condições máximas de rendimento em óleo,  $\beta$ -caroteno e fitoesteróis sem o uso do ultrassom e com o uso do ultrassom;
- v. Caracterização dos extratos obtidos por Soxhlet, condições máximas do ultrassom e sem o uso do ultrassom, quanto ao teor de  $\beta$ -caroteno, fitoesteróis e composição em ácidos graxos.



## 2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

### 2.1. Macaúba

A palmeira (Figura 1) da espécie *Acrocomia aculeata* (Jacq.) Lodd., é uma oleaginosa da família Arecaceae abundante no Brasil, pode ser encontrada principalmente nas regiões Sudeste e Centro-Oeste (DÁRIO et al., 2018), nativa da América Latina (ALI et al., 2017), conhecida como macaúba, bocaiuva, bocaiuveira, bacaúva, coco-babão, coco-de-catarro, imbocaia e macaíba (ALMEIDA et al., 1998), considerada um dos maiores potenciais para produção de óleo no Brasil (CARDOSO et al., 2017).



**Figura 1.** Palmeira da espécie *Acrocomia aculeata*. FONTE: (COLOMBO et al., 2018).

Em relação aos aspectos botânicos, a palmeira possui espinhos longos e pontiagudos, seu estipe pode atingir até 25 metros de altura (LIMA et al., 2017) e 20 à 30 cm de diâmetro (ARAÚJO et al., 2017). É resistente a doenças e pragas, também resiste a grandes variações climáticas (CÉSAR et al., 2015). Geralmente a produção é de quatro cachos de frutos (Figura 2) ao ano (MANFIO et al., 2011).



**Figura 2.** Cacho de frutos da palmeira. FONTE: (COLOMBO et al., 2018)

O fruto da palmeira (Figura 3) é dividido em epicarpo que é a casca tendo 23% b.s., mesocarpo é a polpa apresentando 46,7% b.s., endocarpo é a parte enrijecida que envolve a amêndoa de 23,8% b.s. e endosperma é a amêndoa contendo 6,3% b.s. (EVARISTO et al., 2016). A utilização dos mesmos podem gerar diferentes produtos e co-produtos com elevada produtividade sendo que os mesmos possuem ótimas características em sua composição (SOUZA et al., 2016).

De fato, estima-se que a palmeira é uma alternativa de biomassa vegetal (óleos e resíduos sólidos) para muitos setores (TEIXEIRA et al., 2017; GRANJA et al., 2018). Segundo Duarte et al. (2017), a casca é empregada como fertilizante orgânico, combustível sólido e biogás. A amêndoa e polpa são utilizadas como matéria-prima de extração de óleo e posteriormente é gerado os subprodutos do procedimento denominado de bagaço, o qual é direcionado para fabricação de produtos para alimentação animal (FERREIRA et al., 2019), biogás e fertilizante orgânico (DUARTE et al., 2017). A parte rígida que envolve a amêndoa pode ser utilizada na produção de combustível sólido, carvão e carvão ativado (DUARTE et al., 2017).



**Figura 3.** Corte transversal do fruto da palmeira *Acrocomia aculeata*. FONTE: (SILVA; CARDOSO; PASA, 2016)

Esses frutos são diversos entre si (CARDOSO et al., 2017), pois apresentam variação no tamanho, cor da casca e no teor de óleo, diferenças essas que podem estar relacionadas a fatores genéticos (FALASCA; ULBERICH; PITTA-ALVAREZ, 2017). Na amêndoa pode ser encontrados nutrientes como, proteínas, fibras e minerais, bem como, fósforo e manganês (HIANE et al., 2005; HIANE et al., 2006). Já a polpa do fruto é constituída por alto teor de fibras e minerais, os que se destacam são potássio e fósforo (RAMOS et al., 2008).

Essas partes são conhecidas por possuírem alto teor de óleo (RÍO et al., 2016), ao ano é produzido aproximadamente 5000 kg de óleo por hectare (FERRARI; FILHO, 2012), apresentando em sua composição grandes quantidades de ácidos graxos, fitosteróis e  $\beta$ -caroteno (DÁRIO et al., 2018), ou seja, torna a espécie uma boa alternativa para obtenção de óleo vegetal (MANFIO et al., 2011).

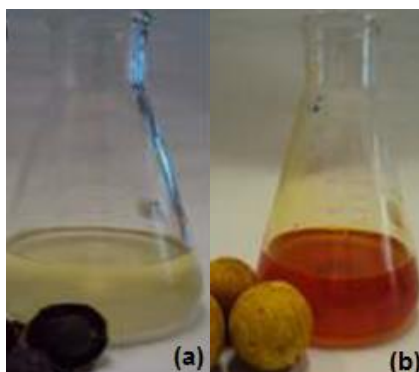
### **2.1.1 Óleo da amêndoa e polpa**

O óleo da amêndoa (Figura 4), comparado ao da polpa possui coloração clara. Segundo Duarte et al. (2017) o óleo é direcionado para indústria química, de cosméticos, farmacêutica e alimentícia, além de ser utilizado para substituir o óleo diesel, biodiesel (SILVA; CARDOSO; PASA, 2016; DA SILVA et al., 2018) e o combustível de aviação (SILVA; CARDOSO; PASA, 2016).

Possui alta concentração de ácido oleico 23-42% (HIANE et al., 2005; DÁRIO et al., 2018; MATOS et al., 2018), ácido laurico em torno de 13-50% (HIANE et al., 2005; RÍO et al., 2016; OLIVEIRA et al., 2017; MATOS et al., 2018) e 3-6% de ácido linoleico (OLIVEIRA et al., 2017; DÁRIO et al., 2018). Por ser rico nesses ácidos graxos, possui elevada importância na produção de cosméticos (LESCANO et al., 2015b; RÍO et al., 2016). Vale destacar também a presença de fósforo, sódio, ferro, manganês, zinco e cobre no óleo da amêndoa (HIANE et al., 2006).

Da polpa da macaúba pode ser extraído o óleo (Figura 4), que possui coloração amarelada o que sugere a presença de carotenoides, que além de outros componentes com valor nutricional (SANJINEZ-ARGANDOÑA; CHUBA, 2011), podendo ser usado em indústrias alimentícias como para produzir óleo de cozinha (HIANE et al., 2005) e gordura comestível (LIMA et al., 2017), em indústrias cosméticas (CARGININ; JUNQUEIRA; FOGAÇA, 2008), como hidratação para pele e tratamentos de rejuvenescimento (LIMA et al., 2003) além de ter bom emprego em indústrias químicas como bioquerosene, glicerol, sabão (DUARTE et al., 2017) e na produção de biodiesel (MACHADO et al., 2015; MICHELIN et al., 2015). A medicina popular usa o óleo como anti-inflamatório (LESCANO et al., 2015a), antidiabético, diurético e analgésico (MAGOSSO et al., 2016).

O óleo é composto por elevada concentração de compostos ativos como  $\beta$ -caroteno (ARENA et al., 2018), flavonoides, fitoesteróis, campesterol e estigmasterol (TRENTINI et al., 2016; RODRIGUES et al., 2017). Além de possuir quantidades significativas de ácidos graxos insaturado e saturado, como oleico (21-40,2%) e palmítico (12,6-65%), respectivamente (HIANE et al., 2005; TRENTINI et al., 2017b). Também apresenta fontes minerais, como potássio, cálcio e fósforo (RAMOS et al., 2008).



**Figura 4.** (a) Óleo extraído da amêndoa e (b) da polpa de macaúba FONTE: (LESCANO et al., 2015b).

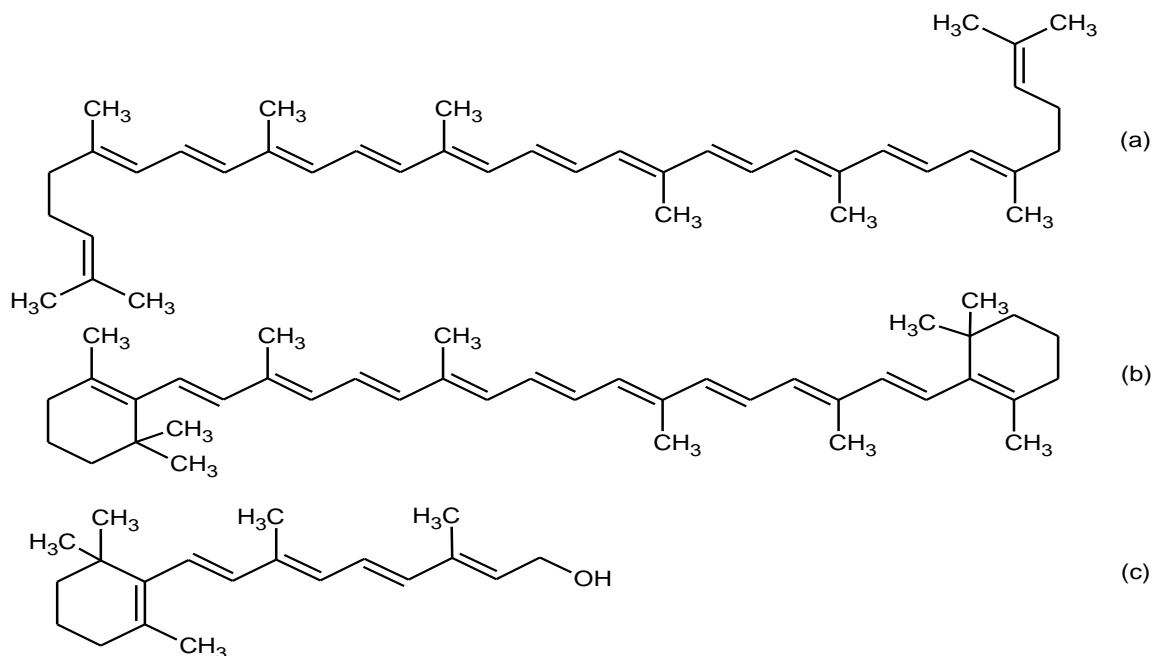
## 2.2 Composição dos Óleos Vegetais

### 2.2.1 $\beta$ -caroteno

Carotenoides são considerados pigmentos que possuem coloração amarela (PERERA; YEN, 2007), fitoquímicos e exclusivamente como hidrocarbonetos (BERNSTEIN et al., 2016), avaliados um dos grupos mais importantes de produtos medicinais naturais (ALTEMIMI et al., 2015). São solúveis em gorduras que existem na natureza (CHENG et al., 2019) podendo ser encontrados em frutas e vegetais (ALTEMIMI et al., 2015; MERCADO-MERCADO et al., 2018).

Pesquisadores são atraídos a estudar este corante natural lipossolúvel e hidrossolúvel, devido suas características serem desejáveis além de ser encontrado facilmente possui diversidade estrutural, função biológica importante, alta versatilidade e toxicidade nula (RUBASHVILI et al., 2018). Pertencem a um grupo que apresenta cerca de 700 compostos orgânicos (ROSELLÓ-SOTO et al., 2015), nos quais são divididos em carotenos como  $\alpha$ -caroteno, (ARVAYO-ENRÍQUEZ et al., 2013),  $\beta$ -caroteno (PROKOPOV; NIKOLOVA; TANEVA, 2017)

(Figura 5) e as xantofilas que representam a fração de carotenoides oxigenados, os quais estão fracionados em  $\beta$ -criptoxantina, luteína e zeaxantina (BERNAL et al., 2011; ARVAYO-ENRÍQUEZ et al., 2013).



**Figura 5.** Estrutura química dos precursores da vitamina A ((a) licopeno, (b)  $\beta$ -caroteno e (c) retinol) FONTE: (STROBBE; LEPELEIRE; ATRAETEN, 2018).

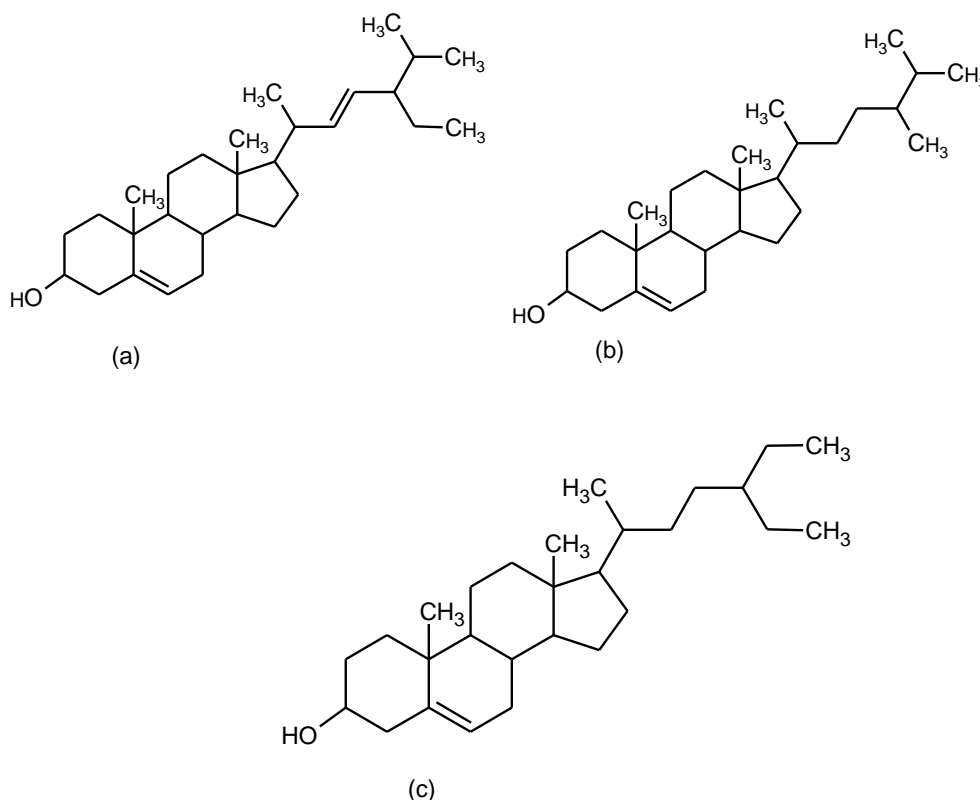
$\beta$ -caroteno é um hidrocarboneto que possui onze ligações duplas conjugadas em sua estrutura (DEY; RATHOD, 2013). É um dos compostos que são conhecidos como precursores da vitamina A (STROBBE; LEPELEIRE; ATRAETEN, 2018). Entre 10 à 50% deste composto consumido é absorvido no trato intestinal (CARPIO; SOTELO; GRUNEBERG, 2017) sendo convertido em vitamina A na parede intestinal (BERNSTEIN et al., 2016; CARPIO; SOTELO; GRUNEBERG, 2017), uma das vitaminas lipossolúveis (LIMA et al., 2017). Devido a presença de inúmeras insaturações, são suscetíveis à oxidação sob ação de luz (LIMA et al., 2017), temperatura e acidez (AMBRÓSIO; CAMPOS; FARO, 2006).

Além do  $\beta$ -caroteno inibir o processo de oxidação da lipoproteína (AMBRÓSIO; CAMPOS; FARO, 2006), também é um potente antioxidante (BERNSTEIN et al., 2016) ligado à prevenção do desenvolvimento de doenças (MORAIS et al., 2017) como as cardiovasculares, aterosclerose (OSGANIAN et al., 2003) e oculares (ALTEMIMI et al., 2015). Esse composto ativo pode ser empregado em produtos cosméticos devido à sua característica de fotoproteção contra a radiação ultravioleta (SAINI; KEUM, 2018).

## 2.2.2 Fitoesteróis

Os fitoesteróis são estudados devido à capacidade de reduzir os níveis de colesterol no sangue (ABU-MWEIS; BARAKE; JONES, 2008; HAMMANN et al., 2019; WANG et al., 2019). Suas estruturas são semelhantes ao colesterol (WANG et al., 2019), porém, se diferem por possuírem um grupo metil no carbono 24 ou uma dupla ligação (LOTTENBERG, 2009). A estrutura é composta por esterol contendo insaturação, hidroxila na terceira posição e uma cadeia lateral na posição dezessete (BOT, 2019).

A Figura 6 apresenta as estruturas químicas dos fitoesteróis que predominam no óleo das palmeiras cujo são stigmasterol, campesterol e  $\beta$ -sitosterol (AGOSTINI-COSTA, 2018). As estruturas são semelhantes, diferindo apenas o número de carbonos que compõe a cadeia lateral e a localização das insaturações (RYAN et al., 2007).



**Figura 6.** Estrutura química dos fitoesteróis: (a) stigmasterol, (b) campesterol e (c)  $\beta$ -sitosterol FONTE: (AGOSTINI-COSTA, 2018).

Podem ser encontrados em vegetais (SCHRODER; VETTER, 2011), cereais, sementes e óleos vegetais (ESCHE et al., 2012). No entanto, na extração

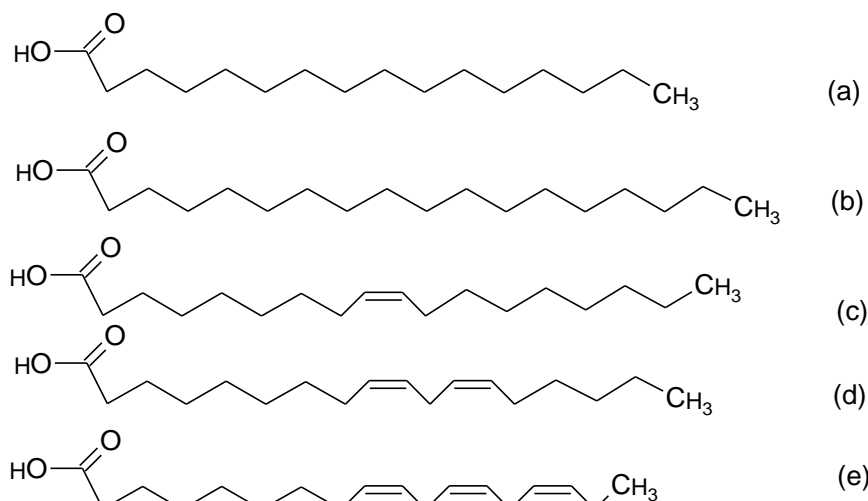
deste composto deve-se ter cuidado em relação à temperatura que estará sujeito, pois pode ocorrer a degradação por tratamento térmico do mesmo (KALLINY; ZAWISTOWSKI, 2019).

Em alguns países foram introduzidos em suplementos alimentares e produtos fortificados (SCHRODER; VETTER, 2011; VU et al., 2019), por possuir características antiaterogênicas, anti-inflamatórias e anticancerígenas (BERGER; JONES; ABUMWEIS, 2004). A ingestão média diária de fitoesteróis varia de 200 a 400 mg, no entanto apenas 1% é absorvido (LOTTENBERG, 2009). Como o Brasil é um país que consome grande quantidade de margarina, algumas indústrias passaram a inserí-los nesse produto (LOTTENBERG, 2009).

### 2.2.3 Ácidos Graxos

Um dos recursos na natureza mais abundante é o ácido graxo (KIM; PARK, 2019), os quais são compostos por cadeias longas de hidrocarbonetos acíclicos, características apolares, sem ramificações, denominados de ácidos carboxílicos (SANTANA et al., 2017), classificados de acordo com o número de átomos de carbono em suas cadeias, como “pequenos” (menor que 8), “médio” (entre 9 e 12), “longo” (entre 14 e 18) e “muito longo” (maior ou igual à 20) (BRADBURY, 2011), rotulados como saturados e insaturados, considerados como monoinsaturados e poliinsaturados (WATANABE; KAWAI, 2018). Os saturados consistem em átomos de carbono ligados entre si através de ligações simples, os monoinsaturados são os que apresentam uma ligação dupla e poliinsaturados os que apresentam duas ou mais (ORSAVOVA et al., 2015), conforme apresenta a Figura 7.

As configurações dos ácidos graxos são divididas em duas formas, *cis* e *trans*, sendo que a *cis* é encontrada na maioria dos insaturados, já a *trans* é o resultado de processamento tecnológico, como a hidrogenação, por exemplo, (ORSAVOVA et al., 2015). Sendo que por suas características estruturais, os ácidos graxos na forma *cis* possui ponto de fusão menor quando comparado ao isômero *trans* (RIBEIRO et al., 2007). As estruturas dos mesmos abrangem em uma extremidade uma longa cadeia de hidrocarbonetos com um grupo carboxila e um grupo metila no outro extremo (GOCEN; BAYARI; GUVEN, 2018). A Figura 7 proporciona analisar algumas estruturas químicas de ácidos graxos.



**Figura 7.** Estrutura química dos ácidos graxos: (I) saturados ((a) palmítico, (b) esteárico); (II) insaturados ((c) oleico, (d) linoleico, (e) linolênico). FONTE: (RAMALHO; SUAREZ, 2013)

O ácido oleico ( $\omega$ -9) é encontrado em gorduras animais e óleos vegetais, são denominados de não essenciais, pois podem ser sintetizados pelo corpo humano a partir de outros ácidos graxos (SAHENA et al., 2009). Além de ser um importantíssimo composto que auxilia na diminuição do conteúdo de lipoproteínas de baixa densidade do sangue e pressão sanguínea (MOHAMMADPOUR et al., 2019). Já os ácidos linoleico ( $\omega$ -6) e linolênico ( $\omega$ -3) possuem a primeira dupla ligação nos C6 e C3, os quais o corpo humano não sintetiza devido à ausência de enzimas adequadas, ou seja, são denominados como ácidos graxos essenciais, que devem ser obtidos a partir de uma dieta (ARA; KARAMI; RAOFIE, 2014).

Nas indústrias existe um grande interesse no potencial dos ácidos graxos essenciais como linoleico ( $\omega$ -6) e linolênico ( $\omega$ -3) (ORSAVOVA et al., 2015), pois foram considerados como compostos nutracêuticos devido auxiliar na manutenção do processo de inflamação do sistema imunológico (ALVES et al., 2016), às funções de desenvolvimento e funcionamento do cérebro e da retina (ORSAVOVA et al., 2015), antiarrítmicas e regulação do metabolismo lipídico (SAHENA et al., 2009), reduzindo doenças cardiovasculares, câncer, diabetes e coagulação sanguínea (MARTIN et al., 2006).



## **2.3 Métodos de Extração de Óleos Vegetais**

### **2.3.1 Prensagem**

Atualmente as indústrias utilizam para produção de óleo comercial a extração por prensagem mecânica utilizando solventes (IXTAINA et al., 2011). No entanto, a técnica de extração conhecida à anos é a extração por prensagem mecânica a frio, isenta de solventes (CHEMAT et al., 2015), de fácil manuseio e é destacada por ser um processo rápido o qual não agride o meio ambiente (SINGH; BARGALE, 2000) e os compostos presentes no extrato são minimamente degradados.

Apesar de apresentarem óleos de boa qualidade, a eficiência deste método é inferior aos processos atualmente utilizados (PIGHINELLI et al., 2009), pois não consegue alcançar alto rendimento comparado a extração utilizando solventes orgânicos, por exemplo (SOTO; CHAMY; ZÚNIGA, 2007), resulta em perda de aproximadamente 20% no bolo que é gerado após a extração (PENHA et al., 2015).

As prensas mais utilizadas para extração de óleo são a prensa parafuso (RADABÁN et al., 2018) e a hidráulica (ABDUH et al., 2016). A prensa parafuso consiste de um parafuso helicoidal que transporta a matéria-prima em um tubo da entrada para a saída da prensa utilizando forças cisalhantes desenvolvidas ao longo do parafuso gerando pressão na matriz que contém o óleo (CHEMAT et al., 2015), a extração pode alcançar rendimento em óleo em torno de 68-80% (AHMAD et al., 2016). As prensas hidráulicas apresentam um cilindro perfurado onde se desloca um êmbolo que faz pressão na matéria-prima, força que é exercida de forma uniaxial sobre o material ocorrendo a separação do extrato da matriz (SOUZA et al., 2015).

### **2.3.2 Solventes orgânicos**

Dentre os métodos de extração, a que se utiliza solvente orgânico é uma das mais conhecidas (CHEMAT et al., 2017), é uma alternativa promissora de utilizá-la em extração de óleos vegetais (PERRIER et al., 2017).

Comumente realizado por equipamento barato e simples que é o aparato Soxhlet (BHUTADA et al., 2016), opera à temperatura de refluxo do solvente e o tempo é de aproximadamente oito horas, fazendo com que o gasto de energia

seja elevado. Técnica conhecida por extrair mais óleo comparado a outras técnicas de extração, no entanto afeta a qualidade do mesmo, podendo acarretar na oxidação dos compostos ativos devido à maior temperatura, (RESHAD; TIWARI; GOUD, 2015), em período longo de remoção de extrato, além de haver maior quantidade de solvente, tornando-o inviável para produção em grande escala (CHANIOTI; TZIA, 2017).

Em meio aos solventes utilizados para extração, *n*-hexano é comumente utilizado na extração de óleos (AMIN et al., 2010), estudos afirmam que este solvente apresenta desvantagens como alta toxicidade e em altas concentrações é considerado como neurotoxina (HAMMOND et al., 2005). As desvantagens do solvente *n*-hexano têm sido usadas para motivar os pesquisadores a buscar aplicação de outros solventes para a substituição na extração de óleos vegetais (RUSSIN et al., 2011) e principalmente sobre a preocupação com as reduções de emissões de compostos orgânicos para a atmosfera (BAUMLER; CARRÍN; CARELLI, 2016).

Na extração de óleos vegetais, o etanol possibilita uma maior extração de açúcares, fosfolipídeos, pigmentos, ceras, permitindo a obtenção de um óleo com maior qualidade comparado a outros solventes (JOHNSON; LUSAS, 1983). Segundo Nascimento et al. (2016) o uso de solventes com característica polar é considerado mais eficaz em relação a solubilização de componentes alvos na matéria-prima.

### **2.3.3 Extração Assistida por Ultrassom**

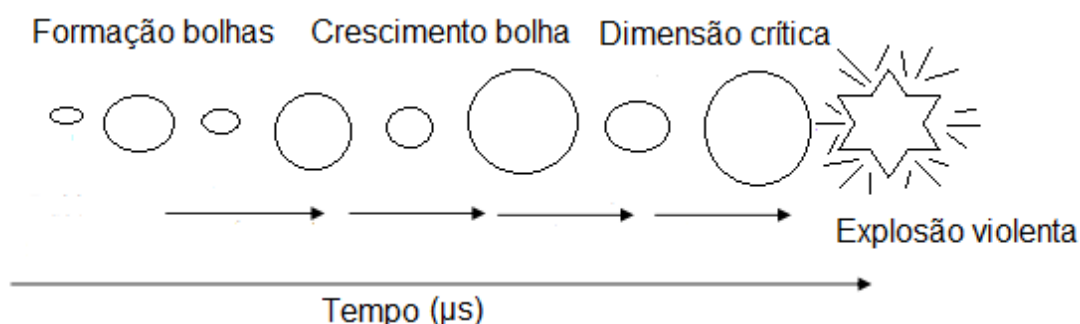
O ultrassom é um equipamento simples que consiste em um banho ultrassônico com a presença de transdutor piezoelétrico, os quais irão converter energia mecânica em ondas sonoras (BISCEGLI, 2003). Os equipamentos disponíveis no mercado atuam à uma frequência mínima de 20-100 kHz, de 100 kHz-1 MHz os quais são denominados de alta frequência e de 1-500 MHz de diagnóstico (PILLI et al., 2011).

Atualmente o ultrassom é empregado para processamento e preservação de alimentos (ANESE et al., 2013) como amaciar carnes, destruir ou inativar células (PILLI et al., 2011; ASHOKKUMAR, 2015), ocasionar disruptura celular vegetativa, promover reações químicas, inibir enzimas (CHEMAT; ZILL-E-HUMA;

KHAI, 2011) e contribuir na extração de óleos vegetais (REZVANKHAH et al., 2018).

A extração assistida por ultrassom (EAU) é um método alternativo e eficiente que pode ser concluído em minutos (IRAKLI; CHATZOPOULOU; EKATERINIADOU, 2018; REZVANKHAH et al., 2018; SALLET et al., 2019), com alta reprodutibilidade (CHEMAT et al., 2017), reduzindo o consumo de solvente e de energia elétrica devido ao curto período de tempo de extração empregado (CHANIOTI; TZIA, 2017) consequentemente melhorando a extração de compostos ativos, como carotenoides, ácidos graxos e fitoesteróis (WANG; WELLER, 2006; PINELA et al., 2019), além de conseguir obter grande quantidade em óleo comparado a outros métodos (PROKOPOV; NIKOLOVA; TANEVA, 2017; GULZAR; BENJAKUL, 2019). Tendo em vista essas vantagens, o método é denominado de técnica verde ou ambientalmente correto (CHEMAT et al., 2017; AMIRI et al., 2019).

O mecanismo de ação deste equipamento é atribuído ao fenômeno denominado de cavitação (PINELA et al., 2019; SALLET et al., 2019). As bolhas de gás e vapor (Figura 8) são formadas a partir de ondas sonoras produzidas por ultrassom, que se movem através das áreas de baixa pressão em um período muito curto de tempo (PEREIRA et al., 2017). Essas bolhas sofrem expansão e compressão que contribui com o crescimento até que alcance a dimensão crítica provocando uma explosão violenta (SIVARAMAKRISHNAN; INCHAROENSAKDI, 2018).

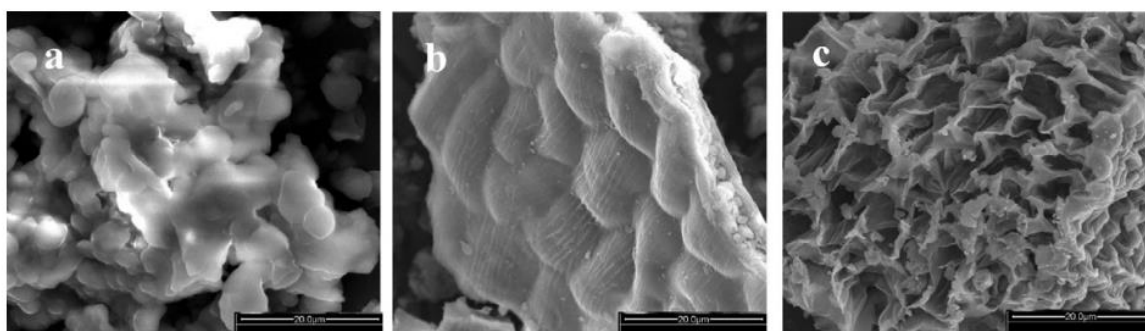


**Figura 8.** Desenvolvimento e colapso de uma bolha de cavitação. FONTE: (PILLI et al., 2011).

A liberação de energia é causada por choque dessas bolhas de gás, originando elevada temperatura, pressão, além de gerar forças cisalhantes que

auxiliam na quebra das paredes vegetativas (BUNDHOO; MOHEE, 2018), na solubilização da matéria-orgânica (GORDON et al., 2018) e facilita a liberação dos compostos de interesse intensificando a transferência de massa (FIGUEIREDO et al., 2018).

A microscopia eletrônica de varredura (MEV) é uma análise para identificar a modificação que ocorre na microestrutura da parede celular vegetativa (CORBIN et al., 2015). A Figura 9 apresenta as mudanças na estrutura submetida à dois diferentes tipos de extração, a imagem (a) representa ao farelo de amostra *in natura*, (b) submetido à extração em Soxhlet e (c) extração por ultrassom.



**Figura 9.** Microscopia eletrônica de varredura do farelo de semente. (a) *in natura*, (b) extração por Soxhlet e (c) extração assistida por ultrassom. FONTE: (LI et al., 2012).

Antes da extração, o farelo se mantém com a estrutura rígida, com a aplicação do Soxhlet as estruturas se mantiveram relativamente intactas e lisas, já com o uso do ultrassom é possível perceber que se formaram orifícios e alguns espaços facilitando a liberação do conteúdo celular (LI et al., 2012).

#### **2.3.4 Estado da arte sobre a extração do óleo da polpa e amêndoa de macaúba**

Na literatura constam trabalhos sobre a extração do óleo da polpa de macaúba pelo método de extração assistida por ultrassom (RODRIGUES et al., 2017), prensagem (SILVA; ANDRADE, 2013; NUNES et al., 2015; RÍO et al., 2016; ALTINO; COSTA; CUNHA, 2017; VALÉRIO-PRATES; CELAYETA; CREN, 2019), extração por líquido pressurizado (TRENTINI et al., 2017a), extração por propano comprimido (TRENTINI et al., 2017b), dióxido de carbono supercrítico (NASCIMENTO et al., 2016), por aparato Soxhlet (BORA; ROCHA, 2004; HIANE

et al., 2005; RAMOS et al., 2008; COIMBRA; JORGE, 2011a; COIMBRA; JORGE, 2011b; COIMBRA; JORGE, 2012; CAVALCANTI-OLIVEIRA et al., 2015; DA CONCEIÇÃO et al., 2015; FAVARO et al., 2017; LIEB et al., 2019), solvente à baixa pressão (TRENTINI et al., 2016), método combinado de prensagem e solvente (PENHA et al., 2015) e por extração líquido-líquido usando etanol e água como solvente (MARIANO et al., 2011).

Também apresenta relatos sobre a extração do óleo da amêndoa de macaúba por prensagem (SILVA; ANDRADE, 2013; RÍO et al., 2016; ALTINO; COSTA; CUNHA, 2017; CALDEIRA et al., 2018), dióxido de carbono supercrítico (NASCIMENTO et al., 2016; TRENTINI et al., 2019), método combinado de prensagem e solvente (PENHA et al., 2015), extração por propano comprimido (TRENTINI et al., 2019), aparato Soxhlet (BORA; ROCHA, 2004; HIANE et al., 2005; COIMBRA; JORGE, 2011a; COIMBRA; JORGE, 2011b; COIMBRA; JORGE, 2012; DA CONCEIÇÃO et al., 2015; LIEB et al., 2019).

Diante desses trabalhos encontrados na literatura, além de verificar o rendimento em óleo da polpa e de amêndoa de macaúba, realizaram também a caracterização desses extratos obtidos quanto à composição de  $\beta$ -caroteno, ácidos graxos, flavonoides e fitoesteróis.

A extração por prensagem a frio concretizada por Nunes et al. (2015) à identificarem os ácidos graxos presentes no óleo extraído da polpa de macaúba antes e após a etapa de refinação foram, oleico, palmítico, linoleico, esteárico, palmitoleico e laurico. Valério-Prates; Celayeta; Cren (2019) caracterizaram o óleo da polpa quanto aos aspectos físico-químicos e composição do mesmo. Em relação à análise físico-química foram determinados o valor de iodo, peróxido, saponificação, impurezas insolúveis, matéria insaponificável, densidade relativa, viscosidade cinemática e conteúdo mineral. Já a composição foram identificados como carotenoides totais  $248 \pm 8 \text{ mg kg}^{-1}$  e quantidade de ácidos graxos de  $25,65\% \pm 0,84$  saturados,  $62,14\% \pm 1,23$  monoinsaturados e  $11,37\% \pm 0,80$  poli-insaturados.

Trentini et al. (2017a) caracterizaram o óleo da polpa extraído por líquido pressurizado quanto à composição em ácidos graxos que prevaleceram oleico e palmítico, teor de  $\beta$ -caroteno  $232,44 \pm 1,53 \text{ mg } 100 \text{ g}^{-1}$  e  $219,19 \pm 3,12 \text{ mg } 100 \text{ g}^{-1}$  e flavonoides com  $14,33 \pm 0,41 \text{ mg } 100 \text{ g}^{-1}$  e  $16,44 \pm 0,51 \text{ mg } 100 \text{ g}^{-1}$ , para etanol e isopropanol, respectivamente.

Trentini et al. (2017b) identificaram no óleo da polpa extraído por propano comprimido, ácido oleico e palmítico como os predominantes. Também quantificaram o teor de  $\beta$ -caroteno que variou entre  $136,66 \pm 1,65 \text{ mg } 100 \text{ g}^{-1}$  à  $356,05 \pm 1,67 \text{ mg } 100 \text{ g}^{-1}$ , devido às diferentes pressões aplicadas. Flavonoides obtiveram  $11,03 \pm 0,07 \text{ mg } 100 \text{ g}^{-1}$  à  $13,12 \pm 0,10 \text{ mg } 100 \text{ g}^{-1}$  e tocoferóis totais de  $13,95 \pm 0,16 \text{ mg } 100 \text{ g}^{-1}$  à  $18,66 \pm 0,31 \text{ mg } 100 \text{ g}^{-1}$ .

Nascimento et al. (2016) contribuíram com estudo de extração e caracterização utilizando dióxido de carbono supercrítico do óleo da amêndoa e polpa de macaúba. No óleo da polpa encontraram oleico, palmítico, linoleico, linolênico e esteárico. Já no óleo da amêndoa foi encontrado oleico, laurico, linoleico, palmítico, mirístico, linolênico, caprílico e cáprico. Trentini et al. (2019) também removeram o óleo da amêndoa por dióxido de carbono supercrítico e propano comprimido, bem como também realizaram a caracterização em relação à quantificação de ácidos graxos livres  $0,11\% \pm 0,01$  e  $0,07\% \pm 0,01$ , fitoesteróis totais de  $24,70 \pm 0,09 \text{ mg } 100 \text{ g}^{-1}$  e  $14,30 \pm 0,53 \text{ mg } 100 \text{ g}^{-1}$  e tocoferóis totais  $8,23 \pm 0,09 \text{ mg } 100 \text{ g}^{-1}$  e  $5,56 \pm 0,22 \text{ mg } 100 \text{ g}^{-1}$ , respectivamente.

A literatura apresenta muitos estudos relacionados à extração do óleo de amêndoa e polpa de macaúba em aparato Soxhlet. Bora e Rocha (2004) caracterizaram em relação à ácidos graxos saturados  $78,93\%$  e  $18,63$ , monoinsaturados  $20,04\%$  e  $65,49\%$  e poli-insaturados  $0\%$  e  $15,56\%$ , respectivamente. Hiane et al. (2005) verificaram que o óleo da amêndoa prevaleceu ácido oleico ( $40,2\%$ ), laurico ( $13\%$ ) e palmítico ( $12,6\%$ ), já o da polpa sobressaíram o oleico ( $65,87\%$ ), palmítico ( $15,96\%$ ) e esteárico ( $5,92\%$ ). Coimbra e Jorge (2011a), Coimbra e Jorge (2012) e Lieb et al. (2019) caracterizaram quanto à composição de ácidos graxos, já Coimbra e Jorge (2011b) caracterizaram os óleos em relação à carotenoides totais e tofoferóis. Da Conceição et al. (2015) extraíram óleo da amêndoa e polpa a partir de 35 genótipos de macaúba de 16 locais em diferentes regiões do Brasil e realizaram a caracterização quanto à composição em ácidos graxos.

Ramos et al. (2008) obtiveram  $\beta$ -caroteno no óleo da polpa extraído por Soxhlet teor de  $49 \pm 2,0 \mu\text{g } \text{g}^{-1}$ . Favaro et al. (2017) avaliaram o efeito do tempo aplicado na secagem das amostras no pré-tratamento e caracterizaram quanto à composição em ácidos graxos.

### 3 MATERIAIS E MÉTODOS

#### 3.1 Materiais

Foram utilizados frutos da palmeira de espécie *Acrocomia aculeata* coletados na Região de Pôrto Rico, Estado do Paraná, Brasil (Coordenadas do Sistema de Posicionamento Global 22°46'15,95" S e 53°16'11,46" O). O solvente utilizado nas extrações foi o etanol (Panreac, pureza 99,9%). Para determinação do teor de  $\beta$ -caroteno e fitoesteróis nos óleos obtidos utilizou-se: *n*-hexano (Anidrol, pureza 98,5%), hidróxido de potássio (Synth, pureza 85%), metanol (Panreac, pureza 99,9%), ácido sulfúrico, heptano (Anidrol), 5 $\alpha$ -colestano (Sigma-Aldrich, pureza > 99%) trifluoreto de boro-metanol e N, O-Bis (trimetilsilil) trifluoroacetamida-BSTFA com trimetilclorosilano-TMCS (Sigma-Aldrich, pureza 99%).

Para composição em ácidos graxos foram utilizados: hidróxido de potássio (Synth), metanol (Panreac, pureza 99,9%), ácido sulfúrico, heptano (Anidrol), heptadecanoato de metila (Sigma-Aldrich, pureza > 99%) e trifluoreto de boro (Sigma-Aldrich, 14% em metanol).

#### 3.2 Preparação das amostras

Os frutos da macaúba foram higienizados e despolidos com o auxílio de faca inox separando a casca da polpa. Assim que foi obtido o endocarpo, parte enrijecida que envolve a amêndoa, os mesmos foram abertos em prensa hidráulica um a um para a obtenção do endosperma (amêndoa), em seguida foram realizados cortes nas partes dos frutos para padronização das amostras.

As partes obtidas foram submetidas à secagem em estufa com circulação de ar (Marconi, MA035) a 60 °C durante 4 horas para amêndoa (TRENTINI et al., 2019) e 8 horas para polpa (TRENTINI et al., 2017b), obtendo umidade final de 4,95%  $\pm$  0,35 e de 12,26%  $\pm$  0,93, respectivamente. Após a secagem, foi realizada a moagem das amostras em liquidificador (Britânia) e classificação em peneiras do tipo Tyler (Bertel, ASTM) para obtenção de partículas com diâmetro médio de 0,557 mm.

### 3.3 Extração do óleo

#### 3.3.1 Extração convencional

A extração convencional foi realizada em aparato Soxhlet, em duplicata, conduzido para obter o óleo da amêndoa, polpa e mistura de amêndoa e polpa (razão mássica 1:1) de acordo com os estudos reportados por Cuco et al. (2019) e .Massa et al. (2019). Cerca de 5 g de amostra foi empregada para remoção de óleo utilizando etanol como solvente na proporção solvente/amostra de 30 (mL g<sup>-1</sup>), sob refluxo durante 480 minutos à aproximadamente em temperatura de 78 °C. Após o período de extração, o solvente presente nos extratos foi removido em estufa com circulação de ar até peso constante e determinado o rendimento em óleo (Equação 1) segundo Instituto Adolfo Lutz (2008).

$$Y (\%) = \frac{m_0}{m_a} 100 \quad (1)$$

em que  $m_0$  é a massa do óleo obtido (g) e  $m_a$  é a massa inicial da amostra (g).

#### 3.3.2 Extração Assistida por Ultrassom

Com o propósito de avaliar a influência das variáveis experimentais temperatura (A), razão solvente:amostra (B) e tempo (C), e determinação das condições que maximizam o rendimento em óleo,  $\beta$ -caroteno e fitoesteróis. Um planejamento experimental Box-Behnken foi gerado por software Statistica® 8.0 (STATSOFTM, Inc.) com três níveis e variáveis diferentes (Tabela 1). Quatro repetições no ponto central foram utilizadas para estimar o erro experimental.

A partir dos resultados obtidos foi realizada a análise de variância (ANOVA) para avaliar os efeitos das variáveis independentes (com intervalo de confiança de 95%) sobre as respostas. Os dados experimentais foram ajustados ao modelo polinomial de segunda ordem, conforme Equação 2.

$$Y = \beta_0 + \sum_{i=1}^3 \beta_i x_i + \sum_{i=1}^3 \beta_{ii} x_i^2 + \sum_{i=1}^2 \sum_{j=i+1}^3 \beta_{ij} x_i x_j \quad (2)$$



onde  $\beta_0$ ,  $\beta_i$ ,  $\beta_{ii}$  e  $\beta_{ij}$  são coeficientes de regressão, ( $\beta_0$ =termo constante,  $\beta_i$ =efeito linear,  $\beta_{ii}$ =efeito quadrático e  $\beta_{ij}$ =termo de interação linear),  $Y$  é a variável de resposta (rendimento em óleo,  $\beta$ -caroteno e fitoesteróis totais) observados nos experimentos.  $X_i$  e  $X_j$  são as variáveis independentes: (temperatura, razão solvente:amostra e tempo).

**Tabela 1.** Níveis codificados das variáveis utilizadas na EAU do óleo da mistura de amêndoa e polpa no projeto experimental Box-Behnken.

Variáveis	Níveis		
	-1	0	1
Temperatura (°C), A	40	55	70
Razão solvente:amostra (mL g <sup>-1</sup> ), B	4	8	12
Tempo (min), C	15	30	45

Os experimentos foram conduzidos em banho ultrassônico com frequência de 25 kHz e potência de 165 W (Ultronique, Q 5.9/40A, Eco-Sonics). A amostra utilizada nos experimentos era uma mistura constituída de amêndoa e polpa na razão mássica de 1:1. Em cada experimento, ~4 g de amostras foram transferidas para frasco Erlenmeyer (250 mL), com adição de etanol nas proporções estabelecidas na Tabela 1. O recipiente contendo a amostra e o solvente foi posicionado no centro do banho ultrassônico acoplado a condensador e conectado a banho termostabilizado (Marconi/MA184), o qual se encontrava na temperatura do experimento. Após o período de extração, a amostra foi filtrada e o solvente remanescente no filtrado foi removido em estufa com circulação de ar forçada, até obtenção de peso constante. A massa de óleo obtida foi utilizada para cálculo de rendimento em óleo ( $Y$ ) a partir da Equação 1.

Para fins comparativos, foram realizadas extrações sem o uso de cavitação no ultrassom, nas condições máximas obtidas com o uso do ultrassom para rendimento em óleo,  $\beta$ -caroteno e fitoesteróis totais e por fim foi aplicado o teste de Tukey com intervalo de 95% para verificar a influência dos parâmetros avaliados.

### 3.4 Caracterização do óleo

#### 3.4.1 $\beta$ –caroteno

O teor de  $\beta$  –caroteno nos óleos foi determinado a partir da Equação 3, com os valores de absorvância (ABS), determinados a 450 nm em espectrofotômetro (Femto 700 Plus), de soluções preparadas com 0,020 g (P) de amostras diluídas em 10 mL de *n*-hexano (V) conforme demonstra o trabalho realizado por Cuco et al. (2019). Utilizou-se o coeficiente de absorvância ( $E_{1\text{cm}}^{1\%}$ ) de 2592 do  $\beta$  –caroteno em *n*-hexano indicado por Ogawa et al. (2007). As análises foram realizadas em triplicata e os resultados expressos em mg 100 g<sup>-1</sup> de óleo.

$$\beta\text{-caroteno} = \frac{(ABS \ V \ 10^4)}{E_{1\text{cm}}^{1\%} \ P} \quad (3)$$

#### 3.4.2 Fitoesteróis

As amostras foram preparadas com ~20 mg de óleo e 20  $\mu$ L de BSTFA/TMCS como derivatizante, mantendo à 60 °C durante 30 minutos. Em seguida, 80  $\mu$ L de 5 $\alpha$ -colestano (5 mg mL<sup>-1</sup>) foi adicionado como padrão interno. Posteriormente, as amostras foram analisadas em espectrômetro de massas acoplado a um cromatógrafo a gás (Shimadzu, CGMS-QP2010 SE) equipado com coluna capilar SH-Rtx-5MS™ (Shimadzu, 30 m  $\times$  0,25 mm  $\times$  0,25  $\mu$ m). As condições cromatográficas foram: inicialmente a coluna foi mantida a 100 °C por 6 min, em seguida, aumentou para 230 °C a uma taxa de 5 °C min<sup>-1</sup> e depois para 280 °C a 15 °C min<sup>-1</sup>. A identificação dos compostos foi obtida a partir do banco de dados das bibliotecas NIST14.lb e NIST14.lbs do software GCMS Postrun Analysis (Shimadzu).

#### 3.4.3 Ácidos Graxos Totais

Cerca de 60 mL de óleo foram colocados em um tubo de ensaio com tampa de rosca, juntamente com 2 mL de uma solução de KOH em metanol (2 mol L<sup>-1</sup>) e a mistura foi aquecida a 100 °C durante 5 minutos. Em seguida, a solução foi acidificada com 5 mL de HCl em metanol (5%, v/v) a 100 °C durante 15 minutos e os ésteres metílicos formados foram separados com a adição de 2

mL de heptano. A composição dos ácidos graxos foi determinada em um cromatógrafo a gás (Shimadzu, CG-2010 Plus) equipado com um detector de ionização de chamas e 1 µL de amostra foi injetado na coluna capilar Rtx-Wax (Shimadzu, 30 m x 0,32 mm x 0,25 mm), utilizando as condições cromatográficas descritas por Stevanato e Silva (2019), os ésteres metílicos foram separados usando N<sub>2</sub> como gás de arraste, utilizando o modo de controle de fluxo de velocidade linear. Os picos cromatográficos foram identificados comparando os tempos de retenção com uma mistura de padrões de esteres metílicos (C8-C24). Os resultados foram expressos em porcentagem relativa da área de pico de cada ácido graxo em relação ao total conforme a Equação 4.

$$\text{Ácidos Graxos (\%)} = \frac{\text{área ácido graxo}}{\text{área total}} 100 \quad (4)$$

### 3.5 Análise Estatística

A comparação entre os resultados obtidos pelas diferentes condições e métodos de extração foi realizada pela análise de variância (ANOVA) com o teste de Tukey, utilizando o software Statistica 8.0 (STATSOFTM, Inc.), em que  $p < 0,05$  foi selecionado para rejeitar a hipótese nula com nível de significância de 95%.

## 4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

### 4.1 Extração convencional

A partir do óleo extraído das partes da macaúba em extrator Soxhlet foi determinado o rendimento em óleo, bem como os teores de β-caroteno, fitoesteróis e composição em ácidos graxos, apresentados na Tabela 2.

**Tabela 2.** Determinação do óleo das partes da macaúba (amêndoa, polpa e mistura amêndoa+polpa) obtido por Soxhlet em rendimento em óleo, teor de  $\beta$ -caroteno, composição em ácidos graxos e fitoesteróis.

<b>Matriz</b>	<b>Amêndoa</b>	<b>Polpa</b>	<b>Amêndoa+Polpa</b>	
<b>Rendimento em óleo (%)</b>	58,16 $\pm$ 0,69	39,10 $\pm$ 0,66	53,65 $\pm$ 0,51	
<b><math>\beta</math>-caroteno (mg 100 g<sup>-1</sup>)</b>	3,16 $\pm$ 1,55	15,01 $\pm$ 0,20	5,84 $\pm$ 0,44	
<b>Fitoesteróis (mg 100 g<sup>-1</sup> de óleo)</b>	<b>Stigmasterol</b>	14,18 $\pm$ 0,60	16,98 $\pm$ 1,12	17,37 $\pm$ 0,57
	<b>Campesterol</b>	13,95 $\pm$ 0,81	5,42 $\pm$ 0,31	9,55 $\pm$ 0,99
	<b><math>\beta</math>-Sitosterol</b>	57,41 $\pm$ 1,24	21,28 $\pm$ 0,75	36,44 $\pm$ 1,28
	<b>Fitoesteróis totais</b>	85,54 $\pm$ 0,88	43,68 $\pm$ 0,73	63,36 $\pm$ 0,95
<b>Ácidos Graxos (g 100 g<sup>-1</sup> óleo)</b>	<b>Caprílico</b>	3,27 $\pm$ 0,13	0,25 $\pm$ 0,12	2,36 $\pm$ 0,13
	<b>Laurico</b>	36,90 $\pm$ 0,34	2,27 $\pm$ 1,61	27,01 $\pm$ 0,80
	<b>Mirístico</b>	7,13 $\pm$ 0,01	0,88 $\pm$ 0,30	5,51 $\pm$ 0,01
	<b>Palmítico</b>	6,33 $\pm$ 0,04	21,65 $\pm$ 0,83	10,53 $\pm$ 0,10
	<b>Palmitoleico</b>	nd	3,71 $\pm$ 0,25	0,92 $\pm$ 0,03
	<b>Estearico</b>	2,80 $\pm$ 0,03	1,15 $\pm$ 0,13	2,50 $\pm$ 0,05
	<b>Oleico</b>	36,55 $\pm$ 0,54	67,06 $\pm$ 1,14	45,31 $\pm$ 0,90
	<b>Linoleico</b>	3,59 $\pm$ 0,10	1,96 $\pm$ 0,10	3,22 $\pm$ 0,10
<b>Linolênico</b>	nd	0,76 $\pm$ 0,10	0,21 $\pm$ 0,01	

nd = não detectado

#### 4.1.1 Rendimento em óleo

O rendimento em óleo das partes de amêndoa e polpa obtidas por extração convencional foram semelhantes ao relatado por Rosa et al. (2019) e Nascimento et al. (2016) de  $51,17\% \pm 1,21$  e de  $31,10\% \pm 0,30$ , respectivamente. Em relação a quantidade de óleo, foi possível notar que o óleo obtido da mistura de amêndoa e polpa apresentou rendimento próximo ao obtido da amêndoa. Entretanto, quando comparado ao rendimento em óleo obtido da polpa, foi notável a diferença, pois a mistura das partes obteve maior quantidade. Além de estar agregando maior teor de óleo comparado ao obtido da polpa, também estará agregando em relação à sua composição química.

A temperatura aplicada na extração convencional foi a de ebulição do solvente ( $78\text{ }^{\circ}\text{C}$ ), ou seja, quando foi aplicada no experimento, a tensão superficial e a viscosidade do solvente diminuíram, facilitando então a solubilização do solvente no soluto, conseqüentemente obtendo maiores rendimentos em óleo (DIAS et al., 2019). No entanto, os compostos de interesse como  $\beta$ -caroteno e fitoesteróis, quando é aplicado elevadas temperaturas pode ocorrer a decomposição térmica destes compostos que por sua vez são termosensíveis (CASTEJÓN; LUNA; SEÑORÁNS, 2018).

#### 4.1.2 $\beta$ -caroteno

O óleo da amêndoa extraído por Soxhlet apresentou teor baixo em  $\beta$ -caroteno, resultado semelhante de ( $1,82\text{ mg } 100\text{ g}^{-1}$ ) reportado por Coimbra e Jorge (2012), o que já era esperado devido a coloração clara. Já o óleo extraído da polpa apresentou teor significativo, com coloração mais intensa entre o amarelo e o laranja. Estudos reportados por Rodrigues et al. (2017) e Trentini et al. (2017a) apresentaram resultados de  $\beta$ -caroteno presente no óleo da polpa semelhantes à este estudo. O teor de  $\beta$ -caroteno encontrado no óleo da mistura de amêndoa e polpa extraído por Soxhlet foi inferior ao encontrado na polpa, entretanto, foi superior comparado ao obtido na amêndoa.

### 4.1.3 Fitoesteróis

Os fitoesteróis extraídos das partes do fruto prevaleceram  $\beta$ -Sitosterol, seguido de Stigmasterol e Campesterol. Sendo que a totalização dos fitoesteróis no óleo da amêndoa apresentou valor expressivo. De acordo com Rosa et al. (2019), o total de fitoesteróis encontrados no óleo da amêndoa foi de 51,23 mg 100 g<sup>-1</sup> na extração convencional utilizado *n*-hexano como solvente e obtiveram valor inferior comparado à este trabalho. Trentini et al. (2019) encontraram apenas 11,17 mg 100 g<sup>-1</sup> de  $\beta$ -sitosterol quando analisado os fitoesteróis presentes no óleo extraído com *n*-hexano. O óleo da polpa foi o que apresentou menor teor de fitoesteróis totais. Já o óleo extraído da mistura de amêndoa e polpa proporcionou valor superior comparado com o obtido no óleo da polpa e inferior comparado ao obtido no óleo da amêndoa.

### 4.1.4 Ácidos Graxos Totais

O óleo da amêndoa apresenta altas concentrações de ácidos graxos saturados (56%) seguido de insaturados (40%). Os que prevalecem são ácido laurico seguido do ácido oleico, resultados análogos ao reportado por Lescano et al. (2015b), Alves et al. (2016) e Silva; Cardoso; Pasa (2016). Outros estudos reportaram níveis de ácido laurico de (42% a 50%) (OLIVEIRA et al., 2017; TRENTINI et al., 2019) e ácido oleico (29% a 33%) (LESCANO et al., 2015b; ALVES et al., 2016). O nível de ácidos graxos encontrados na literatura comparado ao obtido neste estudo apresenta diferenças que podem ser explicadas devido às condições de clima da região em que o fruto foi desenvolvido, ao tempo e temperaturas de secagem em que as matérias-primas foram expostas antes da extração (CICONINI et al., 2013).

O óleo da polpa é composto por grande parte de ácidos graxos insaturados, o oleico é o que predomina, em seguida o ácido palmítico é o que prevalece no grupo de ácidos graxos saturados, ou seja, resultados semelhantes ao reportado por Lescano et al. (2015b), Trentini et al. (2016), Colonelli et al. (2017) e Trentini et al. (2017a). A expressiva quantidade de ácido oleico presente no óleo da polpa está próximo às quantidades compostas em óleos comerciais como de canola, cártamo e girassol (MERRIL et al., 2008).

O óleo obtido da mistura de amêndoa e polpa apresentou grande quantidade de ácidos graxos monoinsaturados e saturados, sendo que os que prevaleceram foram ácido oleico, seguido do láurico e palmítico. O ácido oleico e o palmítico encontrados foram superior comparado ao obtido no óleo da amêndoa e inferior ao óleo da polpa. O laurico foi inferior comparado ao encontrado no óleo da amêndoa e extremamente superior ao obtido no óleo da polpa.

#### **4.2 Extração Assistida por Ultrassom**

Os 16 experimentos realizados por extração assistida por ultrassom (EAU) do óleo da mistura de amêndoa e polpa com variáveis distintas, estão apresentados na (Tabela 3). Também estão expostos resultados de rendimento em óleo, teor de  $\beta$ -caroteno, Stigmasterol, Campesterol,  $\beta$ -sitosterol, bem como o total de fitoesteróis.

Diante dos resultados da Tabela 3, foi aplicado análise de variância (ANOVA) (com intervalo de confiança de 95%) com propósito de avaliar o efeito das variáveis e das interações de acordo com a significância estatística ( $p$ -valor) tanto para efeitos quadráticos quanto para lineares que estão expressos na Tabela 4, para rendimento em óleo,  $\beta$ -caroteno e fitoesteróis totais.

**Tabela 3.** Condições experimentais e resultados de rendimento em óleo, teor de  $\beta$ -caroteno e fitoesteróis obtidos por ultrassom.

	Variáveis			Rendimento em óleo (%)	$\beta$ -caroteno (mg 100 g <sup>-1</sup> )	Fitoesteróis (mg 100 g <sup>-1</sup> de óleo)			
	A	B	C			Stigmasterol	Campesterol	$\beta$ -Sitosterol	Total
1	-1	-1	0	31,46	5,75 ± 0,92	15,62 ± 0,39	9,40 ± 0,46	44,98 ± 0,41	69,99 ± 0,87
2	1	-1	0	34,71	13,15 ± 0,49	10,62 ± 0,25	9,69 ± 0,41	44,40 ± 1,33	64,70 ± 0,45
3	-1	1	0	35,21	7,80 ± 0,89	9,63 ± 0,90	10,60 ± 0,25	46,66 ± 0,93	66,89 ± 0,69
4	1	1	0	37,95	11,72 ± 1,08	16,24 ± 0,29	13,12 ± 0,68	41,12 ± 0,87	70,47 ± 0,74
5	-1	0	-1	34,45	7,05 ± 0,40	13,14 ± 0,35	9,06 ± 0,05	43,80 ± 0,76	66,00 ± 0,43
6	1	0	-1	37,47	12,22 ± 0,21	13,09 ± 0,27	10,39 ± 0,53	42,96 ± 0,35	66,45 ± 0,87
7	-1	0	1	34,67	7,64 ± 1,24	13,51 ± 0,13	11,63 ± 0,16	45,37 ± 0,14	70,51 ± 0,93
8	1	0	1	36,46	13,93 ± 1,07	13,06 ± 0,27	11,45 ± 0,14	48,84 ± 0,40	73,36 ± 0,26
9	0	-1	-1	31,73	8,24 ± 0,74	14,20 ± 0,14	12,77 ± 0,41	45,54 ± 0,54	72,51 ± 0,17
10	0	1	-1	36,64	7,61 ± 0,84	14,38 ± 0,26	14,73 ± 0,16	38,36 ± 1,32	67,47 ± 0,18
11	0	-1	1	32,44	8,09 ± 0,90	13,81 ± 0,59	11,65 ± 0,52	40,55 ± 0,31	66,01 ± 0,37
12	0	1	1	36,68	9,86 ± 0,08	13,18 ± 0,26	13,90 ± 0,62	42,00 ± 0,27	69,08 ± 0,33
13	0	0	0	35,72	6,74 ± 0,16	11,49 ± 0,73	11,38 ± 0,43	40,30 ± 0,32	63,16 ± 0,84
14	0	0	0	35,22	6,45 ± 0,11	11,57 ± 0,82	11,25 ± 0,74	40,29 ± 0,43	63,11 ± 0,67
15	0	0	0	35,71	6,61 ± 0,14	12,35 ± 0,21	11,39 ± 0,38	40,70 ± 0,57	64,44 ± 0,82
16	0	0	0	35,47	6,96 ± 0,15	12,28 ± 0,51	11,56 ± 0,85	40,28 ± 0,48	64,11 ± 0,96



**Tabela 4.** Efeitos,  $p$ -valor e coeficientes das variáveis operacionais para rendimento em óleo,  $\beta$ -caroteno e fitoesteróis totais.

Variáveis	Rendimento em óleo (%)			$\beta$ -caroteno (mg 100 g <sup>-1</sup> )			Fitoesteróis totais (mg 100 g <sup>-1</sup> )		
	Efeito <sup>a</sup>	$p$ -valor <sup>b</sup>	Coeficientes <sup>c</sup>	Efeito <sup>a</sup>	$p$ -valor <sup>b</sup>	Coeficientes <sup>c</sup>	Efeito <sup>a</sup>	$p$ -valor <sup>b</sup>	Coeficientes <sup>c</sup>
<b>Média/Interações</b>	35,00	<0,0001	35,00	9,42	<0,0001	9,42	68,62	<0,0001	68,62
<b>(A) (L)</b>	2,70	0,0001	1,35	5,70	<0,0001	2,85	0,40	0,4600	0,20
<b>(A) (Q)</b>	-0,38	0,0370	-0,19	-2,34	0,0002	-1,17	-2,31	0,0100	-1,16
<b>(B) (L)</b>	4,04	<0,0001	2,02	0,44	0,0638	0,22	0,18	0,7300	0,09
<b>(B) (Q)</b>	1,02	0,0011	0,51	-0,58	0,0129	-0,29	-2,00	0,0100	-1,00
<b>(C) (L)</b>	-0,01	0,9565	-0,01	1,10	0,0055	0,55	1,63	0,0400	0,82
<b>(C) (Q)</b>	0,08	0,5510	0,04	-1,18	0,0016	-0,59	-3,06	<0,0001	-1,53
<b>A x B</b>	-0,25	0,3806	-0,12	-1,74	0,0040	-0,87	4,44	0,0100	2,22
<b>A x C</b>	-0,62	0,0721	-0,31	0,56	0,0812	0,28	1,20	0,1700	0,60
<b>B x C</b>	-0,34	0,2542	-0,17	1,20	0,0116	0,60	4,06	0,0100	2,03

<sup>a</sup> efeito da variável independente sobre a variável resposta; <sup>b</sup> significância estatística  $p < 0,05$ ; <sup>c</sup> coeficientes de modelo polinomial de segunda ordem; L efeito linear; Q efeito quadrático.

#### 4.2.1 Rendimento em óleo

Foi possível perceber na Tabela 3 que o rendimento em óleo da mistura de amêndoa e polpa apresentou valor inferior quando comparado à extração convencional. Chanoti e Tzia (2017) e Rezvankah et al. (2018) também observaram maior rendimento em óleo de oliva e de cânhamo por extração convencional comparado ao EAU, respectivamente. No entanto, o volume utilizado de solvente no estudo com ultrassom foi de um terço do aplicado na extração convencional e tempo de 45 minutos, na extração convencional foi de 480 minutos, ocasionando maior gasto com elevada quantidade de solvente e de energia na extração convencional.

A partir desses resultados, foi aplicado ANOVA, o que tornou possível a identificação das variáveis que apresentaram influência ( $p < 0,05$ ), que foram razão solvente: amostra e temperatura (Tabela 4).

O aumento de solvente no soluto facilita a remoção de óleo devido à maior velocidade com que os jatos de bolhas colidem próximo à parede celular vegetativa (VINATORU; MASON; CALINESCU, 2017). Pois aumenta o gradiente de concentração, tornando a taxa de difusão da matriz sólida para a líquida mais rápida (STANISAVLJEVIC et al., 2007; MOHAMMADPOUR et al., 2019), contribuindo com aumento na solubilidade dos constituintes presentes na amostra (RODRIGUES et al., 2017) tornando eficiente a remoção do óleo (CASTEJÓN; LUNA; SEÑORÁNS, 2018).

Observando a tabela 3, nota-se que o rendimento em óleo é maior quando aumenta a razão solvente:amostra de (4 para 12 mL g<sup>-1</sup>) nos experimentos 1 e 4 (31% à 38%). Resultados semelhantes ao estudo realizado por Stevanato e Silva (2019) na EAU do óleo da semente do nabo farrageiro. Jalili et al. (2018) também notaram que com o aumento da razão solvente:amostra de 7:1 para 13:1 (mL g<sup>-1</sup>) na EAU do óleo da semente de canola, consequentemente o rendimento em óleo era maior de 18% para 27%.

O processo de remoção de óleo é favorecido quando se aumenta a temperatura, como mostra os resultados nos experimentos (1 e 4) da Tabela 3, um aumento de (31% para 38%). Ou seja, à medida que a temperatura aumenta, contribui no aumento da energia cinética (MOHAMMADPOUR et al., 2019), que

causa perturbação nas bolhas de gás que são criadas dentro do equipamento ultrassônico, as quais implodem próximo da amostra (BAHMANI et al., 2017) promovendo o enfraquecimento nos tecidos vegetais (GAYAS; KAUR; GUL, 2017) contribuindo com a diminuição da viscosidade e densidade do solvente (SAHIN; AYBASTIER; ISIK, 2013; RAMANDI et al., 2017), aumentando a solubilidade (SHIRSATH et al., 2017), gerando a separação do óleo ligado no interior da célula vegetativa (GAYAS; KAUR; GUL, 2017) e promovendo a difusão mássica (RODRIGUES et al., 2017).

Gayas; Kaur e Gul (2017) também observaram o aumento no rendimento em óleo da amêndoa de damasco de 42 para 46% quando se elevava a temperatura de 45 à 60 °C no equipamento ultrassônico. Teng et al. (2016) extraíram o óleo da semente de framboesa por EAU e verificaram que a temperatura teve um impacto no aumento de rendimento em óleo obtido nas temperaturas de 40 à 70 °C utilizando etanol como solvente.

Em relação ao tempo, pode-se perceber que não apresentou influência no rendimento em óleo ( $p > 0,05$ ). Isso pode ter ocorrido devido ao tempo de colisão entre a bolha de cavitação e amostra que é extremamente rápido no início da extração, causando mais colapsos dentro de uma unidade de tempo (FU et al., 2017). A difusão dos lipídeos é reduzida a partir de um período (SENRAYAN; VENKATACHALAM, 2019), pois o efeito de cavitação pode ter enfraquecido ou até mesmo desaparecido e ter promovido um estado emulsionante com aplicação de um grande período de extração (KHOEI; CHEKIN, 2016).

De acordo com estudo realizado por Rezvankhah et al. (2018) na extração do óleo de cânhamo por ultrassom também não houve influência no rendimento em óleo aplicando maior período de tempo. Tian et al. (2013) e Selvakumar e Sivashanmugam (2019) observaram que a remoção do óleo da semente de romã e de levedura oleaginosa aumentou nos primeiros 30 minutos, após esse período desacelerou até que atingiu o equilíbrio entre o soluto e o solvente.

#### 4.2.2 $\beta$ -caroteno

A extração assistida por ultrassom alcançou valor expressivo de  $\beta$ -caroteno (Tabela 3), o qual foi superior quando comparado ao obtido na extração convencional, além de extrair quantidade próxima ao menor resultado obtido na extração assistida por ultrassom. Cuco et al. (2019) também observaram o mesmo na EAU do óleo da mistura de semente e casca da abóbora. Estudos realizados por Gulzar e Benjakul (2018), Saini e Keum (2018) e Song et al. (2018) também determinaram maior quantidade de  $\beta$ -caroteno extraído por ultrassom comparado a extração convencional. Trabalhos realizados sobre o ultrassom comprovam que é um equipamento eficiente para a remoção de  $\beta$ -caroteno, devido à ação ser rápida, temperaturas brandas e relação de solvente: amostra serem menores comparado à extração convencional (KYRIAKOPOULOU; PAPADAKI; KROKIDA, 2015).

A partir das concentrações de  $\beta$ -caroteno obtidas, uma análise estatística foi realizada para avaliar o efeito das variáveis operacionais. Analisando estes dados (Tabela 4), foi possível verificar que neste trabalho as variáveis que apresentaram influência ( $p < 0,05$ ) na obtenção de  $\beta$ -caroteno foi temperatura seguido do tempo.

A quantidade de  $\beta$ -caroteno aumentou conforme a temperatura de extração foi elevada de 40 à 70 °C. Com elevadas temperaturas, houve a redução da viscosidade do solvente, contribuindo com a penetração na matriz vegetativa facilitando maior quantidade extraída de  $\beta$ -caroteno (YAN et al., 2015; NORSHAZILA et al., 2017; SAINI; KEUM, 2018). Além de aumentar a solubilidade e difusividade dos carotenoides no solvente (PROKOPOV; NIKOLOVA; TANEVA, 2017). Ou seja, a maior quantidade de  $\beta$ -caroteno é devido a dissolução do soluto em etanol, o que pode ser explicado pela teoria dos parâmetros de solubilidade de Scatchard-Hildebrand (BAN; LI; WANG, 2018). O qual prevê desvios positivos da idealidade, solventes com valores de solubilidade mais próximo do soluto, implicam em coeficientes de atividade mais próximos da unidade, ou seja, maiores valores de solubilidade (TRÊS et al., 2007).

Popova (2017) observou que em elevadas temperaturas houve maior solubilidade de  $\beta$ -caroteno em etanol, dentre os solventes estudados como, hexano, metanol, clorofórmio e cicloexano. Três et al. (2007) também concluíram

que houve influência da temperatura na solubilidade de  $\beta$ -caroteno em etanol, pois quando é elevado a temperatura de 40 à 60 °C, a solubilidade do  $\beta$ -caroteno em etanol também aumenta de 0,540 para 0,700 mg mL<sup>-1</sup>. Li et al. (2017) extraíram  $\beta$ -caroteno de pimentas *Capsicum annuum* L. por EAU e concluíram que em altas temperaturas houve influência na obtenção deste composto ativo.

O tempo também contribuiu na extração de  $\beta$ -caroteno ( $p < 0,05$ ). Quanto maior o tempo de extração, maior é a quantidade de  $\beta$ -caroteno. Ou seja, o mecanismo de ação do ultrassom (cavitação) implica na turbulência gerada por implosão das bolhas na superfície do soluto que facilita a difusão de carotenoides, o período de contato entre o solvente e amostra contribui com maior fissuras, conseqüentemente maior quantidade de  $\beta$ -caroteno (SUN et al., 2011). Ordóñez-Santos; Pinzón-Zarate; González-Salcedo (2015) e Chuyen et al. (2018) estudaram a extração assistida por ultrassom de carotenoides da casca de Gac e de frutos de pessegueiro, e chegaram à conclusão que aplicando período maior de tempo a quantidade de compostos ativos extraídos também eram maiores.

A interação entre a temperatura de extração e a razão solvente: amostra foi significativa ( $p < 0,05$ ) para a obtenção de  $\beta$ -caroteno. Isso indica que aumentando a temperatura que diminui a viscosidade do solvente e aumentando a quantidade de solvente em relação à amostra, conseqüentemente aumenta a solubilidade do  $\beta$ -caroteno em etanol, promovendo maior difusividade deste composto (SUN et al., 2011; DEY; RATHOD, 2013; MASSA et al., 2019).

Já a interação entre razão solvente: amostra e tempo também apresentaram efeito positivo ( $p < 0,05$ ) na extração de  $\beta$ -caroteno. O qual implica em maior quantidade de solvente em relação à amostra, facilitando na obtenção de carotenoide, devido à maior solubilidade. Além de aumentar o gradiente de concentração durante a difusão, logo maior a extração de  $\beta$ -caroteno (GOULA et al., 2017; RODRIGUES et al., 2017). Sun et al. (2011) concluíram que na extração assistida por ultrassom de  $\beta$ -caroteno das cascas de frutas citrinos com a combinação de maiores tempos e razão solvente: amostra obtiveram elevados números de compostos.

### 4.2.3 Fitoesteróis

A Tabela 3 apresenta os teores de stigmasterol, campesterol,  $\beta$ -sitosterol, bem como o total desses fitoesteróis no planejamento Box-Behken realizado por extração assistida por ultrassom do óleo da mistura de amêndoa e polpa. Os resultados não obtiveram grande variação entre os ensaios de fitoesteróis totais. No entanto, quando comparado à extração convencional, o ultrassom conseguiu extrair maior teor de fitoesteróis totais, bem como ocorreu com a extração de  $\beta$ -caroteno. Fato atribuído ao fenômeno de cavitação que ocorre no ultrassom causando mudanças físicas na estrutura celular, pois aumenta a transferência de massa consequentemente facilita a extração de compostos ativos (BIMAKR et al., 2017).

Figueiredo et al. (2018) concluíram que os fitoesteróis extraídos por extração assistida por ultrassom foram superiores ao reproduzido na extração convencional. Stevanato e Silva (2019) extraíram 346,18 mg 100 g<sup>-1</sup> de fitoesteróis totais do óleo de nabo forrageiro, por ultrassom, no entanto por extração convencional obteve 273,47 mg 100 g<sup>-1</sup>. Cuco et al. (2019) estudaram a extração de óleo por ultrassom misturando a casca e a semente de abóbora para obtenção do óleo e conseguiram obter uma quantidade significativa de fitoesteróis como stigmasterol e campesterol comparado ao método convencional. Rosa et al. (2019) utilizaram a EAU para remoção de fitoesteróis totais do óleo da amêndoa de macaúba e extraíram concentração maior comparado à extração convencional.

A partir dos resultados obtidos neste estudo, foi possível realizar uma análise estatística e estimar o efeito das variáveis operacionais que influenciaram no teor de fitoesteróis ( $p < 0,05$ ). O tempo foi a única variável que apresentou influência, pois quanto maior o tempo de extração assistida por ultrassom, maior é a quantidade de fitoesteróis removido. Isso indica que com o uso do ultrassom gera mais fricções na amostra pelo mecanismo de cavitação, contribuindo com mais aberturas na matriz, facilitando a penetração do solvente no centro dos poros das amostras para remoção dos compostos de interesse (ROMDHANE; GOURDON, 2002; CHANIOTI; TZIA, 2019).

A interação entre temperatura e razão solvente: amostra mostrou efeito significativo ( $p < 0,05$ ). Elevando a quantidade de solvente maior foi a solubilidade de fitoesteróis em etanol em elevadas temperaturas. Sabe-se que a constante

dielétrica do etanol é igual à 24,30 (MEDEIROS; KANIS, 2010), ou seja, apresenta característica polar, no entanto, quando a temperatura é elevada, ocorre a redução dessa constante, a polaridade do etanol passa a ser considerada como apolar (constante dielétrica menor que 15), isto é, aumenta o poder de extração em constituintes apolares (EFTHYMIPOULOS et al., 2018). O aumento da temperatura também pode ter provocado um aumento na pressão de vapor do soluto e reduzido a densidade do solvente, aumento a extração de esteroides (EKINCI; GURU, 2014). As variáveis razão solvente: amostra e tempo, também apresentaram influência ( $p < 0,05$ ) na extração deste composto ativo. Figueiredo et al. (2018) extraíram fitoesteroides por ultrassom de óleos vegetais e também observaram a influência da interação entre razão solvente: amostra e tempo ( $p < 0,05$ ).

#### 4.2.4 Modelo polinomial e maximização

O projeto Box-Behnken foi usado para maximizar as condições de extração. A relação entre as variáveis independentes (A, B e C) e as respostas (rendimento em óleo,  $\beta$ -caroteno e fitoesteroides totais) foram estabelecidas usando as equações polinomiais quadráticas (Equações 5, 6 e 7).

$$\text{Rendimento em óleo (\%)} = 35,43 + 1,35 A + 2,02 B + 0,38 A^2 - 1,02 B^2 \quad (5)$$

$$\beta - \text{caroteno (mg } 100 \text{ g}^{-1}\text{)} = 6,69 + 2,85A + 0,55C + 2,34A^2 + 0,58B^2 + 1,18C^2 - 0,87A + 0,60BC \quad (6)$$

$$\text{Fitoesteroides totais (mg } 100 \text{ g}^{-1}\text{)} = 63,71 + 0,82C + 2,31A^2 + 2B^2 + 3,06C^2 + 2,22AB + 2,03BC \quad (7)$$

O resultado da ANOVA para o modelo quadrático foi realizada para avaliar a significância e adequação do modelo, bem como os efeitos de termos individuais significativos e suas interações nas respostas escolhidas. Também foram gerados valores de  $F_{\text{calc}}$ ,  $F_{\text{tab}}$ , valores preditos e valores experimentais nas

condições de máximo rendimento em óleo,  $\beta$ -caroteno e fitoesteróis totais (Tabela 5).

De acordo com os dados da ANOVA, os valores de  $F_{\text{calc}}$  para os três parâmetros analisados foram superiores ao  $F_{\text{tab}}$ , sendo assim, os modelos gerados foram válidos em relação ao modelo experimental e os valores experimentais obtidos estiveram extremamente próximos dos valores preditos.



**Tabela 5.** Resultados nas condições de máximo rendimento em óleo,  $\beta$ -caroteno e fitoesteróis totais de  $F_{\text{calc}}$ ,  $F_{\text{tab}}$ , valor predito e valor experimental.

	<b>Condições</b>	<b><math>F_{\text{CALC}}</math></b>	<b><math>F_{\text{TAB}}</math></b>	<b>Valor Predito</b>	<b>Valor Experimental</b>
<b>Rendimento em óleo</b>	70 °C, 12 mL g <sup>-1</sup> , 15 min	82,85	3,26	38,16	38,73% $\pm$ 0,52
<b><math>\beta</math>-caroteno</b>	70 °C, 4 mL g <sup>-1</sup> , 15 min	120,32	3,5	14,45	13,90 mg 100 g <sup>-1</sup> $\pm$ 0,53
<b>Fitoesteróis totais</b>	70 °C, 12 mL g <sup>-1</sup> , 45 min	4,18	3,4	76,14	76,96 mg 100 g <sup>-1</sup> $\pm$ 0,50

#### 4.2.5 Efeito do Ultrassom

O efeito do ultrassom foi avaliado nas condições máximas obtidas nas extrações realizadas com a cavitação acionada e com banho ultrassônico com a cavitação desligada. Desses óleos foi determinado rendimento em óleo e caracterizado quanto ao teor de  $\beta$ -caroteno, fitoesteróis totais e ácidos graxos no (Tabela 6).

Analisando a Tabela 6, foi possível observar que em termos de rendimento não houve diferença significativa entre os métodos de extração. Isso pode ser explicado devido ao efeito termodinâmico da temperatura na solubilização do solvente no óleo, pois as temperaturas usadas são de 70 °C, o qual resulta na redução da tensão superficial e na viscosidade do solvente, aumentando então o coeficiente de difusão (CHANIOTI; TZIA, 2008). Ma et al. (2019) também observaram que não houve diferença significativa entre os métodos de extração de óleos aplicados em termos de rendimento. Rosa et al. (2019) compararam o rendimento em óleo obtido da amêndoa de macaúba por ultrassom e sem o uso do ultrassom e encontraram rendimentos próximos de 40 e 36%, respectivamente. Tavares et al. (2017) observaram um aumento relativo de 20% no rendimento em óleo da semente de crambe utilizando ultrassom comparado ao método sem uso do ultrassom.

Em termos de  $\beta$ -caroteno, vale ressaltar que houve diferença significativa entre os métodos de extração para rendimento em óleo e  $\beta$ -caroteno. O uso do ultrassom obteve o dobro de  $\beta$ -caroteno comparado ao método sem o uso. Fato que pode ser explicado devido ao mecanismo de ação do ultrassom (cavitação) que facilita a penetração do solvente na matriz vegetativa contribuindo com fissuras na parede celular alterando as estruturas e promovendo maior extração de compostos ativos (MAKI-ARVELA; HACHEMI; MURZIN, 2014; KYRIAKOPOULOU; PAPADAKI; KROKIDA, 2015; STEVANATO; SILVA, 2019). De acordo com Rodrigues et al. (2016), a extração de  $\beta$ -caroteno do óleo da polpa de macaúba utilizando ultrassom como método de extração, também removeu maior teor de compostos comparado ao sem o uso do ultrassom.

Em relação à fitoesteróis totais, notou-se que houve diferença significativa entre os métodos aplicados. Com o uso do ultrassom houve aumento de 17% no teor de fitoesteróis totais comparado ao sem o uso de ultrassom. Ou seja, na

extração de compostos ativos, o ultrassom é conhecido por extrair maiores teores de fitoesteróis (GABER et al., 2018). Como discutido anteriormente, quando o ultrassom é acionado, ondas de cavitação são formadas no banho ultrassônico gerando forças cisalhantes que facilitam na ruptura da parede celular vegetativa contribuindo no aumento da área de contato entre o solvente e o composto ativo (WANG; WELLER, 2006). Da Silva et al. (2017) extraíram maior concentração de fitoesteróis totais da semente de rabanete utilizando extração assistida por ultrassom comparado ao método convencional.

Em termos de ácidos graxos, os métodos de extração não apresentaram diferença significativa ( $p > 0,05$ ). Na literatura também são encontrados resultados similares como os reportados por Da Silva et al. (2017), Rodrigues et al. (2017) e Stevanato e Silva (2019), que também não identificaram diferença significativa entre os métodos de extração em termos de ácidos graxos.

**Tabela 6.** Resultados gerados nas condições ótimas referentes ao rendimento,  $\beta$ -caroteno, fitoesteróis e ácidos graxos do óleo obtido por ultrassom.

Método de extração	EAU			Sem ultrassom		
	70 °C, 12 mL g <sup>-1</sup> , 15 min	70 °C, 4 mL g <sup>-1</sup> , 15 min	70 °C, 12 mL g <sup>-1</sup> , 45 min	70 °C, 12 mL g <sup>-1</sup> , 15 min	70 °C, 4 mL g <sup>-1</sup> , 15 min	70 °C, 12 mL g <sup>-1</sup> , 45 min
<b>Rendimento em óleo (%)</b>	38,73 ± 0,52 <sup>a</sup>	35,60 ± 0,40 <sup>a</sup>	38,85 ± 0,17 <sup>a</sup>	38,98 ± 0,31 <sup>a</sup>	34,00 ± 1,25 <sup>a</sup>	39,21 ± 0,17 <sup>a</sup>
<b><math>\beta</math>-caroteno (mg 100 g<sup>-1</sup>)</b>	11,65 ± 1,75 <sup>a</sup>	13,90 ± 0,53 <sup>a</sup>	8,01 ± 0,76 <sup>a</sup>	8,14 ± 1,56 <sup>b</sup>	7,63 ± 0,65 <sup>b</sup>	8,08 ± 0,57 <sup>a</sup>
<b>Fitoesteróis totais (mg 100 g<sup>-1</sup>)</b>	70,93 ± 0,70 <sup>a</sup>	71,46 ± 0,78 <sup>a</sup>	76,96 ± 0,50 <sup>a</sup>	58,83 ± 1,26 <sup>b</sup>	50,77 ± 0,40 <sup>b</sup>	63,97 ± 1,74 <sup>b</sup>
<b>Ácidos Graxos (g 100 g<sup>-1</sup> de óleo)</b>						
<b>Caprílico</b>	2,92 ± 0,10 <sup>a</sup>	2,48 ± 0,51 <sup>a</sup>	2,57 ± 0,03 <sup>a</sup>	2,49 ± 0,04 <sup>a</sup>	2,69 ± 0,04 <sup>a</sup>	2,59 ± 0,02 <sup>a</sup>
<b>Laurico</b>	30,76 ± 0,38 <sup>a</sup>	28,91 ± 3,48 <sup>a</sup>	29,02 ± 0,17 <sup>a</sup>	27,07 ± 0,32 <sup>a</sup>	29,84 ± 0,33 <sup>a</sup>	29,14 ± 0,32 <sup>a</sup>
<b>Mirístico</b>	5,56 ± 0,01 <sup>a</sup>	5,75 ± 0,04 <sup>a</sup>	5,72 ± 0,04 <sup>a</sup>	5,54 ± 0,11 <sup>a</sup>	6,09 ± 0,05 <sup>a</sup>	5,85 ± 0,03 <sup>a</sup>
<b>Palmitico</b>	10,29 ± 0,24 <sup>a</sup>	10,70 ± 0,86 <sup>a</sup>	10,31 ± 0,05 <sup>a</sup>	10,11 ± 0,60 <sup>a</sup>	11,16 ± 0,05 <sup>a</sup>	10,48 ± 0,09 <sup>a</sup>
<b>Palmitoleico</b>	1,03 ± 0,01 <sup>a</sup>	0,94 ± 0,01 <sup>a</sup>	0,95 ± 0,03 <sup>a</sup>	1,06 ± 0,22 <sup>a</sup>	1,07 ± 0,08 <sup>a</sup>	0,99 ± 0,00 <sup>a</sup>
<b>Estearico</b>	1,91 ± 0,10 <sup>a</sup>	2,23 ± 0,35 <sup>a</sup>	0,59 ± 0,10 <sup>a</sup>	2,43 ± 2,15 <sup>a</sup>	0,69 ± 0,16 <sup>a</sup>	1,66 ± 0,65 <sup>a</sup>
<b>Oleico</b>	41,58 ± 1,01 <sup>a</sup>	44,83 ± 3,00 <sup>a</sup>	44,64 ± 0,17 <sup>a</sup>	39,54 ± 1,09 <sup>a</sup>	41,45 ± 0,12 <sup>a</sup>	44,31 ± 1,90 <sup>a</sup>
<b>Linoleico</b>	2,90 ± 0,04 <sup>a</sup>	3,23 ± 0,13 <sup>a</sup>	3,30 ± 0,00 <sup>a</sup>	3,23 ± 0,08 <sup>a</sup>	3,49 ± 0,07 <sup>a</sup>	3,30 ± 0,02 <sup>a</sup>
<b>Linolênico</b>	0,20 ± 0,00 <sup>a</sup>	0,22 ± 0,02 <sup>a</sup>	0,26 ± 0,03 <sup>a</sup>	nd <sup>b</sup>	nd <sup>b</sup>	0,34 ± 0,11 <sup>a</sup>

Médias seguidos pela mesma letra minúscula (em cada linha) não difere estatisticamente ( $p < 0,05$ ); nd = não detectado.

## 5 CONCLUSÃO

O óleo da amêndoa da macaúba juntamente com os compostos de interesse presentes na polpa foi alcançado neste estudo. A adição da polpa da macaúba na extração de lipídeos da amêndoa enriqueceu o extrato em relação ao teor de  $\beta$ -caroteno e fitoesteróis, que são os compostos ativos encontrados. O uso de etanol como solvente na extração assistida por ultrassom deu origem a extratos com alta quantidade e qualidade comparada à extração convencional e sem o uso de ultrassom. A partir do planejamento experimental Box-Behnken foi possível verificar o efeito das variáveis e permitir as condições que maximizaram tanto a quantidade de óleo quanto na composição química. A aplicação de maiores volumes de solvente e temperatura favoreceram o rendimento em óleo e o aumento dos compostos ativos estavam relacionados à elevadas temperaturas e ao maior período tempo conduzido por extração assistida por ultrassom. Sendo assim, a qualidade dos extratos possibilita o emprego deste óleo enriquecido para fins alimentícios, cosméticos e farmacêuticos.

## 6 REFERÊNCIAS

- ABDUH, M. Y.; RASRENDRA, C. B.; SUBROTO, E.; MANURUNG, R.; HEERES, H. J. Experimental and modelling studies on the solvent assisted hydraulic pressing of dehulled rubber seeds. **Industrial Crops and Products**, v. 92, p. 67-76, 2016.
- ABREU, A. G.; PRIOLLI, R. H. G.; AZEVEDO-FILHO, J. A.; NUCCI, S. M.; ZUCCHI, M. I.; COELHO, R. M.; COLOMBO, C. A. The genetic structure and mating system of *Acrocomia aculeata* (Arecaceae). **Genetics and Molecular Biology**, v. 35, p. 119-121, 2012.
- ABU-MWEIS, S.; BARAKE, R.; JONES, P. Plant sterols/stanols as cholesterol lowering agents: a meta-analysis of randomized controlled trials. **Food & nutrition research**, v. 52, p. 1811, 2008.
- AGOSTINI-COSTA, T. S. Bioactive compounds and health benefits of some palm species traditionally used in Africa and the Americas – A review. **Journal of Ethnopharmacology**, v. 224, p. 202-229, 2018.
- AHMAD, K. B.; ABDULLAHA, M. E.; HASSANC, N. A.; AMBAK, K. B.; MUSBAH, A.; USMAN, N.; BAKAR, S. K. B. A. Extraction techniques and industrial applications of jatropha curcas. **Jurnal Teknologi**, v. 78, p. 53-60, 2016.
- ALI, B. M., ZANTEN, H. H. E. V., BERENTSEN, P., BASTIAANSEN, J. W. M., BIKKER, P., LANSINK, A. O. Environmental and economic impacts of using co-products in the diets of finishing pigs in Brazil. **Journal of Cleaner Production**, v. 162, p. 247-259, 2017.
- ALMEIDA, S. P.; PROENÇA, C. E. B.; SANO, S. M.; RIBEIRO, J. F. Cerrado: espécies vegetativas úteis. Planaltina: **Embrapa-CPAC**, p. 14-19, 1998.
- ALTEMIMI, A.; LIGHTFOOT, D. A.; KINSEL, M.; WATSON, D. G. Employing Response Surface Methodology for the Optimization of Ultrasound Assisted Extraction of Lutein and  $\beta$ -Carotene from Spinach. **Molecules**, v. 20, p. 6611-6625, 2015.
- ALTINO, H. O. N.; COSTA, B. E. S.; DA CUNHA, R. N. Biosorption optimization of Ni(II) ions on Macauba (*Acrocomia aculeata*) oil extraction residue using fixed-bed column. **Journal of Environmental Chemical Engineering**, v. 5, p. 4895-4905, 2017.
- ALVES, A. V.; ARGANDOÑA, E. J. S.; LINZMEIER, A. M.; CARDOSO, C. A. L.; MACEDO, M. L. R. Chemical composition and food potential of *pachymerus*

*nucleorum* larvae parasitizing *Acrocomia aculeata* kernels. **Plos One**, v. 11, p. 1-9, 2016.

AMBRÓSIO, C. L. B.; CAMPOS, F. A. C. S.; FARO, Z. P. Carotenoides como alternativa contra a hipovitaminose A. **Revista de Nutrição**, v. 19, p. 233-243, 2006.

AMIN, S. K.; HAWASH, S. E. L.; DIWANI, G.; E. L.; RAFEI, S. Kinetics and thermodynamics of oil extraction from *Jatropha curcas* in aqueous acidic hexane solutions. **Journal of American Science**, v. 6, p. 293-300, 2010.

AMIRI, S.; SHAKERI, A.; SOHRABI, M. R.; KHALAJZADEH, S.; GHASEMI, E. Optimization of ultrasonic assisted extraction of fatty acids from *Aesculus hippocastanum* fruit by response surface methodology. **Food Chemistry**, v. 271, p. 762-766, 2019.

ANESE, M.; MIROLO, G.; BERALDO, P.; LIPPE, G. Effect of ultrasound treatments of tomato pulp on microstructure and lycopene *in vitro* bioaccessibility. **Food Chemistry**, v. 136, p. 458-463, 2013.

ARA, K. M.; KARAMI, M.; RAOFIE, F. Application of response surface methodology for the optimization of supercritical carbon dioxide extraction and ultrasound-assisted extraction of *Capparis spinosa* seed oil. **Journal of Supercritical Fluids**, v. 85, p.173-182, 2014.

ARAÚJO, M. R. G.; JÚNIOR, A. F. D. M.; MENEZES, E. V.; BRANDÃO, M. M. A.; COTA, L. G.; OLIVEIRA, D. A. D. A.; ROYO, V. D. A.; VIEIRA, F. A. Fine-scale spatial genetic structure and gene flow in *Acrocomia aculeata* (Arecaceae): Analysis in an overlapping Generation. **Biochemical Systematics and Ecology**, v. 71, p. 147-154, 2017.

ARENA, A. C.; JORGE, B. C.; SILVA, M. C.; DE BARROS, A. L.; FERNANDES, A. A. H.; NÓBREGA, R. H.; MARTINEZ, E. R. M.; CARDOSO, C. A. L.; ANSELMO-FRANCI, J. A.; MUZZI, R. M. *Acrocomia aculeata* oil: Beneficial effects on cyclophosphamide-induced reproductive toxicity in male rats. **Andrologia**, v. 50, p. 01-11, 2018.

ARVAYO-ENRÍQUEZ, H.; MONDACA-FERNÁNDEZ, I.; GORTÁREZ-MOROYOQUI, P.; LÓPES-CERVANTES, J.; RODRÍGUEZ-RAMÍREZ, R. Carotenoids extraction and quantification: a review. **The Royal Society of Chemistry**, v. 5, p. 2916-2924, 2013.

ASHOKKUMAR, M. Applications of ultrasound in food and bioprocessing.

**Ultrasonics Sonochemistry**, v. 25, p. 17-23, 2015.

BAHMANI, L.; ABOONAJMI, M.; ARABHOSSEINI, A.; MIRSAEEDGHAZI, H. Effects of ultrasound pre-treatment on quantity and quality of essential oil of tarragon (*Artemisia dracunculus* L.) leaves. **Journal of Applied Research on Medicinal and Aromatic Plants**, v. 08, p. 47-52, 2017.

BAN, T.; LI, C.-L.; WANG, Q. Determination of the solubility parameter of allyl imidazolium-based ionic liquid using inverse gas chromatography and Hansen solubility parameter in practice. **Journal of Molecular Liquids**, v. 271, p. 265-273, 2018.

BAUMLER, E. R.; CARRÍN, M. E.; CARELLI, A. A. Extraction of sunflower oil using ethanol as solvent. **Journal of Food Engineering**, v. 178, p. 190-197, 2016.

BEJAOU, M. A.; SÁNCHEZ-ORTIZ, A.; SÁNCHEZ, S.; JIMÉNEZ, A.; BELTRÁN, G. The high power ultrasound frequency: Effect on the virgin olive oil yield and quality. **Journal of Food Engineering**, v. 207, p. 10-17, 2017.

BERGER, A.; JONES, P. J. H.; ABUMWEIS, S. S. Plant sterols: factors affecting their efficacy and safety as functional food ingredients. **Lipids in Health and Disease**, v. 3, p. 01-19, 2004.

BERNAL, J.; MENDIOLA, J. A.; IBÁÑEZ, E.; CIFUENTES, A. Advanced analysis of nutraceuticals. **Journal of Pharmaceutical and Biomedical Analysis**, v. 55, p. 758-774, 2011.

BERNSTEIN, P. S.; LI, B.; VACHALI, P. P.; GORUSUPUDI, A.; SHYAM, R.; HENRIKSEN, B. S.; NOLAN, J. M. Lutein, zeaxanthin, and meso-zeaxanthin: The basic and clinical science underlying carotenoid-based nutritional interventions against ocular disease. **Progress in Retinal and Eye Research**, v. 50, p. 34-66, 2016.

BHUTADA, P. R.; JADHAV, A. J.; PINJARI, D. V.; NEMADE, P. R.; JAIN, R. D. Solvent assisted extraction of oil from *Moringa oleifera* Lam. seeds. **Industrial Crops and Products**, v. 82, p. 74-80, 2016.

BIMAKR, M.; GANJLOO, A.; ZARRINGHALAMI, S.; ANSARIAN, E. Ultrasound-assisted extraction of bioactive compounds from *Malva sylvestris* leaves and its comparison with agitated bed extraction technique. **Food Science and Biotechnology**, v. 26, p. 1481-1490, 2017.

BISCEGLI, C. I. Conceitos da Física do Ultra-Som. **Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento**, v. 8, p. 01-18, 2003.



- BORA, P. S.; ROCHA, R. V. M. Macaiba palm: fatty and amino acids composition of fruits. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, v. 4, p. 158-162, 2004.
- BOT, A. Phytosterols. **Encyclopedia of Food Chemistry**, v. 1, p. 225-228, 2019.
- BRADBURY, J. Docosahexaenoic acid (DHA): an ancient nutrient for the modern human brain. **Nutrients**, v. 3, p. 529-544, 2011.
- BRASIL. Produção brasileira de cana-de-açúcar, açúcar e etanol. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento - MAPA, 2018.
- BUNDHOO, Z. M. A.; MOHEE, R. Ultrasound-assisted biological conversion of biomass and waste materials to biofuels: A review. **Ultrasonics - Sonochemistry**, v. 40, p. 298-313, 2018.
- CALDEIRA, A. S.; FABRIS, J. D.; NELSON, D. L.; DAMASCENO, S. M. Removal of textile dye by adsorption on the cake as solid waste from the press-extraction of the macaúba (*Acrocomia aculeata*) kernel oil. **Eclética Química Journal**, v. 43, p. 48-53, 2018.
- CAPELLINI, M. C.; GIACOMINI, V.; CUEVAS, M. S.; RODRIGUES, C. E. C. Rice bran oil extraction using alcoholic solvents: Physicochemical characterization of oil and protein fraction functionality. **Industrial Crops & Products**, v. 104, p. 133-143, 2017.
- CARDOSO, A.; LAVIOLA, B. G.; SANTOS, G. S.; DE SOUZA, H. U.; DE OLIVEIRA, H. B.; VERAS, L. C.; CIANNELLA, R.; FAVARO, S. P. Opportunities and challenges for sustainable production of *A. aculeata* through agroforestry systems. **Industrial Crops and Products**, v. 107, p. 573-580, 2017.
- CARGININ, A.; JUNQUEIRA, N. T. V.; FOGAÇA, C. M. Potencial da macaubeira como fonte de matéria prima para produção de biodiesel. **Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária**, v. 1, p. 9-16, 2008.
- CARPIO, R. R. V.; SOTELO, M. A.; GRUNEBERG, W. J. Contenido de  $\beta$ -Caroteno, Hierro y Zinc, Efecto de Almacenamiento y Tipo de Cocción en Genotipos de Camote (*Ipomoea batatas* L). **Revista de Investigaciones Veterinarias del Perú**, v. 28, p. 242-254, 2017.
- CASCANT, M. M.; BREIL, C.; GARRIGUES, S.; GUARDIA, M. D. L.; FABIANO-TIXIER, A. S.; CHEMAT, F. A green analytical chemistry approach for lipid extraction: computation methods in the selection of green solvents as alternative to hexane. **Analytical and Bioanalytical Chemistry**, v. 409, p. 3527-3539, 2017.

CASTEJÓN, N.; LUNA, P.; SEÑORÁNS, F. J. Alternative oil extraction methods from *Echium plantagineum* L. seeds using advanced techniques and green solvents. **Food Chemistry**, v. 244, p. 75-82, 2018.

CAVALCANTI-OLIVEIRA, E. D.; SILVA, P. R.; ROSA, T. S.; MOURA, N. M. L.; SANTOS, B. C. P.; CARVALHO, D. B.; SOUSA, J. S.; CARVALHINHO, M. T. J. E.; CASTRO, A. M.; FREIRE, D. M. G. Methods to prevent acidification of Macaúba (*Acrocomia aculeata*) fruit pulp oil: A promising oil for producing biodiesel. **Industrial Crops and Products**, v. 77, p. 703-707, 2015.

CÉSAR, A. S.; ALMEIDA, F. A.; SOUZA, R. P.; SILVA, G. C.; ATABANI, A. E. The prospects of using *Acrocomia aculeata* (macaúba) non-edible biodiesel feedstock in Brazil. **Renewable and Sustainable Energy Reviews**, v. 49, p. 1213-1220, 2015.

CHANIOTI, S.; TZIA, C. Evaluation of ultrasound assisted and conventional methods for production of olive pomace oil enriched in sterols and squalene. **LWT - Food Science and Technology**, v. 99, p. 209-216, 2019.

CHANIOTI, S.; TZIA, C. Optimization of ultrasound-assisted extraction of oil from olive pomace using response surface technology: Oil recovery, unsaponifiable matter, total phenol content and antioxidant activity. **LWT Food Science and Technology**, v. 79, p. 178-189, 2017.

CHEMAT, F.; FABIANO-TIXIER, A. S.; VIAN, M. A.; ALLAF, T.; VOROBIEV, E. Solvent-free extraction of food and natural products. **Trends in Analytical Chemistry**, v. 71, p. 157-168, 2015.

CHEMAT, F.; ROMBAUT, N.; MEULLEMIESTRE, A.; TURK, M.; PERINO, S.; FABIANO-TIXIER, A.-S.; ABERT-VIAN, M. Review of green food processing techniques. Preservation, transformation, and extraction. **Innovative Food Science & Emerging Technologies**, v. 41, p. 357-377, 2017.

CHEMAT, F.; ZILL-E-HUMA.; KHAN, M. K. Applications of ultrasound in food technology: Processing, preservation and extraction. **Ultrasonics Sonochemistry**, v. 18, p. 813-835, 2011.

CHENG, D.; ZHANG, Y.; LIU, H.; ZHANG, H.; TAN, K.; MA, H.; LI, S.; ZHENG, H. An improving method for extracting total carotenoids in an aquatic animal *Chlamys nobilis*. **Food Chemistry**, v. 280, p. 45-50, 2019.

CHUYEN, H. V.; NGUYEN, M. H.; ROACH, P. D.; GOLDING, J. B.; PARKS, S. E. Microwave-assisted extraction and ultrasound-assisted extraction for recovering

carotenoids from Gac peel and their effects on antioxidant capacity of the extracts. **Food Science & Nutrition**, v. 06, p. 189-196, 2018.

CICONINI, G.; FAVARO, S. P.; ROSCOE, R.; MIRANDA, C. H. B.; TAPETI, C. F.; MIYAHIRA, M. A. M.; BEARARI, L.; GALVANI, F.; BORSATO, A. V.; COLNAGO, L. A.; NAKA, M. H. Biometry and oil contents of *Acrocomia aculeata* fruits from the Cerrados and Pantanal biomes in Mato Grosso do Sul, Brazil. **Industrial Crops and Products**, v. 45, p. 208-214, 2013.

COIMBRA, M. C.; JORGE, N. Characterization of the pulp and kernel oils from *Syagrus oleracea*, *Syagrus romanzoffiana* and *Acrocomia aculeata*. **Journal of Food Science**, v. 76, p. 1156-1161, 2011a.

COIMBRA, M. C.; JORGE, N. Fatty acids and bioactive compounds of the pulps and kernels of Brazilian palm species, guariroba (*Syagrus oleracea*), jeriva (*Syagrus romanzoffiana*) and macauba (*Acrocomia aculeata*). **Journal of Science Food and Agriculture**, v. 92, p. 679-684, 2012.

COIMBRA, M. C.; JORGE, N. Proximate composition of guariroba (*Syagrus oleracea*), jervivá (*Syagrus romanzoffiana*) and macaúba (*Acrocomia aculeata*) palm fruits. **Food Research International**, v. 44, p. 2139-2142, 2011b.

COLOMBO, C. A., BERTON, L. H. C., DIAZ, B. G., FERRARI, R. A. Macauba: a promising tropical palm for the production of vegetable oil. **OCL**, v. 25, p. 01-09, 2018.

COLONELLI, T. A. S.; TRENTINI, C. P.; DOS SANTOS, K. A.; DE OLIVEIRA, J. V.; CARDOZO-FILHO, L.; DA SILVA, E. A.; DA SILVA, C. Assessment of process variables on the use of macauba pulp oil as feedstock for the continuous production of ethyl esters under pressurized conditions. **Brazilian Journal of Chemical Engineering**, v. 34, p. 831-839, 2017.

CORBIN, C.; FIDEL, T.; LECLERC, E. A.; BARAKZOY, E.; SAGOT, N.; FALGUIÉRES, A.; RENOUEAU, S.; BLONDEAU, J. P.; FERROUD, C.; DOUSSOT, J.; LAINÉ, E.; HANO, C. Development and validation of an efficient ultrasound assisted extraction of phenolic compounds from flax (*Linum usitatissimum* L.) seeds. **Ultrasonics Sonochemistry**, v. 26, p. 176-185, 2015.

CUCO, R. P.; CARDOZO-FILHO, L.; DA SILVA, C. Simultaneous extraction of seed oil and active compounds from peel of pumpkin (*Cucurbita maxima*) using pressurized carbon dioxide as solvent. **The Journal of Supercritical Fluids**, v. 143, p. 8-15, 2019.

DA CONCEIÇÃO, L. D. H. C. S.; ANTONIASSI, R.; JUNQUEIRA, N. T. V.; BRAGA, M. F.; FARIA-MACHADO, A. F.; ROGÉRIO, J. B.; DUARTE, I. D.; BIZZO, H. R. Genetic diversity of macauba from natural populations of Brazil. **BMC Res Notes**, v. 8, p. 01-09, 2015.

DA CONCEIÇÃO, L. R. V.; CARNEIRO, L. M.; GIORDANI, D. S.; DE CASTRO, H. F. Synthesis of biodiesel from macaw palm oil using mesoporous solid catalyst comprising 12-molybdophosphoric acid and niobia. **Renewable Energy**, v. 113, p. 119-128, 2017.

DA SILVA, S. B.; GARCIA, V. A. S.; ARROYO, P. A.; DA SILVA, C. Ultrasound-assisted extraction of radish seed oil with methyl acetate for biodiesel production. **The Canadian Journal of Chemical Engineering**, v. 95, p. 2142-2147, 2017.

DA SILVA, W. L. G.; SALOMÃO, A. A.; DE SOUZA, P. T.; ANSOLIN, M.; TUBINO, M. Binary Blends of Biodiesel from Macauba (*Acromia aculeata*) Kernel Oil with Other Biodiesels. **Journal of the Brazilian Chemical Society**, v. 29, p. 240-247, 2018.

DÁRIO, M. F.; OLIVEIRA, F. F.; MARINS, D. S. S.; BABY, A. R.; VELASCO, M. V. R.; LOBENBERG, R.; BOU-CHACRA, N. A. Synergistic photoprotective activity of nanocarrier containing oil of *Acrocomia aculeata* (Jacq.) Lodd. Ex. Martius—Arecaceae. **Industrial Crops and Products**, v. 112, p. 305–312, 2018.

DEY, S.; RATHOD, V. K. 2013. Ultrasound assisted extraction of b-carotene from *Spirulina platensis*. **Ultrasonics Sonochemistry**, v. 20, p. 271-276, 2013.

DIAS, J. L.; MAZZUTTI, S.; SOUZA, J. A. L. D.; FERREIRA, S. R. S.; SOARES, L. A. L.; STRAGEVITCH, L.; DANIELSKI, L. Extraction of umbu (*Spondias tuberosa*) seed oil using CO<sub>2</sub>, ultrasound and conventional methods: Evaluations of composition profiles and antioxidant activities. **The Journal of Supercritical Fluids**, v. 145, p. 10-18, 2019.

DUARTE, S.; LV, P.; ALMEIDA, G.; ROLÓN, J. C.; PERRÉ, P. Alteration of physico-chemical characteristics of coconut endocarp —*Acrocomia aculeata*— by isothermal pyrolysis in the range 250-550 °C. **Journal of Analytical and Applied Pyrolysis**, v. 126, p. 88-98, 2017.

EFTHYMIPOULOS, I.; HELLIER, P.; LADOMMATOR, N.; RUSSO-PROFILI, A.; EVELEIGH, A.; ALIEV, A.; MILLS-LAMPTEY, B. Influence of solvent selection and extraction temperature on yield and composition of lipids extracted from spent coffee grounds. **Industrial Crops and Products**, v. 119, p. 49-56, 2018.

- EKINCI, M. S.; GURU, M. Extraction of oil and  $\beta$ -sitosterol from peach (*Prunus persica*) seeds using supercritical carbon dioxide. **The Journal of Supercritical Fluids**, v. 92, p. 319-323, 2014.
- ESCHE, R.; BARNSTEINER, A.; SCHOLZ, B.; ENGEL, K. H. Simultaneous Analysis of Free Phytosterols/Phytostanols and Intact Phytosteryl/Phytostanyl Fatty Acid and Phenolic Acid Esters in Cereals. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v. 60, p. 5330-5339, 2012.
- EVARISTO, A. B.; GROSSI, J. A. S.; PIMENTEL, L. D.; GOULART, S. D. M.; MARTINS, A. D.; SANTOS, V. L. D.; MOTOIKE, S. Harvest and post-harvest conditions influencing macauba (*Acrocomia aculeata*) oil quality attributes. **Industrial Crops and Products**, v. 85, p. 63-73, 2016.
- FALASCA, S.; ULBERICH, A.; PITTA-ALVAREZ, S. Development of agroclimatic zoning model to delimit the potential growing areas for macaw palm (*Acrocomia aculeata*). **Theoretical and Applied Climatology**, v. 129, p. 1321-1333, 2017.
- FAVARO, S. P.; TAPETI, C. F.; MIRANDA, C. H. B.; CIACONINI, G.; MIYAHIRA, M. A. M.; ROSCOE, R. Macauba (*Acrocomia aculeata*) pulp oil quality is negatively affected by drying fruits at 60 °C. **Brazilian Archives of Biology and Technology**, v. 60, p. 01-10, 2017.
- FERRARI, R. A.; FILHO, J. A. A. Macauba as promising substrate for crude oil and biodiesel production. **Journal of Agriculture Science and Technology**, v. 2, p. 1119-1126, 2012.
- FERREIRA, F. N. A.; FERREIRA, W. M.; INÁCIO, D. F. S.; NETA, C. S. S.; MOTA, K. C. N.; JÚNIOR, M. B. C.; ROCHA, L. F.; CAICEDO, W. O. In vitro digestion and fermentation characteristics of tropical ingredients, co-products and by-products with potential use in diets for rabbits. **Animal Feed Science and Technology**, v 252, p. 1-10, 2019.
- FIGUEIREDO, L. C.; BONAFE, E. G.; MARTINS, J. G.; MARTINS, A. F.; MARUYAMA, S. A.; JUNIOR, O. O. S.; BIONDO, P. B. F.; MATSUSHITA, M.; VISENTAINER, J. V. Development of an ultrasound assisted method for determination of phytosterols in vegetable oil. **Food Chemistry**, v. 240, p. 441-447, 2018.
- FU, L.; ZHANG, G.; GE, J.; LIAO, K.; HE, Y.; WANG, X.; LI, H. Study on dual-frequency ultrasounds assisted surfactant extraction of oil sands. **Fuel Processing Technology**, v. 167, p. 146-152, 2017.

GABER, M. A. F. M.; TUJILLO, F. J.; MANSOUR, M. P.; JULIANO, P. Improving Oil Extraction from Canola Seeds by Conventional and Advanced Methods. **Food Engineering Reviews**, v. 10, p. 198-210, 2018.

GAYAS, B.; KAUR, G.; GUL, K. Ultrasound-assisted extraction of apricot kernel oil: effects on functional and rheological properties. **Journal of Food Process Engineering**, v. 40, p. 01-10, 2017.

GOCCEN, T.; BAYARI, S. H.; GUVEN, M. H. Conformational and vibrational studies of arachidonic acid, light and temperature effects on ATR-FTIR spectra. **Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy**, v. 203, p. 263-272, 2018.

GORDON, R.; CHAPMAN, J.; POWER, A.; CHANDRA, S.; ROBERTS, J.; COZZOLINO, D. Comparison of Ultrasound-Assisted Extraction with Static Extraction as Pre-Processing Method Before Gas Chromatography Analysis of Cereal Lipids. **Food Analytical Methods**, v. 11, p. 3276-3281, 2018.

GOULA, A. M.; VERVERI, M.; ADAMOPOULOU, A.; KADERIDES, K. Green ultrasound-assisted extraction of carotenoids from pomegranate wastes using vegetable oils. **Ultrasonics Sonochemistry**, v. 34, p. 821-830, 2017.

GRANJA, M. M. C.; MOTOIKE, S. Y.; ANDRADE, A. P. S.; CORREA, T. R.; PICOLI, E. A. T.; KUKI, K. N. Explant origin and culture media factors drive the somatic embryogenesis response in *Acrocomia aculeata* (Jacq.) Lodd. ex Mart., an emerging oil crop in the tropics. **Industrial Crops and Products**, v. 117, p. 1-12, 2018.

GULZAR, S.; BENJAKUL, S. Effect of pre-treatments on yield and properties of lipid extracted from cephalothorax of Pacific white shrimp (*Litopenaeus vannamei*) by ultrasonic assisted process. **LWT - Food Science and Technology**, v. 100, p. 106-113, 2019.

GULZAR, S.; BENJAKUL, S. Ultrasound Waves Increase the Yield and Carotenoid Content of Lipid Extracted From Cephalothorax of Pacific White Shrimp (*Litopenaeus vannamei*). **European Journal of Lipid Science and Technology**, v. 120, p. 01-11, 2018.

HAMMANN, S.; KORF, A.; BULL, I. D.; HAYEN, H.; CRAMP, L. J. E. Lipid profiling and analytical discrimination of seven cereals using high temperature gas chromatography coupled to high resolution quadrupole time-of-flight mass spectrometry. **Food Chemistry**, v. 282, p. 27-35, 2019.

- HAMMOND, E. G.; JOHNSON, L. A.; SU, C.; WANG, T.; WHITE, P. J. Soybean oil. **Bailey's Industrial Oil and Fat Products**, v. 2, p. 577-653, 2005.
- HASHEMI, S. M. B.; KHANEGHAH, A. M.; KOUBAA, M.; BARBA, F. J.; ABEDI, E.; NIAKOUSARI, M.; TAVAKOLI, J. Extraction of essential oil from *Aloysia citriodora* Palau leaves using continuous and pulsed ultrasound: Kinetics, antioxidant activity and antimicrobial properties. **Process Biochemistry**, v. 65, p. 197-204, 2018.
- HIANE, P. A.; BALDASSO, P. A.; MARANGONI, S.; MACEDO, M. L. R. Chemical and nutritional evaluation of kernels of bocaiuva, *Acrocomia aculeata* (Jacq.) Lodd. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, v. 26, p. 683-689, 2006.
- HIANE, P. A.; FILHO, M. M. R.; RAMOS, M. I. L.; MACEDO, M. L. R. Bocaiúva, *Acrocomia aculeata* (Jacq.) Lodd., pulp and kernel oils: characterization and fatty acid composition. **Brazilian Journal of Food Technology**, v. 8, p. 256-259, 2005.
- INSTITUTO ADOLFO LUTZ. Métodos físico-químicos para análise de alimentos (4th ed.). Brasília, Brazil: Anvisa, 2008.
- IRAKLI, M.; CHATZOPOULOU, P.; EKATERINIADOU, L. Optimization of ultrasound-assisted extraction of phenolic compounds: Oleuropein, phenolic acids, phenolic alcohols and flavonoids from olive leaves and evaluation of its antioxidant activities. **Industrial Crops & Products**, v. 124, p. 382-388, 2018.
- IXTAINA, V. Y.; MARTÍNEZ, M. L.; SPOTORNO, V.; MATEO, C. M.; MAESTRI, D. M.; DIEHL, B. W. K.; NOLASCO, S. M.; TOMÁS, S. C. Characterization of chia seed oils obtained by pressing and solvent extraction. **Journal of Food Composition and Analysis**, v. 24, p. 166-174, 2011.
- JALILI, F.; JAFARI, S. M.; EMAM-DJOMEH, Z.; MALEKJANI, N.; FARZANEH, V. Optimization of Ultrasound-Assisted Extraction of Oil from Canola Seeds with the Use of Response Surface Methodology. **Food Analytical Methods**, v. 11, p. 598-612, 2018.
- JOHNSON, L. A.; LUSAS, E. W. Comparison of alternative solvents for oils extraction. **Journal of the American Oil Chemists' Society**, v. 60, p. 229-242, 1983.
- JUCHEN, P. T.; ARAUJO, M. N.; HAMERSKI, F.; CORAZZA, M. L.; VOLL, F. A. P. Extraction of parboiled rice bran oil with supercritical CO<sub>2</sub> and ethanol as co-solvent: Kinetics and characterization. **Industrial Crops and Products**, v.139, 2019.

- KALLINY, S.; ZAWISTOWSKI, J. Phytosterols and Phytostanols. **Encyclopedia of Food Chemistry**, v. 3, p. 289-299, 2019.
- KHOEI, M.; CHEKIN, F. The ultrasound-assisted aqueous extraction of rice bran oil. **Food Chemistry**, v. 194, p. 503-507, 2016.
- KIM, S. K.; PARK, Y. C. Biosynthesis of  $\omega$ -hydroxy fatty acids and related chemicals from natural fatty acids by recombinant *Escherichia coli*. **Applied Microbiology and Biotechnology**, v. 103, p. 191-199, 2019.
- KUMAR, S. P. J.; BANERJEE, R. Enhanced lipid extraction from oleaginous yeast biomass using ultrasound assisted extraction: A greener and scalable process. **Ultrasonics Sonochemistry**, v. 52, p. 25-32, 2019.
- KUMAR, S. P. J.; PRASAD, S. R.; BANERJEE, R.; AGARWAL, D. K.; KULKARNI, K. S.; RAMESH, K. V. Green solvents and technologies for oil extraction from oilseeds. **Chemistry Central Journal**, v. 11, p. 01-07, 2017.
- KYRIAKOPOULOU, K.; PAPADAKI, S.; KROKIDA, M. Life cycle analysis of  $\beta$ -carotene extraction techniques. **Journal of Food Engineering**, v. 167, p. 51-58, 2015.
- LESCANO, C. H.; IWAMOTO, R. D.; SANJINEZ-ARGANDOÑA, E. J.; KASSUYA, C. A. L. Diuretic and anti-inflammatory activities of the microencapsulated *Acrocomia aculeata* (Arecaceae) oil on wistar rats. **Journal of Medicinal Food**, v. 18, p. 656-662, 2015a.
- LESCANO, C. H.; OLIVEIRA, I. P.; SILVA, L. R.; BALDIVIA, D. S.; SANJINEZ-ARGANDOÑA, E. J.; ARRUDA, E. J.; MORAES, I. C. F.; LIMA, F. F. Nutrients content, characterization and oil extraction from *Acrocomia aculeata* (Jacq.) Lodd. fruits. **African Journal of Food Science**, v. 9, p. 113-119, 2015b.
- LI, J.; XIE, J.; YU, J.; LV, J.; ZHANG, J.; WANG, X.; WANG, C.; TANG, C.; ZHANG, Y.; DAWUDA, M. M.; ZHU, D.; MA, G. Reversed-Phase High-Performance Liquid Chromatography for the Quantification and Optimization for Extracting 10 Kinds of Carotenoids in Pepper (*Capsicum annuum* L.) Leaves. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v. 65, p. 8475-8488, 2017.
- LI, T.; QU, X. Y.; ZHANG, Q. A.; WANG, Z. Z. Ultrasound-assisted extraction and profile characteristics of seed oil from *Isatis indigotica* Fort. **Industrial Crops and Products**, v. 35, p. 98-104, 2012.
- LIEB, V. M.; SCHEX, R.; ESQUIVEL, P.; JIMÉNEZ, V. M.; SCHMARR, H. G.; CARLE, R.; STEINGASS, C. B. Fatty acids and triacylglycerols in the mesocarp



and kernel oils of maturing Costa Rican *Acrocomia aculeata* fruits. **NFS Journal**, v. 14-15, p. 6-13, 2019.

LIMA, E. S.; FELFILI, J. M.; MARIMON, B. S.; SCARIOT, A. Diversidade, estrutura e distribuição espacial de palmeiras em um cerrado sensu stricto no Brasil Central - DF. **Revista Brasileira Botânica**, v. 26, p. 361-370, 2003.

LIMA, J. M.; THOMAZINI, M.; TRINDADE, C. S. F.; SANTOS, M. G. Macaúba  $\beta$ -carotene extraction. **The Journal of Engineering and Exact Sciences**, v. 03, p. 796-800, 2017.

LOTTENBERG, A. M. P. Importância da gordura alimentar na prevenção e no controle de distúrbios metabólicos e da doença cardiovascular. **Arquivos Brasileiros de Endocrinologia & Metabologia**, v. 53, p. 595-607, 2009.

MA, Y.; WU, X.; ZHAO, L.; WANG, Y.; LIAO, X. Comparison of the compounds and characteristics of pepper seed oil by pressure-assisted, ultrasound-assisted and conventional solvent extraction. **Innovative Food Science and Emerging Technologies**, v. 54, p. 78-86, 2019.

MACHADO, W.; GUIMARÃES, M. F.; LIRA, F. F.; SANTOS, J. V. F.; TAKAHASHI, L. S. A.; LEAL, A. C.; COELHO, G. T. C. P. Evaluation of two fruit ecotypes (*totali* and *sclerocarpa*) of macaúba (*Acrocomia aculeata*). **Industrial Crops and Products**, v. 63, p. 287-293, 2015.

MAGOSSO, M. F.; CARVALHO, P. C.; SHNEIDER, B. U. C.; PESSATTO, L. R.; PESARINI, J. R.; SILVA, P. V. B.; CORREA, W. A.; KASSUYA, C. A. L.; MUZZI, R. M.; OLIVEIRA, R. J. *Acrocomia aculeata* prevents toxicogenetic damage caused by the antitumor agent cyclophosphamide. **Genetics and Molecular Research**, v. 15, p. 01-14, 2016.

MAKI-ARVELA, P.; HACHEMI, I.; MURZIN, D. Y. Comparative study of the extraction methods for recovery of carotenoids from algae: extraction kinetics and effect of different extraction parameters. **Journal of Chemical Technology and Biotechnology**, v. 89, p. 1607-1626, 2014.

MANFIO, C. E.; MOTOIKE, S. Y.; PIMENTEL, L. D.; VANESSA, Q. A. Y.; SATOI, A. Y. Repetibilidade em características biométricas do fruto de macaúba. **Ciência Rural**, v. 41, p. 70-76, 2011.

MARIANO, B. R. G.; DA SILVA, C. M.; COURI, S.; NOGUEIRA, R. I.; FREITAS, S. P. Partition of free fatty acids in deacidification of macaúba pulp oil by liquid-

liquid extraction using ethanol/water as solvent. **Defect and Diffusion Forum**, v. 312-315, p. 554-559, 2011.

MARTIN, C. A.; ALMEIDA, V. A.; RUIZ, M. R.; VISENTAINER, J. E. L.; MATSHUSHITA, M.; SOUZA, N. E.; VISENTAINER, J. V. Ácidos graxos poliinsaturados ômega-3 e ômega-6: importância e ocorrência em alimentos. **Revista de Nutrição**, v. 19, p. 761-770, 2006.

MASSA, T. B. STEVANATO, N.; CARDOZO-FILHO, L.; DA SILVA, C. Pumpkin (*Cucurbita maxima*) by-products: Obtaining seed oil enriched with active compounds from the peel by ultrasonic-assisted extraction. **Journal of food process engineering**, p. 01-12, 2019.

MATOS, P. R. R.; ANDRADE, C. K. Z.; RODRIGUES, J. D. O.; SALES, M. J. A.; ALMEIDA, A. S.; POLITI, J. R. S. Thermostability and physicochemical properties of two macauba oils and their derivatives related to their use as a lubricant base. **Journal of Thermal Analysis and Calorimetry**, v. 132, p. 293-303, 2018.

MEDEIROS, J. D.; KANIS, L. A. Avaliação do efeito de polietilenoglicóis no perfil de extratos de *Mikania glomerata* Spreng., Asteraceae, e *Passiflora edulis* Sims, Passifloraceae. **Revista Brasileira de Farmacognosia**, v. 20, p. 796-802, 2010.

MERCADO-MERCADO, G.; MONTALVO-GONZÁLEZ, E.; GONZÁLEZ-AGUILAR, G. A.; ALVAREZ-PARRILLA, E.; SÁYAGO-AYERDI, S. G. Ultrasound-assisted extraction of carotenoids from mango (*Mangifera indica* L. 'Ataulfo') by-products on in vitro bioaccessibility. **Food Bioscience**, v. 21, p. 125-131, 2018.

MERRIL, L. I.; PIKE, O. A.; OGDEN, L. V.; DUNN, M. L. Oxidative Stability of Conventional and High-Oleic Vegetable Oils with Added Antioxidants. **Journal of the American oil Chemists' Society**, v. 85, p. 771-776, 2008.

MICHELIN, S.; PENHA, F. M.; SYCHOSKI, M. M.; SHERER, R. P.; TREICHEL, H.; VALÉRIO, A.; LUCCIO, M. D.; DE OLIVEIRA, D.; OLIVEIRA, J. V. Kinetics of ultrasound-assisted enzymatic biodiesel production from Macauba coconut oil. **Renewable Energy**, v. 76, p. 388-393, 2015.

MOHAMMADPOUR, H.; SADRAMELI, S. M.; ESLAMI, F.; ASOODEH, A. Optimization of ultrasound-assisted extraction of *Moringa peregrina* oil with response surface methodology and comparison with Soxhlet method. **Industrial Crops & Products**, v. 131, p. 106-116, 2019.

MORAIS, E. C.; PATIAS, S. G. O.; FERREIRA, N. S. S.; PICANÇO, N. F. M.; RODRIGUES, E. C.; NASCIMENTO, E.; FARIA, R. A. P. G. Compostos bioativos

e características físico-químicas de polpa de araticum *in natura* e pasteurizada. **Brazilian Journal of Food Technology**, v. 20, p. 01-09, 2017.

NASCIMENTO, A. D. P.; SOARES, L. A. L.; STRAGEVITCH, L.; DANIELSKI, L. Extraction of *Acrocomia intumescens* Drude oil with supercritical carbon dioxide: Process modeling and comparison with organic solvent extractions. **The Journal of Supercritical Fluids**, v. 111, p. 1-7, 2016.

NETO, O. Z. S.; BATISTA, E. A. C.; MEIRELLES, A. J. A. The employment of ethanol as solvent to extract Brazil nut oil. **Journal of Cleaner Production**, v. 180, p. 866-875, 2018.

NORSHAZILA, S.; KOY, C. N.; RASHIDI, O.; HO, L. H.; AZRINA, I.; NURUL, N. R. A.; ZARINAH, Z. The Effect of Time, Temperature and Solid to Solvent Ratio on Pumpkin Carotenoids Extracted Using Food Grade Solvents. **Sains Malaysian**, v. 46, p. 231-237, 2017.

NUNES, A. A.; FAVARO, S. P.; GALVANI, F.; MIRANDA, C. H. B. Good practices of harvest and processing provide high quality Macauba pulp oil. **Europe Journal of Lipid Science and Technology**, v. 117, p. 1036-2043, 2015.

OGAWA, M.; MAIA, E. L.; FERNANDES, A.; NUNES, M.; DE OLIVEIRA, M. E.; FREITAS, S. Resíduos do beneficiamento do camarão cultivado: obtenção de pigmentos carotenoides. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, v. 27, p. 333-337, 2007.

OLIVEIRA, I. P.; CORREA, W. A.; NEVES, P. V.; SILVA, P. V. B.; LESCANO, C. H.; MICHELS, F. S.; PASSOS, W. E.; MUZZI, R. M.; OLIVEIRA, S. L.; CAIRES, A. R. L. Optical Analysis of the Oils Obtained from *Acrocomia aculeata* (Jacq.) Lodd: Mapping Absorption-Emission Profiles in an Induced Oxidation Process. **Photonics**, v. 04, p. 01-12, 2017.

ORDÓÑEZ-SANTOS, L. E.; PINZÓN-ZARATE, L. X.; GONZÁLEZ-SALCEDO, L. O. Optimization of ultrasonic-assisted extraction of total carotenoids from peach palm fruit (*Bactris gasipaes*) by-products with sunflower oil using response surface methodology. **Ultrasonics Sonochemistry**, v. 27, p. 560-566, 2015.

ORSAVOVA, J.; MISURCOVA, L.; AMBROZOVA, J. V.; VICHA, R.; MLCEK, J. Fatty Acids Composition of Vegetable Oils and Its Contribution to Dietary Energy Intake and Dependence of Cardiovascular Mortality on Dietary Intake of Fatty Acids. **International Journal of Molecular Sciences**, v. 16, p. 12871-12890, 2015.

- OSGANIAN, S. K.; STAMPFER, M. J.; RIMM, E.; SPIEGELMAN, D.; MANSON, J. E.; WILLETT, W. C. Dietary carotenoids and risk of coronary artery disease in women. **The American Journal of Clinical Nutrition**, v. 77, p. 1390-1399, 2003.
- PANDA, D.; MANICKAM, S. Cavitation Technology—The Future of Greener Extraction Method: A Review on the Extraction of Natural Products and Process Intensification Mechanism and Perspectives. **Applied Sciences**, v. 9, p. 01-21, 2019.
- PANDA, D.; MANICKAM, S. Recent advancements in the sonophotocatalysis (SPC) and doped-sonophotocatalysis (DSPC) for the treatment of recalcitrant hazardous organic water pollutants. **Ultrasonics Sonochemistry**, v. 36, p. 481-496, 2017.
- PENHA, F. M.; REZZADORI, K.; PRONER, M. C.; ZIN, G.; FOGAÇA, L. A.; PETRUS, J. C. C.; DE OLIVEIRA, J. V.; LUCCIO, M. D. Evaluation of permeation of macauba oil and n-hexane mixtures through polymeric commercial membranes subjected to different pre-treatments. **Journal of Food Engineering**, v. 155, p. 79-86, 2015.
- PEREIRA, M. G.; HAMERSKI, F.; ANDRADE, E. F.; SCHEER, A. P.; CORAZZA, M. L. Assessment of subcritical propane, ultrasound-assisted and Soxhlet extraction of oil from sweet passion fruit (*Passiflora alata* Curtis) seeds. **The Journal of Supercritical Fluids**, v. 128, p. 338-348, 2017.
- PERERA, C. O.; YEN, G. M. Functional Properties of Carotenoids in Human Health. **International Journal of Food Properties**, v. 10, p. 201-230, 2007.
- PERRIER, A.; DELSART, C.; BOUSSETTA, N.; GRIMI, N.; CITEAU, M.; VOROBIEV, E. Effect of ultrasound and green solvents addition on the oil extraction efficiency from rapeseed flakes. **Ultrasonics Sonochemistry**, v. 39, p. 58-65, 2017.
- PIGHINELLI, A. L. M. T.; PARK, K. J.; RAUEN, A. M.; OLIVEIRA, R. A. Otimização da prensagem de grãos de girassol e sua caracterização. **Revista Brasileira de Engenharia Agrícola Ambiental**, v. 13, p. 63, 2009.
- PILLI, S.; BHUNIA, P.; YAN, S.; LEBLANC, R. J.; TYAGI, R. D.; SURAMPALLI, R. Y. Ultrasonic pretreatment of sludge: A review. **Ultrasonics Sonochemistry**, v. 18, p. 1-18, 2011.
- PINELA, J.; PRIETO, M. A.; PEREIRA, E.; JABEUR, I.; BARREIRO, M. F.; BARROS, L.; FERREIRA, I. C. F. R. Optimization of heat- and ultrasound-assisted

extraction of anthocyanins from *Hibiscus sabdariffa* calyces for natural food colorants. **Food Chemistry**, v. 275, p. 309-321, 2019.

POPOVA, A. V. Spectral characteristics and solubility of  $\beta$ -carotene and zeaxanthin in different solvents. **Biologie**, v. 70, p. 53-60, 2017.

PROKOPOV, T.; NIKOLOVA, M.; TANEVA, D. Improved carotenoid extraction from bulgarian tomato peels using ultrasonication. **Food Technology**, v. 41, p. 41-49, 2017.

RADABÁN, A.; PARDO, J. E.; GÓMEZ, R.; ÁLVAREZ-ORTÍ, M. Influence of temperature in the extraction of nut oils by means of screw pressing. **LWT - Food Science and Technology**, v. 93, p. 354-361, 2018.

RAMALHO, H. F.; SUAREZ, P. A. Z. A Química dos Óleos e Gorduras e seus Processos de Extração e Refino. **Revista virtual de química**, v. 5, p. 02-15, 2013.

RAMANDI, N. F.; GHASSEMPOUR, A.; NAJAFI, N. M.; GHASEMI, E. Optimization of ultrasonic assisted extraction of fatty acids from *Borago Officinalis* L. flower by central composite design. **Arabian Journal of Chemistry**, v. 10, p. 23-27, 2017.

RAMOS, M. I. L.; RAMOS FILHO, M. M.; HIANE, P. A.; BRAGA NETO, J. A.; SIQUEIRA, E. M. A. Qualidade nutricional da polpa de bocaiuva *Acrocomia aculeata* (Jacq.) Lodd. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, v. 28, p. 90-94, 2008.

RESHAD, A. S.; TIWARI, P.; GOUD, V. V. Extraction of oil from rubber seeds for biodiesel application: Optimization of parameters. **Fuel**, v. 150, p. 636-644, 2015.

REZVANKHAH, A.; EMAM-DJOMEH, Z.; SAFARI, M.; ASKARI, G.; SALAMI, M. Investigation on the extraction yield, quality, and thermal properties of hempseed oil during ultrasound-assisted extraction: A comparative study. **Journal of Food Processing and Preservation**, p. 1-11, 2018.

RIBEIRO, A. P. B.; MOURA, J. M. L. N.; GRIMALDI, R.; GONÇALVES, L. A. G. Interesterificação química: alternativa para obtenção de gorduras zero *trans*. **Química Nova**, v. 30, p. 1295-1300, 2007.

RÍO, J. C.; EVARISTO, A. B.; MARQUES, G.; MARTÍN-RAMOS, P.; MARTÍN-GIL, J.; GUTIÉRREZ, A. Chemical composition and thermal behavior of the pulp and kernel oils from macauba palm (*Acrocomia aculeata*) FRUIT. **Industrial Crops and Products**, v. 84, p. 294-304, 2016.

RODRIGUES, G. M.; DE MELLO, B. T. F.; GARCIA, V. A. S.; DA SILVA, C. Ultrasound-assisted extraction of oil from macauba pulp using alcoholic solvents. **Journal of Food Process Engineering**, p. 01-08, 2017.

ROMDHANE, M.; GOURDON, C. Investigation in solid–liquid extraction: influence of ultrasound. **Chemical Engineering Journal**, v. 87, p. 11-19, 2002.

ROSA, A. C. S.; STEVANATO, N.; IWASSA, I.; GARCIA, V. A. D. S.; SILVA, C. Obtaining oil from Macauba kernels by ultrasound-assisted extraction using ethyl acetate as the solvent. **Brazilian Journal of Food Technology**, v. 22, p. 01-10, 2019.

ROSELLÓ-SOTO, E.; GALANAKIS, C. M.; BRNCIC, M.; ORLIEN, V.; TRUJILLO, F. J.; MAWSON, R.; KNOERZER, K.; TIWARI, B. K.; BARBA, F. J. Clean recovery of antioxidant compounds from plant foods, by products and algae assisted by ultrasounds processing. Modeling approaches to optimize processing conditions. **Trends in Food Science & Technology**, v. 42, p. 134-149, 2015.

RUBASHVILI, I.; TSITSAGI, M.; EBRALIDZE, K.; TSITSISHVILI, V.; EPRIKASHVILI, L.; CHKHAIDZE, M.; ZAUTASHVILI, M. Extraction and Analysis of the Major Carotenoids of Agro-Industrial Waste Materials Using Sequential Extraction Techniques and High Performance Liquid Chromatography. **Eurasian Journal of Analytical Chemistry**, v. 13, p. 01-14, 2018.

RUSSIN, T. A.; BOYE, J. I.; ARCAND, Y.; RAJAMOHAMED, S. H. Alternative Techniques for Defatting Soy: A Practical Review. **Food Bioprocess Technology**. v. 4, p. 200-223, 2011.

RYAN, E.; GALVIN, K.; O'CONNOR, T. P.; MAGUIRE, A. R.; O'BRIEN, N. M. Phytosterol, Squalene, Tocopherol Content and Fatty Acid Profile of Selected Seeds, Grains, and Legumes. **Plant Foods for Human Nutrition**, v. 62, p. 85-91, 2007.

SAHENA, F.; ZAIDUL, I. S. M.; JINAP, S.; KARIM, A. A.; ABBAS, K. A.; NORULAINI, N. A. N.; OMAR, A. K. M. Application of supercritical CO<sub>2</sub> in lipid extraction – A review. **Journal of Food Engineering**, v. 95, p. 240-253, 2009.

SAHIN, S.; AYBASTIER, O.; ISIK, E. Optimisation of ultrasonic-assisted extraction of antioxidant compounds from *Artemisia absinthium* using response surface methodology. **Food Chemistry**, v. 141, p. 1361-1368, 2013.

- SAINI, R. K.; KEUM, Y. S. Carotenoid extraction methods: A review of recent developments. **Food Chemistry**, v. 240, p. 90-103, 2018.
- SALLET, D.; SOUZA, P. O.; FISCHER, L. T.; UGALDE, G.; ZABOT, G. L.; MAZUTTI, M. A.; KUHN, R. C. Ultrasound-assisted extraction of lipids from *Mortierella isabellina*. **Journal of Food Engineering**, v. 242, p. 1-7, 2019.
- SÁNCHEZ, R. J.; FERNÁNDEZ, M. B.; NOLASCO, S. M. Ethanol extraction of canola oil: Kinetics and effects of type of solvent and microwave-pretreatment. **OCL**, v. 26, p. 01-07, 2019.
- SANJINEZ-ARGANDOÑA, E. J.; CHUBA, C. A. M. Caracterização biométrica, física e química de frutos da palmeira bociuva *Acrocomia aculeata* (Jacq) Lodd. **Revista Brasileira de Fruticultura**, v. 33, p. 1023-1028, 2011.
- SANTANA, M. C. A.; RODRIGUES, J. F. H.; CAVALI, J.; BULCÃO, L. F. A. Lipídeos: classificação e principais funções fisiológicas. **Revista eletrônica de veterinária**, v. 18, p. 01-14, 2017.
- SANTOS JÚNIOR, O. O.; MONTANHER, P. F.; BONAFÉ, E. G.; PRADO, I. N.; MARUYAMA, S. A.; MATSUSHITA, M.; VISENTAINER, J. V. A Simple, Fast and Efficient Method for Transesterification of Fatty Acids in Foods Assisted by Ultrasound Energy. **Journal of the Brazilian Chemical Society**, v. 25, p. 1712-1719, 2014.
- SCHRODER, M.; VETTER, W. High-speed counter-current chromatographic separation of phytosterols. **Analytical and Bioanalytical Chemistry**, v. 400, p. 3615-3623, 2011.
- SELVAKUMAR, P.; SIVASHANMUGAM, P. Ultrasound assisted oleaginous yeast lipid extraction and garbage lipase catalyzed transesterification for enhanced biodiesel production. **Energy Conversion and Management**, v. 179, p. 141-151, 2019.
- SENRAYAN, J.; VENKATACHALAM, S. A short extraction time of vegetable oil from *Carica papaya* L. seeds using continuous ultrasound acoustic cavitation: Analysis of fatty acid profile and thermal behavior. **Journal of Food Process Engineering**, p. 01-09, 2019.
- SHIRSATH, S. R.; SABLE, S. S.; GAIKWAD, S. G.; SONAWANE, S. H.; SAINI, D. R.; GOGATE, P. R. Intensification of extraction of curcumin from *Curcuma amada* using ultrasound assisted approach: Effect of different operating parameters. **Ultrasonics Sonochemistry**, v. 38, p. 437-445, 2017.

- SHONS, J. I.; FIORI, K. P.; RIBEIRO, E. B.; ANDRIGHETTI, C. R.; NOGUEIRA, R.; VALLADÃO, D. M. S. Extração assistida por ultrassom e caracterização do óleo da castanha-do-brasil (*Bertholletia excelsa* H.B.K.). **Interciência**, v. 42, p. 586-590, 2017.
- SILVA, G. C. R.; ANDRADE, M. H. C. Development and simulation of a new oil extraction process from fruit of macauba palm tree. **Journal of Food Process Engineering**, v. 36, p 134-145, 2011.
- SILVA, L. N.; CARDOSO, C. C.; PASA, V. M. D. Synthesis and characterization of esters from different alcohols using Macauba almond oil to substitute diesel oil and jet fuel. **Fuel**, v. 166, p. 453-460, 2016.
- SIMIQUELI, G. F.; DE RESENDE, M. D. V.; MOTOIKE, S. Y.; HENRIQUES, E. Inbreeding depression as a cause of fruit abortion in structured populations of macaw palm (*Acrocomia aculeata*): Implications for breeding programs. **Industrial Crops & Products**, v. 112, p. 652-659, 2018.
- SINGH, J.; BARGALE, P. C. Development of a small capacity double stage compression screw press for oil expression. **Journal of Food Engineering**, v. 43, p. 75-82, 2000.
- SIVARAMAKRISHNAN, R.; INCHAROENSAKDI, A. Microalgae as feedstock for biodiesel production under ultrasound treatment – A review. **Bioresource Technology**, v. 250, p. 877-887, 2018.
- SONG, J.; YANG, Q.; HUANG, W.; XIAO, Y.; LI, D.; LIU, C. Optimization of trans lutein from pumpkin (*Cucurbita moschata*) peel by ultrasound-assisted extraction. **Food and Bioproducts Processing**, v. 107, p. 104-112, 2018.
- STANISAVLJEVIC, I. T.; LAZIC, M. L.; VELJKOVIC, V. B. Ultrasonic extraction of oil from tobacco (*Nicotiana tabacum* L.) seeds. **Ultrasonics Sonochemistry**, v. 14, p. 646-652, 2007.
- SOTO, C.; CHAMY, R.; ZÚNIGA, M. E. Enzymatic hydrolysis and pressing conditions effect on borage oil extraction by cold pressing. **Food Chemistry**, v. 102, p. 834-840, 2007.
- SOUZA, G. K.; SCHEUFELE, F. B.; PASA, T. L. B.; ARROYO, P. A.; PEREIRA, N. C. Synthesis of ethyl esters from crude macauba oil (*Acrocomia aculeata*) for biodiesel production. **Fuel**, v. 165, p. 360-366, 2016.
- SOUZA, M. L.; LIRA-GUEDES, A. C.; SILVA, K. P.; GUEDES, M. C.; DAMASCENO, L. F. Extração do óleo de andiroba pelo método de prensagem. I



- Jornada Científica, **Embrapa**, 2015. Disponível em: <<https://ainfo.cnptia.embrapa.br/digital/bitstream/item/140034/1/CPAF-AP-2015-Jornada-Extracao-do-oleo-de-andiroba.pdf>>. Acesso em: 12 fev. 2019.
- STEVANATO, N.; SILVA, C. Radish seed oil: Ultrasound-assisted extraction using ethanol as solvent and assessment of its potential for ester production. **Industrial Crops & Products**, v. 132, p. 283-291, 2019.
- STROBBE, S.; LEPELEIRE, J. D.; ATRAETEN, D. V. D. From *in planta* Function to Vitamin-Rich Food Crops: The ACE of Biofortification. **Frontiers in Plant Science**, v. 9, p. 01-27, 2018.
- SUN, Y.; LIU, D.; CHEN, J.; YE, X.; YU, D. Effects of different factors of ultrasound treatment on the extraction yield of the all-trans- $\beta$ -carotene from citrus peels. **Ultrasonics Sonochemistry**, v. 18, p. 243-249, 2011.
- TAVARES, G. R., MASSA, T. B., GONÇALVES, J. E., DA SILVA, C., DOS SANTOS, W. D. Assessment of ultrasound-assisted extraction of crambe seed oil for biodiesel synthesis by in situ interesterification. **Renewable Energy**, v. 111, p. 659-665, 2017.
- TEIXEIRA, D. A.; MOTTA, C. R. D.; RIBEIRO, C. M. S.; CASTRO, A. M. D. A rapid enzyme-catalyzed pretreatment of the acidic oil of macauba (*Acrocomia aculeata*) for chemoenzymatic biodiesel production. **Process Biochemistry**, v. 53, p. 188-193, 2017.
- TENG, H.; CHEN, L.; HUANG, Q.; WANG, J.; LIN, Q.; LIU, M.; LEE, W. Y.; SONG, H. Ultrasonic-Assisted Extraction of Raspberry Seed Oil and Evaluation of Its Physicochemical Properties, Fatty Acid Compositions and Antioxidant Activities. **Plos one**, v. 11, p. 01-17, 2016.
- TIAN, Y.; XU, Z.; ZHENG, B.; LO, Y. M. Optimization of ultrasonic-assisted extraction of pomegranate (*Punica granatum* L.) seed oil. **Ultrasonics Sonochemistry**, v. 20, p. 202-208, 2013.
- TILAHUN, W. W.; GROSSI, J. A. S.; FAVARO, S. P.; SEDIYAMA, C. S.; GOULART, S. D. M.; PIMENTEL, L. D.; MOTOIKE, S. Y. Increase in oil content and changes in quality of macauba mesocarp oil along storage. **OCL**, v. 26, p. 01-08, 2019.
- TODA, T. A.; SAWADA, M. M.; RODRIGUES, C. E. C. Kinetics of soybean oil extraction using ethanol as solvent: Experimental data and modeling. **Food and bioproducts processing**, v. 98, p. 01-10, 2016.

- TRENTINI, C. P.; CUCO, R. P.; CARDOZO-FILHO, L.; DA SILVA, C. Extraction of macauba kernel oil using supercritical carbon dioxide and compressed propane. **The canadian journal of chemical engineering**, v. 9999, p. 01-08, 2019.
- TRENTINI, C. P.; DA SILVA, S. B.; RODRIGUES, G. M.; GARCIA, V. A. S.; CARDOZO-FILHO, L.; DA SILVA, C. Pressurized Liquid Extraction of Macauba Pulp Oil. **The canadian journal of chemical engineering**, v 95, p. 1579-1584, 2017a.
- TRENTINI, C. P.; OLIVEIRA, D. M.; ZANETTE, C. M.; DA SILVA, C. Low-pressure solvent extraction of oil from macauba (*Acrocomia aculeata*) pulp: characterization of oil and defatted meal. **Ciência Rural**. v. 46, p. 725-731, 2016.
- TRENTINI, C. P.; SANTOS, K. A.; DA SILVA, E. A.; GARCIA, V. A. S.; CARDOZO-FILHO, L.; DA SILVA, C. Oil extraction from macauba pulp using compressed propane. **The Journal of Supercritical Fluids**, v. 126, p. 72-78, 2017b.
- TRÊS, M. V.; FRANCHESCHI, E.; BORGES, G. R.; DARIVA, C.; CORAZZA, F. C.; OLIVEIRA, J. V.; CORAZZA, M. L. Influência da temperatura na solubilidade de  $\beta$ -caroteno em solventes orgânicos à pressão ambiente. **Ciência e Tecnologia em Alimentos**, v. 27, p. 737-743, 2007.
- VALÉRIO-PRATES, P.; CELAYETA, J. M. F.; CREN, E. C. Quality Parameters of Mechanically Extracted Edible Macauba Oils (*Acrocomia aculeata*) for Potential Food and Alternative Industrial Feedstock application. **European Journal of Lipid Science and Technology**, v. 121, p. 01-08, 2019.
- VINATORU, M.; MASON, T. J.; CALINESCU, I. Ultrasonically assisted extraction (UAE) and microwave assisted extraction (MAE) of functional compounds from plant materials. **Trends in Analytical Chemistry**, v. 97, p. 159-178, 2017.
- VU, D. C.; LEI, Z.; SUMNER, L. W.; COGGESHALL, M. V.; LIN, C-HO. Identification and quantification of phytosterols in black walnut kernels. **Journal of Food Composition and Analysis**, v. 75, p. 61-69, 2019.
- YAN, F.; FAN, K.; HE, J.; GAO, M. Ultrasonic-assisted solvent extraction of carotenoids from rapeseed meal: optimization using response surface methodology. **Journal of Food Quality**, v. 38, p. 377-386, 2015.
- YUNUS, N. A.; ZAKI, N. M.; ALWI, S. R. W. Design of Solvents for Palm Oil Recovery using Computer-Aided Approach. **Chemical Engineering Transactions**, v. 63, p. 583-588, 2018.

ZHUANG, X.; ZHANG, Z.; WANG, Y.; LI, Y. The effect of alternative solvents to n-hexane on the green extraction of *Litsea cubeba* kernel oils as new oil sources. **Industrial Crops & Products**, v. 126, p. 340-346, 2018.

WANG, L.; WELLER, C. L. Recent advances in extraction of nutraceuticals from plants. **Trends in Food Science & Technology**, v. 17, p. 300-312, 2006.

WANG, M.; ZHANG, L.; WU, X.; ZHAO, Y.; WU, L.; LU, B. Quantitative determination of free and esterified phytosterol profile in nuts and seeds commonly consumed in China by SPE/GC–MS. **LWT - Food Science and Technology**, v. 100, p. 355-361, 2019.

WATANABE, T.; KAWAI, R. Advances in food composition tables in Japan-Standard Tables Of Food Composition in Japan – 2015 – (Seventh Revised Edition). **Food Chemistry**, v. 238, p. 16-21, 2018.