



UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS
FACULDADE DE ENGENHARIA DE ALIMENTOS

TERESA RAQUEL SANTOS DE SÁ

EXTRAÇÃO DE ÓLEO DA SEMENTE DE COENTRO (*Coriandrum sativum*
L.): APLICAÇÃO DE TÉCNICAS “VERDES” E AVALIAÇÃO DE COMPOSTOS
BIOATIVOS

Campinas - SP
2021

TERESA RAQUEL SANTOS DE SÁ

**EXTRAÇÃO DE ÓLEO DA SEMENTE DE COENTRO (*Coriandrum sativum*
L.) : APLICAÇÃO DE TÉCNICAS “VERDES” E AVALIAÇÃO DE COMPOSTOS
BIOATIVOS**

Dissertação apresentada à Faculdade de Engenharia de Alimentos da Universidade Estadual de Campinas como parte dos requisitos exigidos para a obtenção do título de Mestra em Engenharia de Alimentos.

Orientador: PROF.^a DR.^a. KLICIA ARAUJO SAMPAIO

ESTE TRABALHO CORRESPONDE À VERSÃO FINAL DA DISSERTAÇÃO DEFENDIDA PELA ALUNA TERESA RAQUEL SANTOS DE SÁ , E ORIENTADA PELO(A) PROF(A). DR(A) KLICIA ARAUJO SAMPAIO.

CAMPINAS-SP

2021

Agência(s) de Fomento e nº(s) de processo(s): FAEPEX-UNICAMP (0535/2018); CAPES (Código Financeiro 001); FAPESP (2014/21252-0); CNPq (130412/2019-8 e 429873/2018-2).

Ficha catalográfica
Universidade Estadual de Campinas
Biblioteca da Faculdade de Engenharia de Alimentos
Claudia Aparecida Romano - CRB 8/5816

Santos de Sá, Teresa Raquel, 1992-
Sa59e Extração de óleo da semente de coentro (*Coriandrum sativum* L.) : aplicação de técnicas "verdes" e avaliação de compostos bioativos / Teresa Raquel Santos de Sá. – Campinas, SP : [s.n.], 2021.

Orientador: Klicia Araujo Sampaio.
Dissertação (mestrado) – Universidade Estadual de Campinas, Faculdade de Engenharia de Alimentos.

1. Ácido petroselinico. 2. Extração assistida por ultrassom. 3. Extração supercrítica. 4. Tocóis. I. Sampaio, Klicia Araujo. II. Universidade Estadual de Campinas. Faculdade de Engenharia de Alimentos. III. Título.

Informações para Biblioteca Digital

Título em outro idioma: Extraction of oil from coriander seed (*Coriandrum sativum* L.) : application of "green" techniques and evaluation of bioactive compounds

Palavras-chave em inglês:

Petroselinic acid

Ultrasound-assisted extraction

Supercritical extraction

Tocols

Área de concentração: Engenharia de Alimentos

Titulação: Mestra em Engenharia de Alimentos

Banca examinadora:

Klicia Araujo Sampaio [Orientador]

Marcos Rodrigues Amorim Afonso

Guilherme José Maximo

Data de defesa: 23-03-2021

Programa de Pós-Graduação: Engenharia de Alimentos

Identificação e informações acadêmicas do(a) aluno(a)

- ORCID do autor: <https://orcid.org/0000-0001-9373-9303>

- Currículo Lattes do autor: <http://lattes.cnpq.br/3680941755853590>

BANCA EXAMINADORA

Prof.^a Dr.^a Klicia Araujo Sampaio

Orientadora

Faculdade de Engenharia de Alimentos – UNICAMP

Prof. Dr. Marcos Rodrigues Amorim Afonso

Membro Titular

Universidade Federal do Ceará – UFC

Prof. Dr. Guilherme José Maximo

Membro Titular

Faculdade de Engenharia de Alimentos – UNICAMP

A Ata da Defesa, assinada pelos membros da Comissão Examinadora, consta no SIGA/Sistema de Fluxo de Dissertação/Tese e na Secretaria do Programa da Unidade

O mundo tem muitas coisas
boas a oferecer para quem
tem a ousadia de buscar.

Zíbia Gasparetto

DEDICATÓRIA

Dedico à minha mãe Luciene, a meus irmãos Tina e Vinicius, e a meu companheiro Alexsandro.

AGRADECIMENTOS

Agradeço primeiramente a Deus por ter me sustentado até aqui, por toda sabedoria, força e fé.

Agradeço a minha mãe que sempre me apoiou em todos os meus projetos na vida, te amo mãe. Essa vitória também é sua. E ao meu pai (in memoriam).

À minha irmã Tina, que esteve presente em todos os momentos, minha companheira da vida toda, aquela que está sempre pronta para me encorajar quando penso em desistir e me lembrar quem eu sou. Te amo.

Agradeço a meu irmão Vinicius, pelo incentivo, pela amizade, e por acreditar em mim.

À Alexsandro por toda paciência nos meus momentos de surtos (rs), por todo amor, por sempre me encorajar, pela presença constante, por ser minha calmaria.

À UNICAMP e ao Departamento de Engenharia de Alimentos.

À minha orientadora, Klicia Araujo Sampaio, pela confiança depositada em mim, pela orientação e disponibilidade.

A todos do laboratório EXTRAE pela amizade, experiências e ensinamentos passado. Em especial a Paulinha que nessa reta final foi uma grande parceira, muito obrigada por estar ao meu lado nesses dias intensos que passamos no laboratório. A Sara que segurou em minha mão e me ajudou a chegar até aqui, obrigada por todo conhecimento passado.

Aos amigos do mestrado, pela presença diária, os estudos, as saídas, os cafés na pracinha, em especial a Lucimar, Karina e Yasmin que levarei para vida.

Aos meus amigos da vida que longe ou perto sempre estão presentes em todas as minhas conquistas, Rosy, Marlana, Cleide e Loren, obrigada amigas por tudo.

Ao Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico – CNPq (130412/2019-8) e à Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior – Brasil (CAPES) – Código de Financiamento 001, pelo apoio financeiro que tornou possível a realização deste trabalho.

Obrigada a todos.

RESUMO

O coentro é usado principalmente como tempero ou erva medicinal, através de suas folhas e sementes secas. Além disso, o seu óleo essencial é empregado em perfumaria e cosméticos, devido ao seu aroma cítrico. A semente de coentro é composta por uma fração de óleo essencial (0,3 a 1,2%) e uma fração de óleo vegetal (19 a 21%). O óleo da semente de coentro representa uma importante fonte de ácidos graxos insaturados (>80%). Além disso, também possui compostos bioativos, como os tocóis (tocoferóis e tocotrienóis) que garantem sua atividade antioxidante. A qualidade do óleo extraído depende principalmente da técnica de extração aplicada, variedade de sementes e condições climáticas do cultivo das plantas. Atualmente, as chamadas técnicas “verdes” de extração, como a extração por prensagem, extração assistida por ultrassom e a extração com fluido supercrítico, tem ganhado espaço, devido a produção de um óleo vegetal livre de solventes tóxicos e com alto valor agregado. Dessa forma, o objetivo desse trabalho é avaliar diferentes tipos de técnicas de extração aplicadas ao óleo de semente de coentro como, prensagem, ultrassom e com fluido supercrítico, através do rendimento das técnicas e avaliação dos teores de compostos bioativos. Óleos das sementes de coentro foram obtidos por extração supercrítica com ScCO₂ em temperatura de 60 °C e pressão de 400 bar, com etanol assistida com ultrassom a 60 °C e por prensagem a frio. Curvas de extração foram obtidas para avaliar o desempenho da extração quanto ao rendimento dos óleos em função da matéria-prima e tempo de extração. A matéria-prima foi avaliada quanto ao teor de umidade, lipídios, proteínas e cinzas. Os óleos obtidos foram avaliados em relação ao teor de ácidos graxos livres, perfil de tocóis, perfil de ácidos graxos, composição em acilgliceróis, densidade, viscosidade, capacidade antioxidante e estabilidade oxidativa. A extração por prensagem apresentou rendimento global de 16%, enquanto as extrações com supercrítico e ultrassom apresentaram rendimentos globais de 17,51 e 20,01% respectivamente. O óleo extraído por prensagem obteve altos teores do ácido petroselinico e principalmente a melhor estabilidade oxidativa. Nos três tipos de extrações testadas neste trabalho foi detectado o ácido petroselinico como predominante e em quantidades que variaram de 67 a 76%. A presença de α -tocotrienol e β - γ -tocotrienol foi quantificada nos três óleos.

A presença de tocóis em óleos vegetais auxilia em melhor estabilidade oxidativa e na capacidade bioativa.

Palavras-chave: Ácido petroselínico, extração assistida por ultrassom, extração supercrítica, tocóis.

ABSTRACT

Coriander is mainly used as a spice or medicinal herb through its dried leaves and seeds. In addition, its essential oil is used in perfumery and cosmetics, due to its citrus aroma. Coriander seed is composed of an essential oil fraction (0.3 to 1.2%) and a vegetable oil fraction (19 to 21%). Coriander seed oil represents an important source of unsaturated fatty acids (>80%). In addition, it also has bioactive compounds, such as tocopherols (tocopherols and tocotrienols) that guarantee its antioxidant activity. The quality of the extracted oil mainly depends on the applied extraction technique, seed variety and climatic conditions of plant cultivation. Currently, the so-called “green” extraction techniques, such as pressing extraction, ultrasound-assisted extraction, and supercritical fluid extraction, have gained ground due to the production of a vegetable oil free of toxic solvents and with high added value. Thus, the objective of this work is to evaluate different types of extraction techniques applied to coriander seed oil, such as pressing, ultrasound and supercritical fluid, through the performance of the techniques and evaluation of the contents of bioactive compounds. Coriander seed oils were obtained by supercritical extraction with ScCO_2 at a temperature of 60 °C and pressure of 400 bar, with ethanol assisted with ultrasound at 60 °C and by cold pressing. Extraction curves were obtained to evaluate the extraction performance in terms of oil yield as a function of raw material and extraction time. The raw material was evaluated for moisture content, lipids, proteins, and ash. The oils obtained were evaluated in relation to free fatty acid content, tocopherol profile, fatty acid profile, acylglycerol composition, density, viscosity, antioxidant capacity and oxidative stability. The extraction by pressing showed a global yield of 16%, while the extractions with supercritical and ultrasound showed global yields of 17.51 and 20.01% respectively. The oil extracted by pressing obtained high levels of petroselinic acid and mainly the best oxidative stability. In the three types of extractions tested in this work, petroselinic acid was detected as predominant and in amounts ranging from 67 to 76%. The presence of α -tocotrienol and β - γ -tocotrienol was quantified in the three oils. The presence of tocopherols in vegetable oils helps improve oxidative stability and bioactive capacity.

Keywords: Petroselinic acid, ultrasound-assisted extraction, supercritical extraction, tocols.

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1: Diagrama esquemático do processo de extração supercrítica.	21
Figura 2: Banho ultrassônico.....	23
Figura 3: Prensa parafuso único, rosca sem fim.	24
Figura 4: (A) Folhas de coentro e (B) Sementes de coentro	25
Figura 5 : Ácido Petroselínico.....	28
Figura 6 : Ácido Oleico (A), Ácido Linoleico (B) e Ácido palmítico (C).....	28
Figura 7: Tripetroselina.....	29
Figura 8: Estrutura química de tocoferóis (a) e tocotrienóis (b).....	31
Figura 9: Prensa hidráulica usada para extração do óleo de coentro.	36
Figura 10: Filtro-prensa de placas usado para extração do óleo de coentro....	36
Figura 11: Amostras dispostas no Banho ultrassônico.....	37
Figura 12: Amostra + solvente (A) e Extrato sendo filtrado (B).	37
Figura 13: Esquema do processo de extração.	38
Figura 14: Semente de coentro.	43
Figura 15: Processo de extração com prensa.	45
Figura 16: Óleos da semente de coentro.	46
Figura 17: Cinética e rendimento de extração ESAU.	46
Figura 18: Cinética e rendimento de extração EFSC	47
Figura 19: Viscosidade do óleo da semente de coentro extraído por diferentes técnicas.	52
Figura 20: Densidade do óleo da semente de coentro extraído com EP, ESAU e EFSC.....	53

LISTA DE TABELAS

Tabela 1: Composição em ácidos graxos no óleo da semente de coentro (%)	29
Tabela 2: Caracterização da semente de coentro	44
Tabela 3: Rendimento Global	48
Tabela 4: Composição de ácidos graxos e AGL para o óleo da semente de coentro obtido através dos diferentes tipos de extrações	49
Tabela 5: Composição em acilglicerol para o óleo de coentro obtido das diferentes extrações (%)	50
Tabela 6: Teor de tocois para o óleo de coentro obtido das diferentes extrações (mg/kg)	51
Tabela 7: ORAC e TEAC nos óleos da semente de coentro obtidos por EP, ESAU e EFSC	53
Tabela 8: Tempo de indução do óleo da semente de coentro em diferentes extrações	54

LISTA DE ABREVIATURAS, SIGLAS E SÍMBOLOS

AGL – Ácidos graxos livres

DAG - Diacilglicerol

EFSC- Extração com fluído supercrítico

EP- Extração com prensa

ESAU- Extração com solvente assistida por ultrassom

EXTRA E – Laboratório de Extração, Termodinâmica Aplicada e Equilíbrio

MAG – Monoacilglicerol

Mo/Ms – Massa de óleo extraído por massa de semente

ORAC – Oxygen Radical Absorbance Capacity

OSI- Oil Stability Index (Índice de estabilidade do óleo)

ScCO₂ – Dióxido de carbono supercrítico

TAG – Triacilglicerol

T_c – Temperatura crítica

TEAC - Trolox equivalent antioxidant capacity

α – Alfa

β – Beta

γ - Gama

δ – Delta

SUMÁRIO

LISTA DE ILUSTRAÇÕES	XII
LISTA DE TABELAS	XIII
LISTA DE ABREVIATURAS, SIGLAS E SÍMBOLOS	XIV
1. INTRODUÇÃO	17
2. OBJETIVOS	19
2.1 OBJETIVO GERAL	19
2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS	19
3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	20
3.1 TÉCNICAS VERDES DE EXTRAÇÃO	20
3.1.1 EXTRAÇÃO COM FLUÍDO SUPERCRÍTICO (EFSC)	20
3.1.2 EXTRAÇÃO COM SOLVENTE ASSISTIDA POR ULTRASSOM (ESAU)	22
3.1.3 EXTRAÇÃO COM PRENSA (EP)	23
3.2 COENTRO	25
3.2.1 A SEMENTE DE COENTRO	26
3.2.2 ÓLEO DA SEMENTE DE COENTRO	26
3.2.3 COMPOSIÇÃO EM ÁCIDOS GRAXOS	27
3.2.4 COMPOSTOS FUNCIONAIS	30
3.2.4.1 Tocóis	30
4. MATERIAL E MÉTODOS.	32
4.1 MATÉRIA-PRIMA E REAGENTES	32
4.2 PREPARO DA MATÉRIA PRIMA	32
4.3 CARACTERIZAÇÃO DA MATÉRIA-PRIMA	32
4.3.1 TEOR DE UMIDADE	32
4.3.2 TEOR DE LIPÍDIOS	32
4.3.3 TEOR DE CINZAS	33
4.3.4 TEOR DE PROTEÍNA	33
4.3.5 DIÂMETRO MÉDIO DE PARTÍCULAS	34
4.4 EXTRAÇÃO DO ÓLEO DE COENTRO	35
4.4.1 EXTRAÇÃO COM PRENSA (EP)	35
4.4.2 EXTRAÇÃO COM SOLVENTE ASSISTIDA POR ULTRASSOM (ESAU)	36
4.4.3 EXTRAÇÃO COM FLUIDO SUPERCRÍTICO (EFSC)	37

4.4.4 DETERMINAÇÃO DO RENDIMENTO DE EXTRAÇÃO	39
4.5 CARACTERIZAÇÃO DO ÓLEO BRUTO DE COENTRO.....	40
4.5.1 ÁCIDOS GRAXOS LIVRES (AGL)	40
4.5.2 PERFIL DE ÁCIDOS GRAXOS.....	40
4.5.3 COMPOSIÇÃO EM ACILGLICERÓIS (TAG, MAG E DAG)	41
4.5.4 TOCÓIS (TOCOFERÓIS E TOCOTRIENÓIS)	41
4.5.5 DENSIDADE E VISCOSIDADE.....	41
4.5.6 CAPACIDADE ANTIOXIDANTE.....	41
4.5.7 ÍNDICE DE ESTABILIDADE.....	42
4.5.8 ANÁLISE ESTATÍSTICA.....	42
5. RESULTADOS E DISCUSSÕES	43
5.1 PREPARO DA MATÉRIA PRIMA.....	43
5.2 CARACTERIZAÇÃO DA MATÉRIA-PRIMA	43
5.3 RENDIMENTO E CINÉTICA DAS EXTRAÇÕES.....	44
5.4 RENDIMENTO GLOBAL	48
5.5 CARACTERIZAÇÃO DO ÓLEO BRUTO	49
5.5.1 PERFIL DE ÁCIDOS GRAXOS E ÁCIDOS GRAXOS LIVRES (AGL)	49
5.5.2 COMPOSIÇÃO EM ACILGLICERÓIS.....	50
5.5.3 TOCÓIS	51
5.5.4 DENSIDADE E VISCOSIDADE.....	51
5.5.5 CAPACIDADE ANTIOXIDANTE.....	53
5.5.6 ÍNDICE DE ESTABILIDADE OXIDATIVA (OSI).....	54
6. CONCLUSÃO	55
7. RECOMENDAÇÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	57
8. REFERÊNCIAS.....	58
APÊNDICE	63
APÊNDICE A - CARACTERIZAÇÃO DA MATÉRIA-PRIMA	63
APÊNDICE B – DADOS EXPERIMENTAIS OBTIDOS DAS EXTRAÇÕES.....	65
APÊNDICE C – DADOS EXPERIMENTAIS OBTIDOS DAS ANÁLISES.....	69
APÊNDICE D – DADOS DA ANÁLISE ESTATÍSTICA.	77

1. INTRODUÇÃO

A produção mundial de óleos vegetais, gira em torno de 209 milhões de toneladas por ano, sendo que deste montante o Brasil produz aproximadamente 10.080,8 mil toneladas segundo informativo USDA (2020). Como consequência do processo de produção, temos a geração de grandes quantidades de resíduos e solventes utilizados na extração, que em muitos casos não são aproveitados ou destinados de forma adequada. Além disso, alguns solventes podem ser tóxicos, como é o caso do hexano, comumente utilizado na indústria de óleos para o processo de extração. Este fato pode contribuir para o aumento da poluição e consequente prejuízo ao meio ambiente (LONGO et al., 2020). A crescente preocupação com a saúde humana e com o meio ambiente tem gerado uma necessidade de se empregar processos alternativos de extração como a extração assistida por ultrassom ou ainda através da utilização de fluidos supercríticos (MHEMDI, et al. 2011).

Como uma forma de sanar ou diminuir relativamente a poluição por solventes orgânicos e trazer melhoria na qualidade do óleo extraído, surgiram as técnicas verdes (LONGO et al., 2020). Estas têm como base principal não agredir o meio ambiente, não trazer danos aos manipuladores e proporcionar a extração de óleos livres de resíduos, obtendo-se assim produtos com maior qualidade (DE JESUS & MACIEL, 2020).

As técnicas verdes mais estudadas hoje são, a extração com etanol assistida por ultrassom (ESAU), a extração com fluído supercrítico (EFSC) e a extração com prensa (EP) (LONGO et al., 2020; UITTERHAGEN & EVON, 2017). Algumas técnicas se destacam por apresentar um bom custo-benefício. A utilização do etanol como solvente traz um bom custo-benefício, pelo fato do etanol ser um solvente barato e produzido em grande escala no Brasil (BATISTA et al., 2016). O uso de CO₂ supercrítico (ScCO₂) como solvente não torna a técnica EFSC barata, por conta do custo da planta de extração, porém quando analisado a longo prazo o investimento feito na extração se torna um bom investimento pois o CO₂ é recuperado e pode ser reutilizado. A qualidade e composição do óleo extraído por esta técnica pode ser melhorado, pois a mesma permite adequar os parâmetros, pressão e temperatura, de acordo a substância de maior interesse levando em consideração a sua solubilidade no CO₂, assim trazendo grandes benefícios a extração (DE JESUS & MACIEL, 2020). A EFSC

quando aplicada a sementes traz também como principal vantagem o rendimento da extração, pois quase 100% de óleo presente nas sementes é extraído (TIRITAN et al., 2020).

As sementes de coentro possuem de 16 a 22% de óleo e trazem uma rica composição de compostos bioativos que garantem a sua funcionalidade. Esta também contém o ácido petroselinico, um isômero do ácido oleico classificado como um ácido graxo ômega-12 monoinsaturado e que representa mais de 73% dos ácidos graxos presentes no óleo vegetal (MHEMDI et al., 2011; LARIBI et al., 2015; PRACHAYASITTIKUL, 2018).

O óleo da semente de coentro representa uma importante fonte de compostos bioativos, onde se destacam os tocóis (tocoferóis e tocotrienóis) (LARIBI et al., 2015; DIMA et al., 2016), os fitoesteróis e o esqualeno, que podem ser relacionados com o aumento da atividade antioxidante e inibição da absorção de colesterol. Além disso, este óleo apresenta em sua composição compostos minerais como Ca e Fe que são essenciais para regular as funções do corpo (BUENO et al., 2008; PEREIRA et al., 2011; UITTERHAEGEN et al., 2015). A qualidade do óleo extraído depende principalmente da técnica de extração aplicada, variedade de sementes e condições climáticas durante o cultivo das plantas (MHEMDI et al., 2011). Desta forma, este trabalho busca apresentar alternativas de extração do óleo vegetal de sementes de coentro, avaliando três diferentes formas de extração, a eficiência em termos de rendimento e sua composição fitoquímica.

2. OBJETIVOS

2.1 Objetivo geral

O objetivo deste trabalho foi avaliar as técnicas de extração do óleo das sementes de coentro por prensagem, ultrassom e fluido supercrítico através do rendimento das extrações e avaliação dos teores de compostos bioativos.

2.2 Objetivos específicos

- Obter óleo das sementes de coentro a partir da extração a frio por prensagem;
- Obter óleo das sementes de coentro a partir da extração com CO₂ supercrítico, com pressão de 400 bar e temperatura de 60 °C;
- Obter óleo das sementes de coentro a partir da extração assistida por ultrassom com etanol como solvente em uma proporção de 10:1 (v/v) e em temperatura de 60 °C;
- Caracterizar as sementes de coentro quanto ao teor umidade, lipídios, cinzas e proteínas;
- Avaliar o rendimento de cada tipo de extração em função de massa de óleo extraído por massa de semente;
- Avaliar a cinética das curvas de extração para obter o melhor rendimento em função do tempo;
- Caracterização do óleo bruto das sementes de coentro quanto ao teor de ácidos graxos livres, perfil de ácido graxos, composição em acilgliceróis, tocóis; capacidade antioxidante (ORAC e TEAC); índice de estabilidade oxidativa e propriedades físicas (densidade e viscosidade).

3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

3.1 Técnicas verdes de extração

Com o crescimento da população, a produção e consumo de óleos vegetais cresceu muito nos últimos anos. Diante disso, iniciou-se a procura por solventes com alta eficiência de extração, acessível e que tornasse o processo de extração mais fácil e rápido (TIRITAN et al., 2020; ABIOVE, 2019). Alguns solventes utilizados não são completamente removidos do óleo, restando uma pequena quantidade no produto, que ao ser consumido pode provocar danos à saúde ao longo do tempo. Com toda esta demanda e a busca por qualidade de vida, ligada ao consumo de produtos com alta qualidade surgem as técnicas verdes, onde não se utiliza solventes ou utiliza-se solventes “verdes”, que não trazem risco ao meio ambiente e nem à saúde do consumidor, como o dióxido de carbono supercrítico (ScCO_2) (DE JESUS & MACIEL, 2020).

Este crescimento de produção e consumo de óleo, juntamente com a busca por qualidade de vida e saúde exige novas técnicas de extração, processos mais rápidos e com menos solvente, focando não somente no meio ambiente mais também em redução de custo de produção (MELGAR-LALANNE et al., 2017). Assim para determinar a melhor técnica ou a tecnologia mais limpa, deve-se observar as características da matéria prima utilizada, o tipo de solvente mais eficiente, levando em conta quantidade e qualidade do mesmo, e a tecnologia que melhor se aplica trazendo melhor custo-benefício.

A técnica de extração utilizada influencia diretamente na qualidade e durabilidade do óleo extraído, como também a variedade da semente e condições climáticas onde as plantas foram cultivadas (PAVILOVIC, 2018; NDE & FONCHA, 2020).

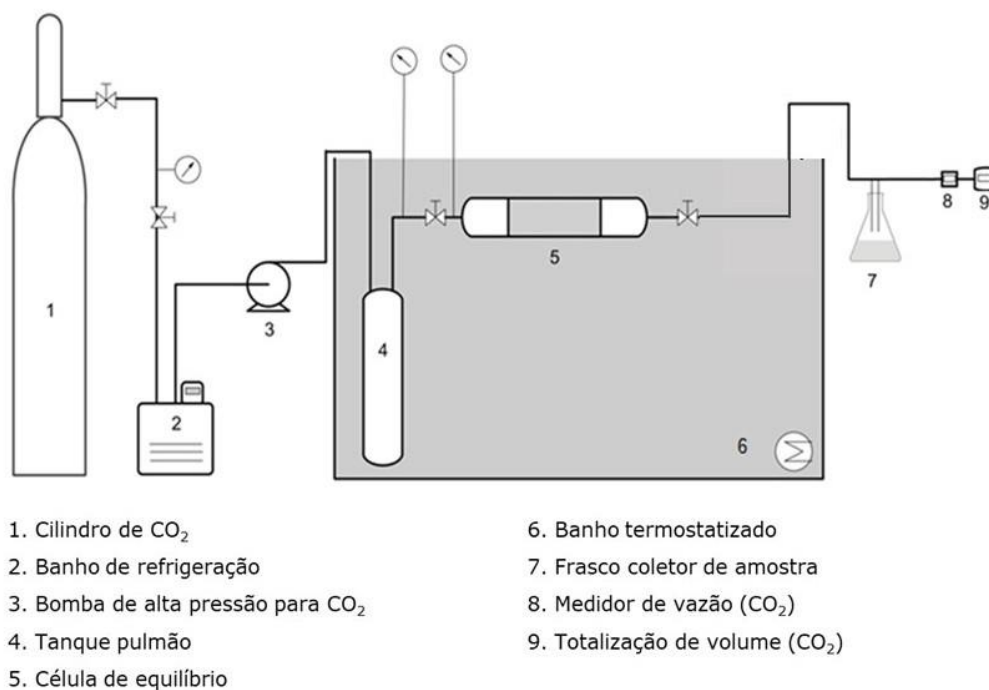
3.1.1 Extração com fluído supercrítico (EFSC)

A extração de óleos com dióxido de carbono supercrítico (ScCO_2) se apresenta como um método alternativo e ecológico, trazendo melhor qualidade e segurança por não possuir solvente no produto final (MACHMUDAH et al., 2008). Desta forma, esse método apresenta vantagens quando comparado a extração com solventes orgânicos, pois não apresenta toxidade e não deixa resíduo no produto final. Assim o ScCO_2 se apresenta como boa opção de

solvente, pois não é tóxico, não apresenta riscos de inflamabilidade (BOUTIN & BADENS, 2009). Por possuir temperatura crítica (T_c) baixa ($31,1^\circ\text{C}$), ter bom poder de solvatação, atualmente é um dos solventes mais utilizados (NDE & FONCHA, 2020; DE JESUS & MACIEL, 2020; PALOVIC et al., 2018).

Em estudo realizado por Brunner, (2005) verificou-se que existe vários tipos de extração e de equipamentos (Figura 1) para o emprego de extração supercrítica, a escolha do melhor processo ou equipamento vai depender do objetivo desejado, da matéria prima e das condições de operação. Assim podendo ser de estágio único, em várias etapas, contracorrente, dentre outros, sempre controlando temperatura e pressão. Alguns equipamentos apresentam a opção de fracionamento de extratos em um único processo, com vários pontos de pressão e temperatura.

Figura 1: Diagrama esquemático do processo de extração supercrítica.



Fonte: Adaptado de Garmus et al. (2019)

O processo de EFSC aplicado a matéria prima de origem vegetal, na grande maioria é aplicado em baixas temperaturas, o que contribui para a manutenção de compostos bioativos nos extratos, pois não ocorre degradação. Desta forma tem sido um método amplamente utilizado para extração de biocompostos (DIMA et al., 2016; MELGAR-LALANNE et al., 2017).

Esta técnica tem como vantagem a seletividade na extração, onde pode-se adequar temperatura e pressão de acordo com as substâncias de interesse a serem extraídas, adequando também o melhor tempo de extração com o intuito de obtenção de economia de tempo e solvente (DE JESUS & MACIEL, 2020).

Estudos realizados por Rai et al (2016) comprovaram a eficiência desta técnica quando aplicada a extração de óleo em sementes de melancia, com rendimento de 99%. No mesmo estudo o autor apresenta que tanto a temperatura como a pressão influenciaram diretamente no rendimento de extração, desta forma estes parâmetros devem ser testados para cada tipo de matéria prima para se obter o melhor rendimento.

3.1.2 Extração com solvente assistida por ultrassom (ESAU)

Ultrassom são ondas acústicas mecânicas com alta energia. O poder do ultrassom não apenas ajuda a quebrar a força atrativa entre as moléculas, como também gera bolhas de cavitação. As ondas de ultrassom auxiliam tornando mais fácil, rápido e barato o processo de extração, mas são os solventes utilizados que determinam a eficiência da extração, pois as ondas ajudam o solvente a ter maior superfície de contato ou mais caminhos com a matéria-prima (DESHMUKH et al., 2019).

Existem basicamente dois tipos de ultrassom, que são banho de ultrassom (Figura 2) e sonda de ultrassom, ambos usados para processos em batelada, mas podem ser adaptados para processos contínuos pela adição de bombas. Banhos ultrassom usam transdutores alocados no fundo do reator para gerar ondas ultrassônicas, com o número e arranjo dos transdutores variando de acordo com tamanho e forma do reator (LEE et al., 2012). A combinação da técnica de ultrassom com solventes potencializa a extração de óleos.

Figura 2: Banho ultrassônico.



Fonte: Fotos próprio autor.

De acordo com a literatura, a ESAU pode ser melhor em rendimento e qualidade de óleo, quando comparada a extração somente com solventes (BRANDALIZE, 2014; SERAYAN & VENKATACHALAM, 2019; BRUNI et al., 2014).

A cavitação provocada pelas ondas ultrassônicas provoca rupturas nas paredes da matéria prima, o que facilita a entrada e saída do solvente, aumentando assim o poder de extração e consequentemente reduzindo o tempo de extração, quando comparada a extração com solvente e sem o ultrassom. Esse tempo não deve ser longo, pois em longos períodos de extração a cavitação acaba destruindo a matéria prima podendo prejudicar a extração (NDE & FONCHA, 2020).

Trabalho realizado por Silva et al (2017), compara a extração de óleo de juçara com éter e com etanol, onde a extração com etanol origina um óleo mais estável quando comparado ao obtido com éter, porém o rendimento foi um pouco menor. Com a combinação de técnicas como o ultrassom e por solventes, consegue-se potencializar a extração obtendo-se maior rendimento.

Melgar-Lalanne et al (2017) apresenta o etanol como um solvente de baixa toxicidade e orgânico, quando aplicado em conjunto com o ultrassom potencializa a extração, aumentando o rendimento final.

3.1.3 Extração com prensa (EP)

O uso de extração por prensagem mecânica (EPM) para óleo vegetal vem desde a década de 1940 (CHENG et al., 2019). Na extração mecânica com

prensas contínuas, os grãos ou frutos entram em parafusos tipo roscas sem fim, como pode ser visto na Figura 3, que comprimem e movimentam o material para frente, na sua saída existe um cone que pode ser regulado de forma a aumentar ou diminuir a abertura para saída do material. No final deste processo são obtidos dois materiais, a torta que é a parte sólida resultante da prensagem e o óleo, que pode conter partículas sólidas resultantes da prensagem (RAMALHO & SUAREZ, 2013).

Figura 3: Prensa parafuso único, rosca sem fim.



Fonte: Fotos próprio autor.

A prensa com parafuso exerce uma força de transporte e melhora a mistura e o esmagamento das sementes durante a prensagem. Além disso, as prensas de parafuso duplo demonstraram maior eficiência em termos de energia. Recentemente, a prensa com parafuso duplo tem sido cada vez mais aplicada para o processo de extração de óleo vegetal de vários tipos de sementes oleaginosas (UITTERHAEGEN et al., 2015). A prensa a frio consegue quebrar as sementes inteiras e extrair o seu óleo, sem o emprego de calor ou solventes, permitindo a conservação de alguns compostos bioativos sensíveis como fenólicos, tocoferóis, entre outros (PALOVIC et al., 2018).

3.2 Coentro

O coentro (*Coriandrum sativum* L.) é uma planta que pertence à família *Apiaceae*, nativa da Europa, Ásia ocidental e leste do mediterrâneo (UITTERHAEGEN et al., 2015). Diversos países cultivam o coentro, tanto para comercialização da planta (folha), quanto da semente (fruto) (PRACHAYASITTIKUL et al., 2018). Não costuma crescer em temperaturas muito baixas, com isso o seu cultivo é possível em temperatura mediana, apesar de possuir preferência por clima quente. No Brasil, são conhecidos oito gêneros de família *Apiaceae*, com mais de 100 espécies, sendo que entre estas está o coentro (CHALES, 2013; NADEEM et al., 2013).

A planta possui forte aroma característico, com folhas verdes brilhantes, como pode ser visto na Figura 4, imagem (A) e sementes marrom claro imagem (B) (SINGLETARY, 2016; DIMA et al., 2015). No mercado, as folhas geralmente são encontradas frescas e consumidas como tempero na culinária, principalmente no norte e nordeste no Brasil, enquanto as sementes são secas e consumidas inteiras ou trituradas (DIMA et al., 2016; DAFLON et al., 2014). Toda a planta é aproveitada desde a semente, até a raiz, folhas e caule, podendo ser utilizadas frescas ou secas e trituradas (NASCIMENTO et al., 2006; PEREIRA et al., 2005).

Figura 4: (A) Folhas de coentro e (B) Sementes de coentro



Fonte: Fotos próprio autor.

De acordo com Laribi et al (2015), o coentro apresenta algumas aplicações e estudos in vitro feitos, onde a eficácia do extrato da semente de

coentro aplicado contra algumas doenças como asma e bronquite, despertam grande interesse na área da saúde.

3.2.1 A semente de coentro

A semente, traz aroma levemente cítrico e um sabor um pouco picante, apresentando formato praticamente esférico, e tamanho variando de 3 a 5 mm (SINGLETARY, 2016; DIMA et al., 2015). As sementes do coentro podem ser utilizadas como especiaria, para o preparo de chá e até mesmo para produção do óleo. Dessa forma, o cultivo da planta vem ganhando espaço, aumentando assim sua produção e comercialização (NASCIMENTO et al., 2006; PEREIRA et al., 2005). A semente de coentro contém 11,37% de água, 11,49% de proteína bruta, 19,15% de gordura, 28,43% de fibra bruta (NADEEN et al., 2013).

As sementes carregam importantes compostos bioativos, tanto para a proteção do óleo contra a oxidação lipídica, quanto para a proteção da saúde dos consumidores. Esses compostos possuem propriedades biológicas variadas, com destaque para atividade antioxidante e inibição de absorção de colesterol. A semente (fruto) também é utilizada como medicamento tradicional para tratar indigestão, reumatismo e dor nas articulações (PRACHAYASITTIKUL et al., 2018). Laribi et al. (2015) cita algumas aplicações medicinais testadas e comprovadas do extrato de semente de coentro, como ação anti-inflamatório, antioxidante, analgésico, melhora a memória, atua de forma benéfica no sistema digestivo, respiratório e urinário.

A semente de coentro é composta por duas frações principais, sendo uma fração de óleo vegetal (19 a 28%) e outra de óleo essencial (0,3 a 1,2%) (SENRAYAN et al., 2019).

3.2.2 Óleo da semente de coentro

Devido a diversidade de aplicações, a produção de oleaginosas vem aumentando consideravelmente nos últimos anos, sendo que o EUA lidera o mercado, seguido pelo Brasil (CHENG et al., 2019). Vários estudos sugerem o uso dos óleos vegetais nas indústrias de alimentos, farmacêutica e oleoquímica. Segundo a Associação Brasileira de óleos Vegetais (ABIOVE, 2019), o consumo interno de óleo aumentará de 7,4 milhões para 8,7 milhões de toneladas e a

produção terá uma pequena diminuição de 2,6%. Desta forma, existe a necessidade de utilização de novas fontes de oleaginosas para o consumo humano, para suprir o aumento desta demanda, sendo que o óleo de coentro se apresenta como promissor.

O óleo da semente de coentro apresenta sabor picante, com aroma doce e frutado (DIMA et al., 2015). Este é formado basicamente por ácidos graxos monoinsaturados, tendo como ácido graxo principal o ácido petroselínico (66-75%) (MHEMDI et al., 2011). Em 2013 a European Food Safety Authority (EFSA) emitiu um parecer rotulando o óleo de coentro como um novo ingrediente alimentar. Considerado seguro, o seu uso como suplemento alimentar para adultos saudáveis, sendo 600mg/dia o nível de consumo máximo.

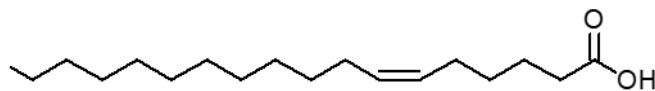
Os principais compostos bioativos presentes no óleo de coentro são os fitoesteróis, os tocóis e o esqualeno, os quais conferem valor nutricional, industrial e farmacêutico ao óleo (LARIBI et al., 2015; PRACHAYASITTIKUL et al., 2018).

3.2.3 Composição em ácidos graxos

O perfil dos ácidos graxos varia entre as diferentes espécies de oleaginosas, influenciando nas propriedades físico-químicas dos óleos e consequentemente nas suas aplicações como cremes vegetais, maioneses, margarinas etc. (CHENG et al., 2019). Os principais ácidos graxos presentes nos óleos vegetais comerciais são oleico (C18:1), linoleico (C18:2), palmítico (C16:0) e esteárico (C18:0) (DIMA et al., 2015).

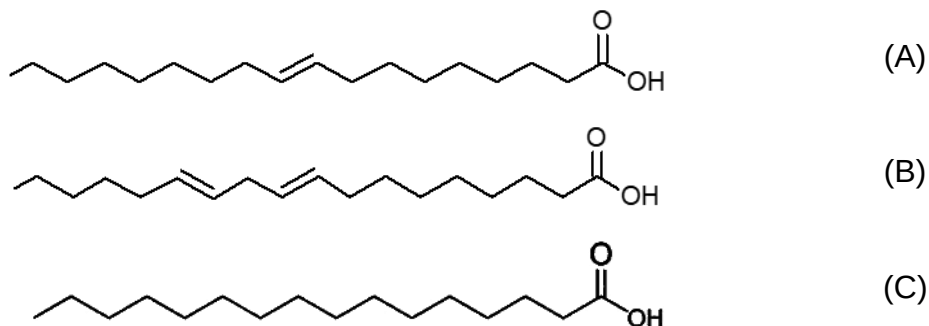
De acordo com Mhemdi et al. (2011) o óleo de coentro é rico em ácidos graxos insaturados, tendo o ácido graxo petroselínico (C18:1 n:6) (Figura 5) como ácido graxo majoritário, seguidos do ácido oleico, ácido linoleico e palmítico (Figura 6). No mesmo estudo é comparado a composição em ácidos graxos do óleo extraído por solvente orgânico e por fluido supercrítico (ScCO₂), ambos apresentam composição semelhantes e diferença no rendimento, onde o melhor rendimento apresentado foi a técnica de extração por supercrítico quando comparado a extração por solvente orgânico.

Figura 5 : Ácido Petroselínico.



Fonte: Adaptado de NIST (2020).

Figura 6 : Ácido Oleico (A), Ácido Linoleico (B) e Ácido palmítico (C).



Fonte: Adaptado de NIST (2020).

O ácido petroselínico possui grande importância para a indústria oleoquímica, pois a presença e a posição da dupla ligação é rara e desperta o interesse da indústria para sintetizar derivados únicos. A partir da clivagem oxidativa do ácido petroselínico obtém-se o ácido láurico e o ácido adípico, um surfactante e um precursor do Nylon 66, respectivamente. O ácido petroselínico também tem despertado interesse da indústria de cosméticos, a presença deste ácido graxo garante um alto potencial ao óleo de coentro, por possuir propriedades benéficas como antienvelhecimento e anti-inflamatória (UITTERHAEGEN et al., 2016).

Na Tabela 1 pode ser observada a composição dos ácidos graxos encontrada por alguns autores no óleo da semente de coentro, sendo o ácido petroselínico encontrado em maior quantidade de 60 a 77%, seguido do ácido linoleico de 10 a 19%, ácido oleico de 5 a 15% e o ácido palmítico de 2 a 5%.

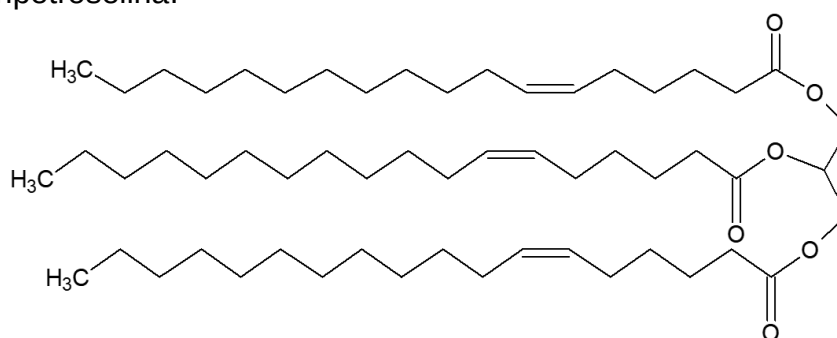
Tabela 1: Composição em ácidos graxos no óleo da semente de coentro (%).

Referências	Petroselinico (C18:1)	Oleico (C18:1)	Linoleico (C18:2)	Palmítico (C16:0)
ILLÉS et al. 1999	68	5	14	4
KERN et al. 2020	60-75	8-15	12-19	2-5
MOSER e VAUGHN 2010	68,5	7,6	13	5,3
Uitterhaegen et al. 2015	72,6	6	13,8	2,9
Sriti et al. 2012	75,17	5,30	13,79	4,10
Senraya e Venkatachalam 2018	76,22	7,93	10,91	3,35

Os óleos vegetais são caracterizados por sua composição de ácidos graxos (CHENG et al., 2019). Aproximadamente 98% da composição dos óleos vegetais é formada por acilgliceróis (triacilglicerol, diacilglicerol, monoacilglicerol), os quais têm ampla utilidade devido à sua disponibilidade, fácil processamento, funcionalidade química e custo relativamente baixo. Estes apresentam ainda uma mistura de compostos minoritários (2%), que incluem ácidos graxos livres, fosfolipídios, esteróis, pigmentos, traços de metais entre outros (TRELA et al., 2019; GOMNA et al., 2019). No óleo de coentro, a composição de triacilglicerol (TAG) é de 97%, diacilglicerol (DAG) 1% e monoacilglicerol (MAG) 0,09% (UITTERHAEGEN et al., 2016).

Estudos realizados por Marinquez (2008), relatam que na composição de TAG's do óleo da semente de coentro, 50% são tripetroselina (Figura 7) e 9% a dipetroselina-oleina. As diferentes combinações do ácido petroselinico com o ácido oleico apresentam uma dificuldade para serem identificadas por possuírem o mesmo tamanho de cadeia e de ligações duplas.

Figura 7: Tripetroselina.



Fonte: Adaptado de NIST (2020).

3.2.4 Compostos funcionais

Além da presença do ácido petroselínico, o óleo de coentro contém diversos componentes bioativos minoritários. De acordo com Uitterhaegen et al. (2015), os principais componentes bioativos presentes no óleo são tocóis (tocoferóis e tocotrienóis), fitoesteróis, esqualeno e compostos fenólicos. Os compostos bioativos desempenham um importante papel na estabilidade e no curso do processamento do óleo, além de apresentarem grande importância para saúde do consumidor.

O valor nutricional dos óleos vegetais está diretamente relacionado com o teor em componentes bioativos, que pode promover benefícios como aumento da ação antioxidante ou vitamínica (tocóis e fitoesteróis), redução dos níveis de colesterol sanguíneo (fitoesteróis, esqualeno), coloração (carotenoides) (BARBOSA, 2016).

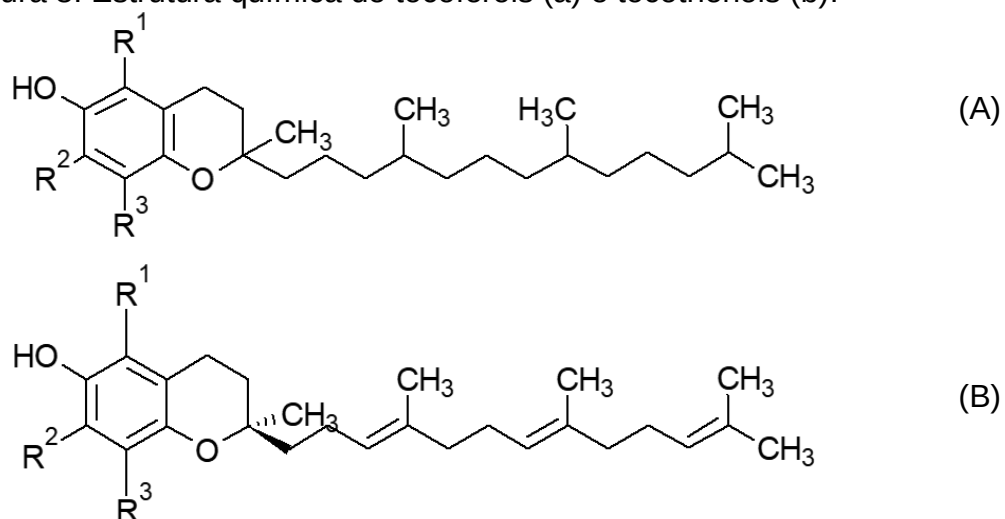
3.2.4.1 Tocóis

Os tocóis são classificados em dois grupos tocoferóis e tocotrienóis, que são derivados do 6-hidróxicromanol. De acordo com a posição de grupos metila ligados ao anel aromático, cada composto dá origem a 4 moléculas diferentes denominadas α , β , γ e δ -tocoferol ou tocotrienol (Figura 8) (SAMPAIO, 2011). Os tocoferóis têm sido bastante estudados devido aos benefícios que traz a saúde. Segundo Trela et al. (2019), os tocoferóis têm propriedades neuroprotetoras e podem inibir a biossíntese do colesterol, entre outras funções como anti-inflamatórias, cardioprotetoras e atividade antioxidante.

A atividade antioxidante confere aos compostos bioativos visibilidade e interesse econômico, e os de origem natural tem maior valorização, pois além de atuar como antioxidantes, podem auxiliar na prevenção da saúde humana. Por consequência, as pesquisas em busca de fontes naturais que contenham compostos bioativos ricos em atividades oxidantes crescem cada vez mais, tendo um amplo campo de aplicações. (BARBOSA, 2016).

Estudos confirmam a presença de tocóis na semente e no óleo de coentro. A quantidade em tocóis presente no óleo depende da técnica de extração aplicada, das condições de cultivo e do cultivar (WEI et al., 2019; UITTERHAEGEN et al., 2016; SRITI et al., 2009). Siriti et al. (2009) determinou o teor total de tocóis presente no óleo de coentro em 327,47 $\mu\text{g/g}$ de semente.

Figura 8: Estrutura química de tocoferóis (a) e tocotrienóis (b).



ISÔMEROS	R ₁	R ₂	R ₃
Alfa (α-)	CH ₃	CH ₃	CH ₃
Beta (β-)	CH ₃	H	CH ₃
Gama (γ-)	H	CH ₃	CH ₃
Delta (δ-)	H	H	CH ₃

Fonte: Adaptado de Sampaio (2011).

4. MATERIAL E MÉTODOS.

4.1 Matéria-prima e reagentes

As amostras de semente de coentro (*Coriandrum sativum* L.) foram obtidas no mercado municipal de Campinas-SP, de origem Argentina-NCN: 0909.21.00, lote: BR19-010, data de fabricação: 08/2019 e validade: 08/2021. Os reagentes utilizados nas extrações foram dióxido de carbono 99,5% m/m (White Martins Gases Industriais, Brasil), etanol 99,5% m/m (Synth, Brasil).

4.2 Preparo da matéria prima

Para melhorar o processo de extração as sementes foram trituradas, com intuito de diminuir o tamanho das partículas, aumentar a superfície de contato e assim facilitar a entrada do solvente na retirada do óleo na ESAU e EFSC. Já na EP as sementes foram utilizadas inteiras. Na trituração foi utilizado moinho de facas (Marconi MA 340) e um Gridomix (Retsch GM 200). Posteriormente, as sementes trituradas foram classificadas quanto ao tamanho de partículas em peneiras vibratórias da série Tyler (Bertel, SP, Brasil) e após a padronização utilizadas na extração ESAU e EFSC.

4.3 Caracterização da matéria-prima

A matéria-prima foi caracterizada quanto ao teor de umidade, teor de lipídios, teor de cinzas, teor de proteína e o diâmetro médio das partículas foi determinado. As metodologias das análises são descritas a seguir.

4.3.1 Teor de umidade

O teor de umidade (U%) foi quantificado seguindo o método Ca 23-55 (AOCS, 1998). Utilizou-se cerca de 100 mg de amostra (Balança analítica, Precisa XT 220A) que foram submetidas a um equipamento Karl-Fisher (Metrohm 701 KF Titrino) equipado com forno (832 KF Thermoprep). A amostra foi pré-tratada a 60 °C durante 7 min, e vazão de nitrogênio foi de 50 mL.min⁻¹ e a pressão de 1,01 bar, com temperatura de 0 °C.

4.3.2 Teor de lipídios

O teor de lipídios totais foi determinado por extração em aparelho de Soxhlet. Para análise foram utilizadas 5 g de sementes trituradas, por um tempo de 6

h, usando hexano como solvente. O teor de lipídios foi calculado através diferença de peso, conforme Equação 1.

$$L = \frac{M_e \times 100}{M_a} \quad (1)$$

Onde:

L = Teor de lipídios (%)

M_e = Massa do extrato (g)

M_a = Massada amostra (g)

4.3.3 Teor de cinzas

O teor de cinzas foi determinado por calcinação a 550 °C de acordo com o Método AOCS Ba 5a-49 (2009). Para análise, cerca de 5 g de amostra foram transferidos para cadinho previamente tarado, calcinado em chapa de aquecimento e mantido em mufla a 550 °C por 4 h. Após este período, as amostras foram acondicionadas em dessecador até resfriar, pela diferença de massa determinou-se o teor de cinzas, conforme Equação 2.

$$TC = \frac{M_c - M_{cv}}{M_a} \times 100 \quad (2)$$

Onde:

TC = Teor de cinzas (%)

M_c = Massa de cinzas (g)

M_{cv} = Massa do cadinho vazio (g)

M_a = Massa da amostra (g)

4.3.4 Teor de proteína

Para determinar o teor de proteína, foi utilizado o método Kjeldahl de acordo com AOAC 984.13 (2005). Este método está dividido em três etapas: digestão, destilação e titulação. Uma amostra de aproximadamente 0,2 g foi transferida para um tubo Kjeldahl, foram adicionados 15 mL de ácido sulfúrico concentrado e um kjeltab foi adicionado à solução que continha 5 g de K₂SO₄, 0,15 g de CuSO₄ · 5H₂O e 0,15

g de TiO_2 . Os tubos de Kjeldahl foram colocados em digestor de bloco, tipo Gerhardt Kjeldatherm, a 420°C por 1 hora.

A destilação foi executada em um destilador Gerhardt Vapodest 30s. Antes da destilação a vapor, 30 mL de NaOH a 40% foram adicionados à solução. A solução do indicador receptor continha 2% de ácido bórico, 0,75% de indicador Mish e NaOH para capturar a amônia condensada.

A solução resultante foi titulada usando uma solução de ácido clorídrico 0,1 n por meio de um dispositivo Titroline easy. O teor de proteína foi calculado a partir do teor de nitrogênio por meio de um fator de conversão, equações 3 e 4. O fator de 6,25 foi aplicado para as sementes de coentro.

$$N (\%) = \frac{V_{\text{HCl}} \times n_{\text{HCl}} \times f_{\text{HCl}} \times 0,014}{m} \times 100 \quad (3)$$

$$\text{Teor de proteína (\%)} = N \times FC \quad (4)$$

Onde:

V_{HCl} = volume gasto na titulação (mL)

n_{HCl} = normalidade da solução de HCl

f_{HCl} = fator de correção da solução de HCl

m = massa de amostra (g)

FC = fator de conversão utilizado 6,25

4.3.5 Diâmetro médio de partículas

O diâmetro médio das partículas foi calculado através do método descrito por Wilcox; Deyoe; Pfost (1970). A amostra foi disposta em um jogo de peneiras da série Tyler variando de 75 a 710 micrometro (μm) de abertura e peneiradas por 20 minutos com auxílio de um agitador eletromagnético (Bertel, Brasil). As frações retidas em cada peneira foram pesadas em balança semi-analítica (Marte Balanças e Instrumentos de Precisão LTDA, AS5500C, Brasil) e o diâmetro médio geométrico foi calculado através das Equações 5 e 6. Sendo que d_{mg} é o diâmetro médio (μm) geométrico, $\bar{d}_i$ é o diâmetro médio (μm) e d_i e d_{i+1} representam o diâmetro (μm) da abertura da peneira i e $i + 1$, e w_i é a massa do material (g) retido na peneira i .

$$d_{mg} = \log^{-1} \left[\frac{\sum_{i=1}^n (w_i \log \bar{d}_i)}{\sum_{i=1}^n w_i} \right] \quad (5)$$

$$\bar{d}_i = \sum (d_i \cdot d_{i+1})^{1/2} \quad (6)$$

4.4 Extração do óleo de coentro

As extrações ESAU e EFSC do óleo da semente de coentro foram realizadas no Laboratório de Extração, Termodinâmica Aplicada e Equilíbrio (EXTRA-E) e a EP foi realizada no laboratório de Automação e Controle de Processos de Alimentos (LACPA), ambos localizados no Departamento de Engenharia de Alimentos – DEA, da Universidade Estadual de Campinas (UNICAMP), Campinas-SP.

4.4.1 Extração com Prensa (EP)

Para a extração na prensa utilizou-se 50 kg de sementes de coentro, que foram prensadas em uma prensa hidráulica marca SCOTT TECH (Figura 9). O processo consiste no esmagamento das sementes onde a massa é comprimida por um eixo helicoidal que gira causando a drenagem do óleo para fora da prensa. Após a EP o óleo foi filtrado em um filtro-prensa de placas (Figura 10) quantificado por peso para dosar rendimento e armazenado em refrigerador com temperatura de 10 °C. O experimento não foi realizado em triplicata devido ao grande volume de matéria-prima exigido como mínimo (50 kg).

Figura 9: Prensa hidráulica usada para extração do óleo de coentro.



Figura 10: Filtro-prensa de placas usado para extração do óleo de coentro.



4.4.2 Extração com solvente assistida por ultrassom (ESAU)

A extração assistida por ultrassom foi realizada em um banho ultrassônico (UNIQUE UltraSonic Cleaner). As sementes trituradas e padronizadas foram colocadas em *Erlenmeyer* contendo etanol (99,5% de pureza) na proporção de 1:10 (m/v). O *Erlenmeyer* foi colocado dentro do banho ultrassônico com 40 khz de frequência, 154 W de potência, 60 °C de temperatura por 30 min. A extração foi realizada em 6 horas e foram obtidos 18 pontos em intervalos de 10 min na primeira hora, 15 min na segunda hora, 20 min na terceira hora, 30 min na quarta hora e 60

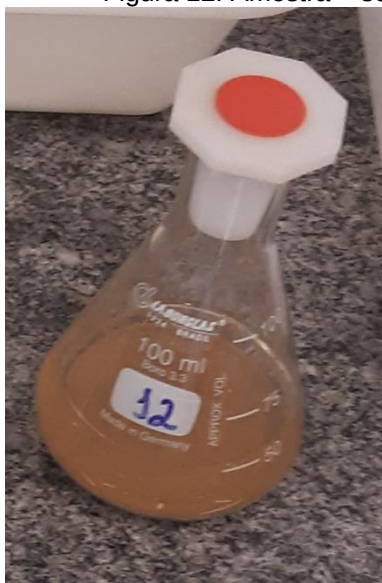
min na quinta e sexta hora, com o objetivo de construir uma curva cinética para avaliar o tempo necessário do processo em termos de rendimento.

Após a extração, o extrato foi filtrado em funil e papel filtro para separação da parte sólida e líquida. O líquido resultante da filtração foi submetido a evaporação em um rotaevaporador (Marconi, MA-1220, Brasil) para retirada do solvente e obtenção do óleo bruto. O experimento foi realizado em triplicata.

Figura 11: Amostras dispostas no Banho ultrassônico.



Figura 12: Amostra + solvente (A) e Extrato sendo filtrado (B).



(A)

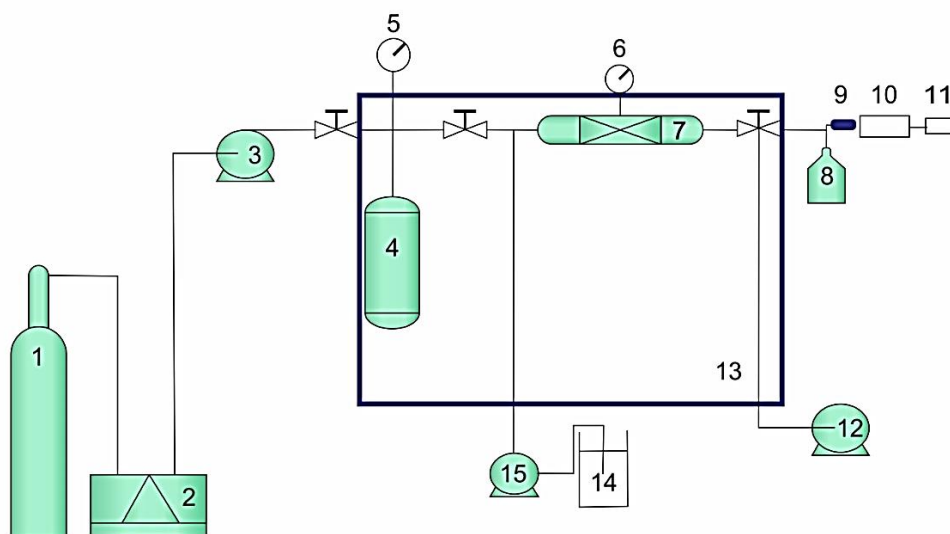


(B)

4.4.3 Extração com Fluido Supercrítico (EFSC)

A extração em leito fixo foi realizada com CO₂ supercrítico. As condições operacionais de temperatura e pressão fixadas em 60 °C e 400 bar. A unidade de extração é apresentada de forma ilustrativa na Figura 13.

Figura 13: Esquema do processo de extração.



- | | |
|---|-------------------------------|
| 1. Cilindro de CO ₂ | 9. Adsorvente para voláteis |
| 2. Banho de refrigeração | 10. Medidor de vazão |
| 3. Bomba de alta pressão para CO ₂ | 11. Totalizador de volume |
| 4. Tanque pulmão | 12. Bomba peristáltica |
| 5. Manômetro do tipo Bourdon | 13. Banho termostatizado |
| 6. Manômetro do tipo Bourdon | 14. Frasco de etanol ou água |
| 7. Extrator | 15. Bomba para etanol ou água |
| 8. Frasco coletor do extrato | |

A unidade consiste basicamente de um cilindro de CO₂ (1), um banho de refrigeração (Cole-Parmer, Polystat 12101-31, EUA) (2), uma bomba de alta pressão (Eldex Laboratories, PN 1018 AA-100-S, EUA) (3), um tanque pulmão (aço inox AISI 316 de 50 mL, Suprilab, Brasil) (4), dois manômetros do tipo Bourdon (Record, Brasil), sendo um localizado no tanque pulmão (5) e o outro na entrada do extrator (6), um extrator (aço inox AISI 316 de 50 mL, Suprilab, Brasil) (7), frasco coletor (8), uma armadilha porapak Q (para capturar a fração volátil) (9), um medidor de vazão (Cole-Parmer, 32908-69, EUA) (10), um totalizador de volume (Lao-G1, Brasil) (11), uma bomba peristáltica Cole-Parmer, Masterflex (77200-62, EUA) (12), um banho termostatizado (Sulab, Brasil) (13), um frasco para etanol (14) e uma bomba (Eldex Laboratories, PN 1018 AA-100-S, EUA) (15) usada para etanol e/ou água.

O extrator (7) foi empacotado manualmente com aproximadamente 60 g de sementes em pó previamente preparada. O banho termostatzado foi ajustado a 60 °C e a pressão ajustada com bombeamento de ScCO₂ até atingir 400 bar. Quando as condições estabelecidas foram alcançadas, contou-se 30 min para estabilização do sistema e então deu-se início ao processo de extração. Para realização da extração utilizou-se CO₂ supercrítico com uma vazão de 1,5 Lmin⁻¹ através do leito e o extrato foi coletado no coletor (9). O CO₂ foi conduzido a um medidor (11) para controlar a vazão de CO₂, temperatura e pressão e por fim no totalizador de volume (12) para quantificar o volume de dióxido de carbono consumido. A extração foi realizada em 6 horas e foram obtidos 18 pontos em intervalos de 10 min na primeira hora, 15 min na segunda hora, 20 min na terceira hora, 30 min na quarta hora e 60 min na quinta e sexta hora, com o objetivo de construir uma curva cinética para avaliar o tempo necessário do processo em termos de rendimento.

4.4.4 Determinação do rendimento de extração

4.4.4.1 Rendimento global

Como parâmetro comparativo entre os diferentes métodos de extração empregou-se o rendimento global de extração, que expressa a relação entre a massa de óleo obtido e a massa da matriz vegetal empregada no processo de extração. O rendimento foi baseado na unidade de massa de matéria-prima empregada em cada tipo de extração (Equação 7). Os experimentos foram conduzidos em triplicata, sendo que o rendimento global é resultado da média aritmética dos valores experimentais.

$$R = \left(\frac{M_o}{M_{mp}} \right) \times 100 \quad (7)$$

Onde:

R= rendimento de extração (%).

M_O = massa de óleo extraído (g).

M_{mp}= massa da matéria prima (g).

4.4.4.2 Rendimento relativo

O rendimento relativo foi calculado com base no teor de lipídios presente na matéria-prima (Equação 8).

$$Rr = \left(\frac{O_e}{TL} \right) \quad (8)$$

Onde:

Rr= rendimento relativo da extração (%).

O_e= Porcentagem de óleo extraído (%).

TL= Teor de lipídios totais (%).

4.5 Caracterização do óleo bruto de coentro

Os óleos brutos obtidos através das três técnicas de extração foram caracterizados quanto ao teor de ácidos graxos livres (AGL), perfil de ácidos graxos, composição em acilgliceróis e teor de tocóis (tocoferóis e tocotrienóis).

4.5.1 Ácidos graxos livres (AGL)

Esta análise foi realizada por titulação com hidróxido de sódio, de acordo com a metodologia oficial Ca 5a-40 (AOCS, 1998). Aproximadamente 5 g de amostra foi dissolvida em 75 mL de álcool (v/v). Em seguida a amostra foi titulada com hidróxido de sódio até a viragem do indicador. A fração mássica de acidez na amostra foi calculada levando-se em conta a massa da amostra, o volume de hidróxido de sódio e o peso molecular do ácido petroselínico.

4.5.2 Perfil de ácidos graxos

A determinação do perfil de ácidos graxos foi realizada através do método oficial Ce 1-62 (AOCS, 2009). O método descrito por Hartman e Lago (1973) foi tomado como base para a conversão de ácidos graxos em ésteres metílicos de ácidos graxos (FAME). Para a composição de ácidos graxos, foi utilizado um cromatografo a gás Clarus 600 (Perkin Elmer, EUA) equipado com uma coluna capilar DB-WAX com 30 m de comprimento, 0,25 mm de diâmetro interno e uma espessura do filme 0,25 µm (Agilent Technologies, EUA) e um detector de ionização de chama (FID). Uma rampa de 50°C a 250°C a 10°C/min foi delineada para a coluna. A temperatura do detector e injetor foram de 250°C e a injeção foi feita com volume de 1 µL. A identificação dos picos foi realizada por comparação dos tempos de retenção de padrões de ésteres metílicos de ácidos graxos (FAME mix C8 – C24; Sigma-Aldrich, EUA).

4.5.3 Composição em acilgliceróis (TAG, MAG e DAG)

As análises de acilgliceróis (MAG, DAG e TAG) foram realizadas através de Cromatografia de Exclusão Molecular, de acordo com o método oficial Cd 11c-93 (AOCS, 1998). As amostras foram dissolvidas em tetrahidrofurano (THF) e diluídas em 1 mL.min⁻¹ de THF em um Cromatógrafo (Perkin Elmer 250) equipado com detector de índice de refração e coluna de exclusão molecular (Jordi Gel DVB 300 x 7,8 mm, 500 Å e 100 Å).

4.5.4 Tocóis (tocoferóis e tocotrienóis)

A determinação do teor de tocoferóis e tocotrienóis foi realizada conforme metodologia descrita por Ansolin *et al.* (2017). O óleo foi diluído em isopropanol em uma concentração de aproximadamente 8000 µg/mL. As amostras foram filtradas em filtros PTFE hidrofóbico e depois seguiram para análise. Foi utilizado para análise de cromatografia líquida um espectrômetro de massas (LC-MS) e um sistema Cromatográfico Waters composto de um cromatógrafo líquido de ultra performance (UPLC), modelo Acquity, acoplado com espectrômetro de massa. A separação dos compostos foi realizada em uma coluna UPLC BEH C18 (1.7 µm, 2.1 x 100 mm) operando a 30 °C. O volume de injeção foi de 5 µL. Todas as amostras foram analisadas em triplicata.

4.5.5 Densidade e viscosidade

As densidades e as viscosidades foram medidas de 20 a 70°C, variando a cada 5 °C. Um micro viscosímetro automático (AMVn, AntonPaar, Áustria) e um medidor de densidade (DMA 4500 M, Anton Paar, Áustria) foram utilizados para medir viscosidade e densidade, respectivamente. As medidas de viscosidade foram baseadas no tempo de fluxo de uma bola imersa na amostra, dentro de um capilar de vidro (ângulo de inclinação de 70 °). Cada registro foi replicado quatro vezes. A calibração do aparelho foi realizada com óleo mineral padronizado (de acordo com o procedimento do equipamento).

4.5.6 Capacidade antioxidante

4.5.6.1 Ensaio de capacidade antioxidante equivalente de Trolox lipofílico (TEAC)

A atividade de eliminação de radicais livres ABTS de frações fenólicas de sementes de coentro foi estimada usando o método descrito por Leite-Legatti *et al.*

(2012) e modificado por Rodrigues et al. (2019). A atividade antioxidante do óleo de semente de coentro foi determinada da seguinte forma: a solução de ABTS^{•+} foi diluída com etanol para obter uma absorbância de $0,700 \pm 0,02$ a 734 nm. O óleo diluído em etanol (200 µL) foi adicionado a 1000 µL de solução ABTS^{•+} e a absorbância foi registrada em 734 nm após 6 min de incubação em temperatura ambiente (± 25 °C). A curva padrão foi preparada como no ensaio TEAC lipofílico.

4.5.6.2 Ensaio de capacidade de absorção de radical de oxigênio lipofílico (ORAC)

O ensaio lipofílico-ORAC (L-ORAC) foi utilizado para avaliar a atividade antioxidante do óleo de semente de coentro. Foi adicionado em cada poço da microplaca: 20 µL de β -ciclodextrina metilada aleatoriamente (RMCD) solução a 7% (acetona: água, 1:1 v/v), Trolox ou óleo de semente de coentro previamente diluído, 120 µL de fluoresceína (0,378 µg/mL, pH 7,4) e 120 µL de AAPH (108 mg/mL). Soluções de calibração Trolox (50 a 600 µmol/L) foram feitas para obter uma curva padrão. O trolox e a diluição da amostra foram preparados com solução de RMCD 7%, enquanto as soluções de fluoresceína e AAPH foram preparadas como no ensaio hidrofílico-ORAC.

4.5.7 Índice de estabilidade

O Índice de Estabilidade de Óleo (OSI) foi determinado a 110 °C, taxa de fluxo de ar a 20L/h usando um sistema de análise OSI (893 Professional Biodiesel Rancimat, Metrohm, Suíça). O tempo de indução foi determinado pelo ponto de inflexão OSI em um máximo da segunda derivada da condutividade curva.

4.5.8 Análise estatística

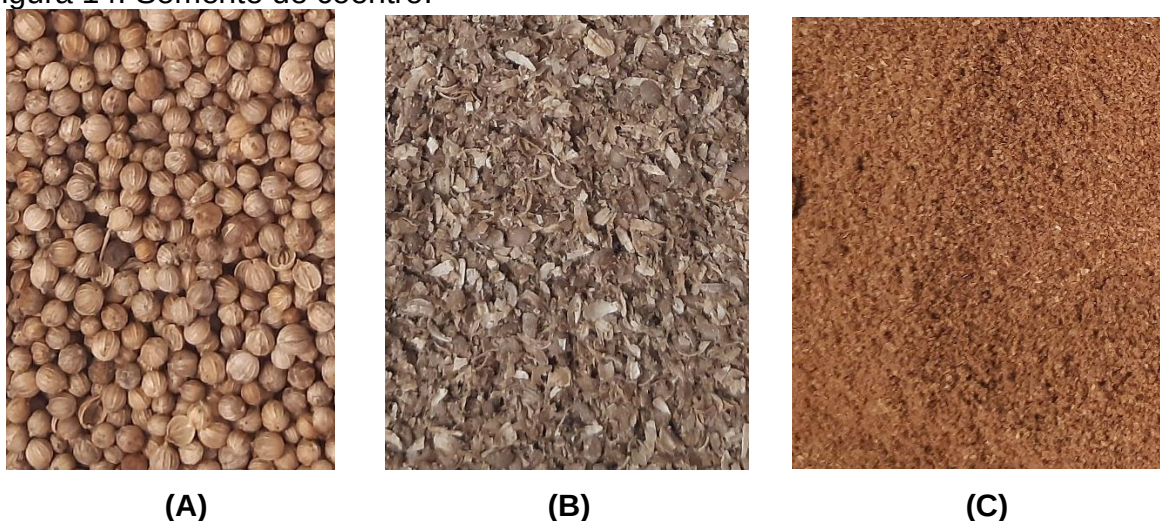
Os resultados foram expressos como a média padrão de três repetições e avaliados pela análise de variância (ANOVA), as diferenças entre as médias foi analisada pelo teste de Tukey com significância de 5%. Para a realização da análise estatística foi utilizado um *software* Sisvar 5.6.

5. RESULTADOS E DISCUSSÕES

5.1 Preparo da matéria prima

A Figura 14 apresenta as sementes utilizadas na caracterização da matéria-prima e nos diferentes tipos de extrações (EP, ESAU e EFSC). As sementes inteiras (A) foram utilizadas na extração EP. Para as extrações ESAU e EFSC foi realizada a redução do tamanho das partículas da matéria-prima em dois estágios, sendo que no primeiro estágio as sementes foram trituradas em moinho de facas (B) e no segundo estágio foi utilizado um Grindomix por um período de 30 min, com rotação de 10.000 rpm obtendo-se as sementes trituradas em partículas menores (C). Em seguida as sementes foram submetidas a classificação em peneiras para a obtenção do diâmetro médio. As sementes trituradas e padronizadas foram empacotadas em sacos plásticos e armazenadas em ambiente refrigerado.

Figura 14: Semente de coentro.



Fonte: Fotos próprio autor.

5.2 Caracterização da matéria-prima

Na Tabela 2 são apresentados os resultados da caracterização das sementes de coentro trituradas quanto ao teor de umidade, teor de lipídios, teor de cinzas, teor de proteína e diâmetro médio das partículas. Os dados obtidos nas análises da caracterização que deram origem a esta tabela podem ser consultados no Apêndice A.

O teor de umidade quantificado na semente de coentro foi de 7,11%, resultado próximo do encontrado por Shahwar et al. (2012) que obteve em seu estudo

6,2% de umidade. O teor de lipídios na semente de coentro foi de 18,41%. Este resultado se encontra dentro do esperado, pois de acordo com a literatura o teor de lipídio na semente de coentro varia de 16 a 22% (Laribi et al, 2015; Sriti et al, 2010).

A quantificação do teor de proteína resultou em 7,06%. O resultado obtido difere do relatado em outros trabalhos, que apresentaram valores entre 14,07 e 15,75% (SRITI et al., 2012; UITTERHAEGEN et al., 2015). É importante salientar que a origem das sementes pode ser determinante para a sua composição e para este trabalho foram utilizadas sementes originárias da Argentina. Variações de composição química de matéria-prima de origem vegetal são comuns, pois está diretamente ligada a região do cultivo, condições de solos, climáticas, entre outros fatores (Laribi et al, 2015). O teor de cinzas quantificado nas sementes de coentro foi de 4,21%. Shahwar et al. (2012) encontrou valores maiores para cinzas (8,59%).

Para melhor eficiência de extração, o diâmetro médio das partículas da semente de coentro utilizadas neste trabalho foi de 590 μm . Como parâmetro para a determinação do tamanho de partícula considerou-se o estudo realizado por Mhendi et al. (2011), que avaliou diversos tamanhos de partículas (entre 300 e 900 μm) concluindo que tamanhos medianos melhora o rendimento da extração, sendo que tamanhos muito pequenos podem formar a compactação do leito, provocando o entupimento, assim como tamanho muito grande pode promover maior retenção de óleos.

Tabela 2: Caracterização da semente de coentro.

Propriedades	Semente de coentro		
Teor de umidade (U)	7,11	±	0,09
Teor de lipídios (%)	18,41	±	0,13
Teor de proteína (%)	7,06	±	0,03
Teor de cinzas (%)	4,21	±	0,09
Diâmetro médio das partículas (μm)	590	±	0,90

1.1 Rendimento e cinética das extrações

Na Figura 15 pode ser observado o processo de extração por prensagem. A extração EP apresentou rendimento médio de 16% após processo de filtração, considerando a massa de óleo obtido pela massa de matéria-prima utilizada. É

importante salientar que a semente utilizada apresentou teor de 18,41% de lipídios, sendo que a EP obteve rendimento relativo a 86,91% do óleo presente na semente.

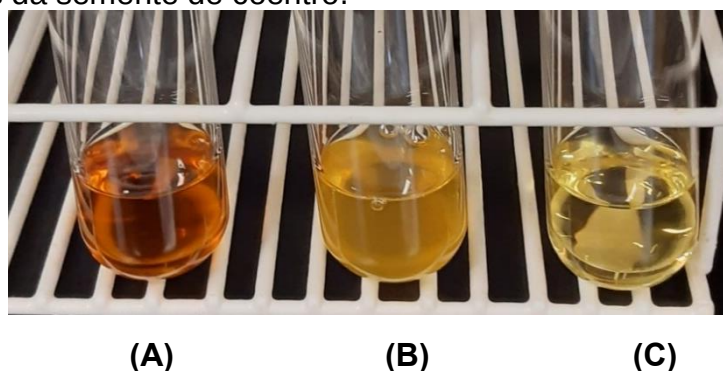
Figura 15: Processo de extração com prensa.



Fonte: Fotos próprio autor.

Estudos realizados por Uitterhaegen et al. (2015) e Sriti et al. (2012) relatam teores de rendimento variando entre 21 a 28%, que pode estar relacionado com a origem, cultivo e espécie da semente. Cabe esclarecer que a extração em prensa fria não é promissora para a obtenção de curvas de cinética de extração, em função do processo próprio de extração, que é realizado com grande volume de matéria-prima, em batelada única e por processo de prensagem, onde ocorre o esmagamento das sementes em parafusos helicoidais com giro sem fim. O óleo da semente de coentro obtido pelas diferentes técnicas aplicadas pode ser observados na Figura 16, sendo: óleo da ESAU (A), óleo da EP (B) e óleo da EFSC (C).

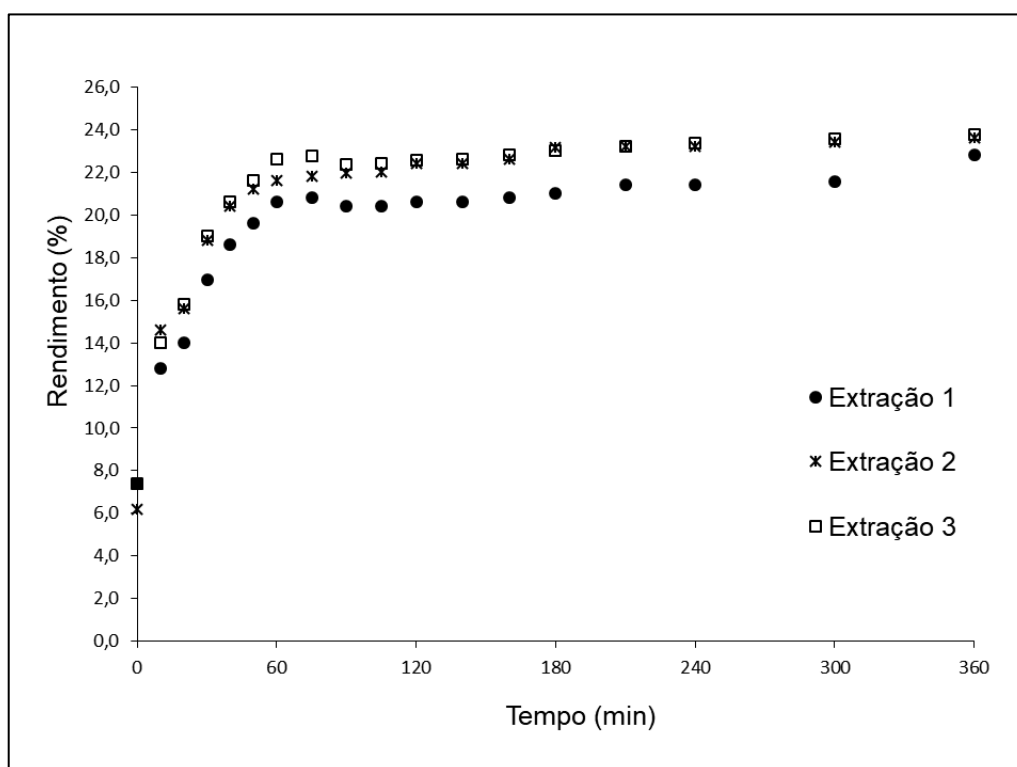
Figura 16: Óleos da semente de coentro.



Fonte: Fotos próprio autor.

A curva da extração ESAU em função do tempo, está representada na Figura 17. O rendimento global médio da extração foi de 23,38% correspondendo a 126,99% da capacidade de recuperação do óleo na extração. Este valor foi maior do que a porcentagem de lipídios totais quantificada na semente, o que pode indicar a presença de outros compostos ou de matérias orgânicas. Nos primeiros 60 min as extrações EASU apresentaram rendimento de 20% correspondendo a 108,64% de capacidade de recuperação de óleo.

Figura 17: Cinética e rendimento de extração ESAU.

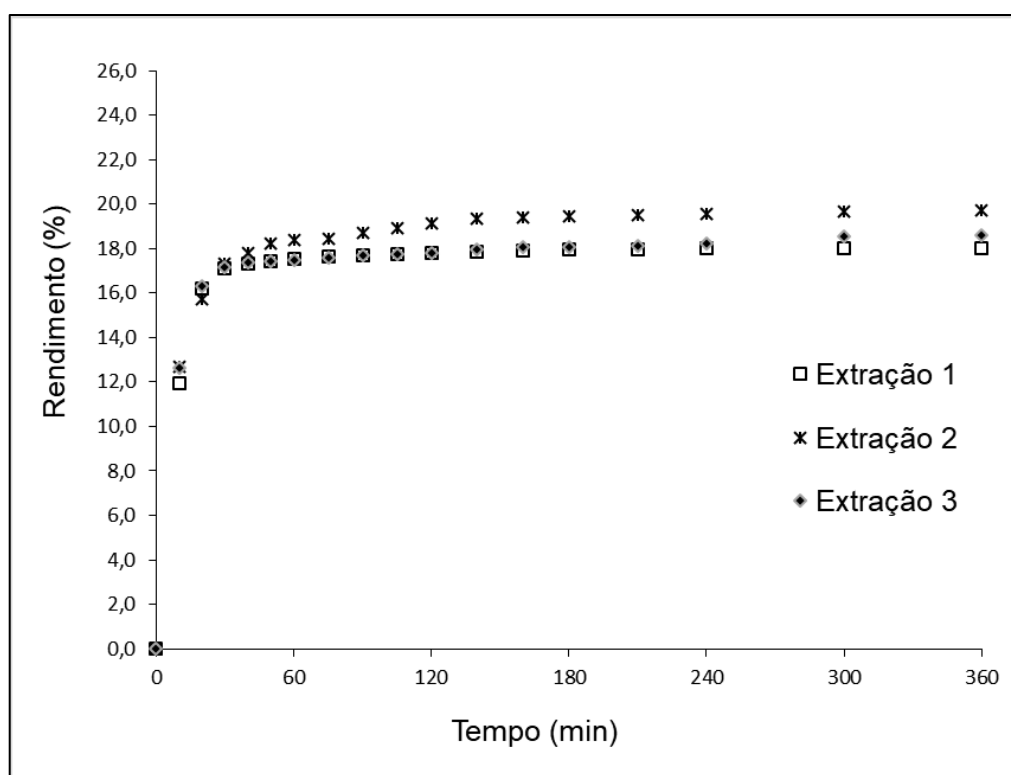


A eficiência da extração ESAU é justificada por Rosa et al. (2019) onde os autores relatam que a proporção de semente/solvente interferiu diretamente no rendimento. Temperaturas entre 40 e 60 °C pode contribuir para uma boa atuação do etanol como solvente, pois facilita a solubilidade do óleo no solvente (COELHO, 2015).

Stevanato e Silva (2018) associaram o rendimento ao tempo de extração, quanto maior o tempo maior o rendimento, devido ao fenômeno de cavitação. Neste fenômeno, as ondas ultrassônicas promovem rupturas na matéria-prima, aumentando o poder de extração do solvente e o arraste de outros componentes. Com longos períodos, essas rupturas acabam destruindo a matéria-prima o que resulta na redução das partículas e dessa forma permitindo a passagem de material orgânico pela filtração. Na Figura 3 pode ser observado a diferença de cor quando comparado as extrações EP e EFSC, esta diferença pode ser justificada pelo tempo do processo, extrações com ultrassom por longos períodos resultam em diminuição da matéria-prima e aumenta a presença de matéria orgânica no extrato (MENEZES, 2016).

A curva de extração EFSC em função do tempo obtida através da utilização de CO₂ supercrítico está representada na Figura 18. O rendimento global da extração EFSC foi de $17,51 \pm 0,47\%$ e correspondeu a 95,11% do rendimento relativo à recuperação de óleo das sementes.

Figura 18: Cinética e rendimento de extração EFSC



Na primeira hora de extração foi alcançado um rendimento de 17% correspondendo a 92,34% do rendimento relativo à recuperação (Figura 5). O tempo de corte para a extração pode ser de 60 min, garantindo eficiência de extração em termos de economia de tempo, solvente e energia. Os dados que deram origem as curvas cinéticas ESAU e EFSC podem ser consultados no Apêndice B.

1.2 Rendimento global

A Tabela 3 apresenta o rendimento global das extrações. A extração EP apresentou menor rendimento, comparada as extrações ESAU e SFSC. Nde e Foncha. (2020) relataram que apesar da EP ser eficiente, normalmente apresentam baixo rendimento, pois uma pequena porcentagem do óleo é perdida na torta.

A extração ESAU apresentou um rendimento global de $20,01 \pm 0,53\%$, teor maior que o quantificado na matéria prima (18%). Como essa extração foi realizada com etanol, pode ter ocorrido o arraste de outras substâncias que apresentam afinidade pela polaridade do etanol como açúcares, compostos fenólicos e até mesmo material orgânico considerado finos, pois o rendimento da extração foi calculado a partir do peso de extrato final após evaporação e sem a purificação do óleo (LONGO et al., 2017). Alrashidi et al. (2020) estudaram diversos tipos de extração do óleo de semente de *Nigella sativa L* e a extração com etanol apresentou o maior rendimento.

A extração EFSC tem como principal vantagem um extrato livre de solvente. Esta técnica obteve um rendimento global de 17,51%, o que resulta em uma eficiência de 97%, quando comparado ao rendimento da extração com teor de lipídios da matéria-prima.

Tabela 3: Rendimento Global.

Extração	Rendimento global (%)
EP	$16,00^c \pm 0,00$
ESAU	$21,59^a \pm 1,01$
EFSC	$17,79^b \pm 0,49$

Médias seguidas de letras diferentes, na mesma coluna são consideradas estatisticamente diferentes pelo teste de Tukey ($p < 0,05$).

5.5 Caracterização do óleo bruto

5.5.1 Perfil de ácidos graxos e ácidos graxos livres (AGL)

Na Tabela 4 é apresentado o perfil de ácidos graxos presente no óleo das sementes de coentro obtido através de diferentes tipos de extração. De acordo com os resultados, os ácidos graxos majoritários encontrados neste experimento foram: o petroselinico com variação de 76 a 67%, linoleico de 10 a 12%, e palmítico de 2 a 3%. Resultados similares foram obtidos por Uitterhaegen et al. (2015)

Tabela 4: Composição de ácidos graxos e AGL para o óleo da semente de coentro obtido através dos diferentes tipos de extrações.

Composição em ácidos graxos (%)	Tipo de extração		
	EP	ESAU	EFSC
Butírico (C4:0)	0,11 ^c ± 0,01	0,17 ^b ± 0,01	0,24 ^a ± 0,01
Capróico (C6:0)	NI	0,40 ^b ± 0,01	0,65 ^a ± 0,04
Cáprico (C10:0)	0,63 ^c ± 0,01	1,44 ^b ± 0,01	2,64 ^a ± 0,07
Palmítico (C16:0)	3,29 ^a ± 0,01	2,90 ^b ± 0,02	2,40 ^c ± 0,07
Palmitoléico (C16:1n-7)	0,47 ^a ± 0,00	0,46 ^{ba} ± 0,01	0,37 ^c ± 0,01
Esteárico (C18:0)	0,53 ^b ± 0,00	0,65 ^a ± 0,01	0,53 ^b ± 0,01
Oleico (C18:1n-9)	0,20 ^c ± 0,02	0,64 ^a ± 0,00	0,62 ^{ba} ± 0,00
Petroselinico (C18:1n-12)	76,65 ^a ± 0,04	67,23 ^{cb} ± 0,32	67,58 ^b ± 0,22
linoleico (C18:2n-6)	12,07 ^b ± 0,04	12,53 ^a ± 0,03	10,33 ^c ± 0,05
α-Linolênico (C18:3n-3)	0,11 ^b ± 0,00	0,12 ^a ± 0,00	0,11 ^b ± 0,00
Araquídico (C20:0)	0,22 ^a ± 0,01	0,21 ^{ba} ± 0,01	0,20 ^{cb} ± 0,01
Não identificado	5,72 ^c ± 0,04	13,25 ^b ± 0,35	14,34 ^a ± 0,17
SFA	4,78 ^c ± 0,03	5,77 ^b ± 0,05	6,65 ^a ± 0,14
MUFA	77,32 ^a ± 0,06	38,58 ^b ± 0,23	38,32 ^{cb} ± 0,05
PUFA	12,18 ^{ba} ± 0,04	12,66 ^a ± 0,35	10,43 ^c ± 0,05
AGL*	0,68 ^c ± 0,04	1,85 ^a ± 0,06	1,36 ^b ± 0,10

*expressa em ácido oleico

Médias seguidas de letras diferentes, na mesma linha são consideradas estatisticamente diferentes pelo teste de Tukey ($p < 0,05$).

Sriti et al. (2009) também quantificaram o ácido petroselínico como principal ácido graxo no óleo da semente de coentro e na folha. O mesmo autor destaca o grande valor que este ácido graxo tem para a indústria (farmacêutica, química e oleoquímica), devido a sua funcionalidade em gerar o ácido láurico e o adípico.

A acidez do óleo expressa em ácido oleico teve variação para os diferentes tipos de extração testadas e estão apresentadas na Tabela 4. Em ordem crescente a EP apresentou menor valor (0,68%), EFSC (1,36%) e a ESAU (1,85%).

5.5.2 Composição em acilgliceróis

Os acilgliceróis são representados pelos triacilgliceróis, diacilgliceróis e monoacilgliceróis e estão representados na Tabela 5. Conforme esperado, o acilglicerol presente em maior concentração no óleo de coentro são os triacilgliceróis (TAG), com teor variando entre 86 e 97%.

Tabela 5: Composição em acilglicerol para o óleo de coentro obtido das diferentes extrações (%).

Acilgliceróis (%)	Extrações		
	EP	ESAU	EFSC
TAG	97,69 ^a ± 0,34	86,07 ^c ± 0,21	89,30 ^b ± 0,07
DAG	2,21 ^c ± 0,33	8,84 ^a ± 0,19	8,42 ^{ba} ± 0,00
MAG	0,10 ^c ± 0,10	5,09 ^a ± 0,02	2,28 ^b ± 0,07

Médias seguidas de letras diferentes, na mesma linha são consideradas estatisticamente diferentes pelo teste de Tukey ($p < 0,05$).

Os diacilgliceróis (DAG) e monoacilgliceróis (MAG), que são produtos de degradação dos TAGs, apresentaram teores variando entre 2 e 8% e 0.1 e 5%, respectivamente. A alta quantidade de TAG indica e reforça a ótima qualidade deste óleo. Comparando os métodos de extração ESAU e EFSC, pode-se verificar que tanto o teor de MAG quanto o teor de DAG apresentaram um aumento significativo quando comparado com o EP, sendo possivelmente resultado do efeito das variáveis temperatura e pressão, os quais podem contribuir com o processo de hidrólise dos TAGs.

5.5.3 Tocóis

Os tocóis quantificados nos óleos extraídos estão apresentados na Tabela 6. Foram quantificados α -tocotrienol nas proporções de 45,74 (EP), 24,29 (ESAU) e 20,33 (EFSC) mg/kg. β - γ -tocotrienol 224,94 (EP), 144,57 (ESAU) e 142,69 (EFSC) mg/kg. β - γ -tocoferol, α -tocoferol e δ -tocotrienol foram detectados, porém não foi possível a quantificação. δ -tocoferol não foi detectado em nenhuma das amostras. Uitterhaegen et al. (2016) analisou o óleo das sementes de coentro de origem francesa e não detectou δ -tocoferol, mas conseguiu quantificar γ -tocoferol 10,1 mg/kg, α -tocoferol 12,4 mg/kg e δ -tocotrienol 25,7 mg/kg. Já Moser & Vaughn (2010) não quantificaram teores de β -tocoferol. O α -tocotrienol e β - γ -tocotrienol, compostos que se apresentaram em maior quantidade nos óleos obtidos, estão relacionados a capacidade antioxidante do óleo das sementes de coentro por apresentarem duas duplas ligações na sua estrutura.

Tabela 6: Teor de tocóis para o óleo de coentro obtido das diferentes extrações (mg/kg).

Tocois (mg/kg de amostra)	Tipo de extração		
	EP	ESAU	EFSC
β - γ -tocoferol	Tr	Tr	Tr
α -tocoferol	Tr	Tr	Tr
δ -tocoferol	Nd	Nd	Nd
α -tocotrienol	45,74 ^a $\pm$ 0,33	24,29 ^b $\pm$ 0,21	20,33 ^c $\pm$ 0,52
β - γ -tocotrienol	224,94 ^a $\pm$ 1,60	144,57 ^b $\pm$ 0,91	142,69 ^b $\pm$ 3,99
δ -tocotrienol	Tr	Tr	Tr

Médias seguidas de letras diferentes, na mesma linha são consideradas estatisticamente diferentes pelo teste de Tukey ($p < 0,05$).

Tr= traços. O componente foi detectado, mas não foi quantificado.

Nd= não detectado

5.5.4 Densidade e viscosidade

Pode ser observado na Figura 19, que a viscosidade diminui com o aumento da temperatura. No óleo extraído por EP há uma diferença acentuada da viscosidade comparado aos outros óleos estudados, nota-se que essa diferença

diminui com o aumento da temperatura. Este comportamento pode ser justificado pelo teor elevado de TAG (97,83%) no EP, pois quanto maior o teor de TAG maior é a viscosidade, devido ao maior tamanho das cadeias e também pelo seu baixo teor de PUFA (13,13%). Nos óleos a viscosidade é inversamente proporcional a temperatura, pois à medida que a temperatura aumenta a viscosidade diminui (BROCK et al., 2008).

Os resultados das análises de densidade podem ser observados na Figura 20. Assim como na viscosidade a densidade também sofre influência da temperatura, à medida que aumenta a temperatura a densidade diminui. Para o óleo das sementes de coentro a densidade na extração EP apresentou variação de 0,91 a 0,88 g/cm³ entre temperaturas de 20 a 70 °C, na ESAU e EFSC de 0,90 a 0,86 g/cm³ para as mesmas faixas de temperaturas.

Observa-se que tanto na viscosidade quanto na densidade o óleo da extração ESAU apresentou-se valores menores, quando comparado as extrações EP e EFSC. Esta diferença é justificada pelo seu maior teor de PUFA (12,66%), pois os PUFA possuem menor ponto de fusão e conseqüentemente baixa viscosidade e densidade (CERIANI, R. et al., 2008; MUNRO, D.; THOMAS, D.W., 2004).

Figura 19: Viscosidade do óleo da semente de coentro extraído por diferentes técnicas.

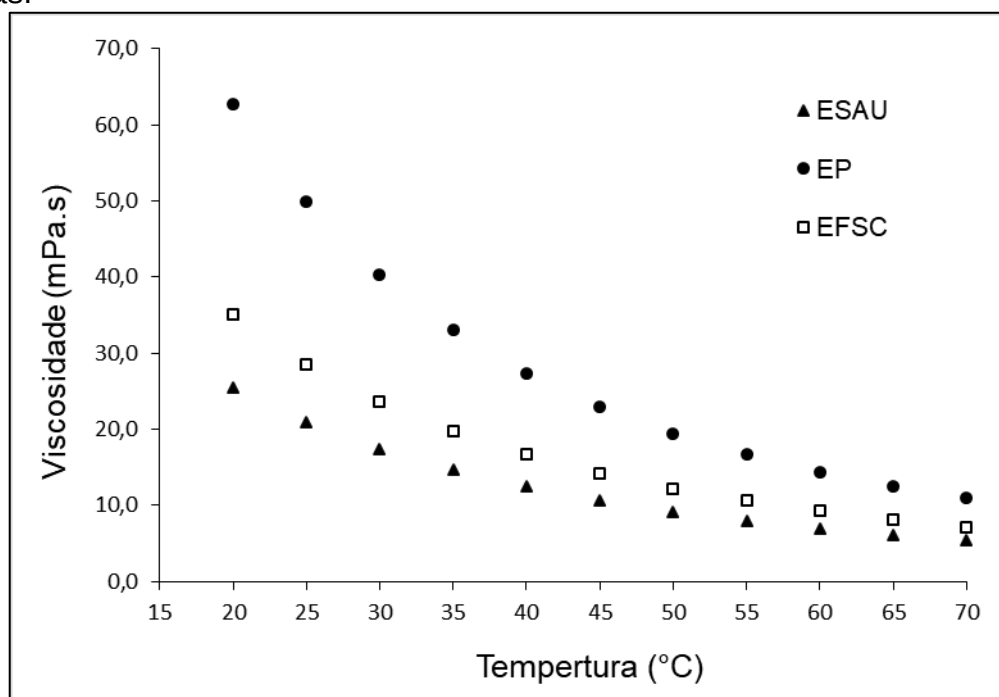
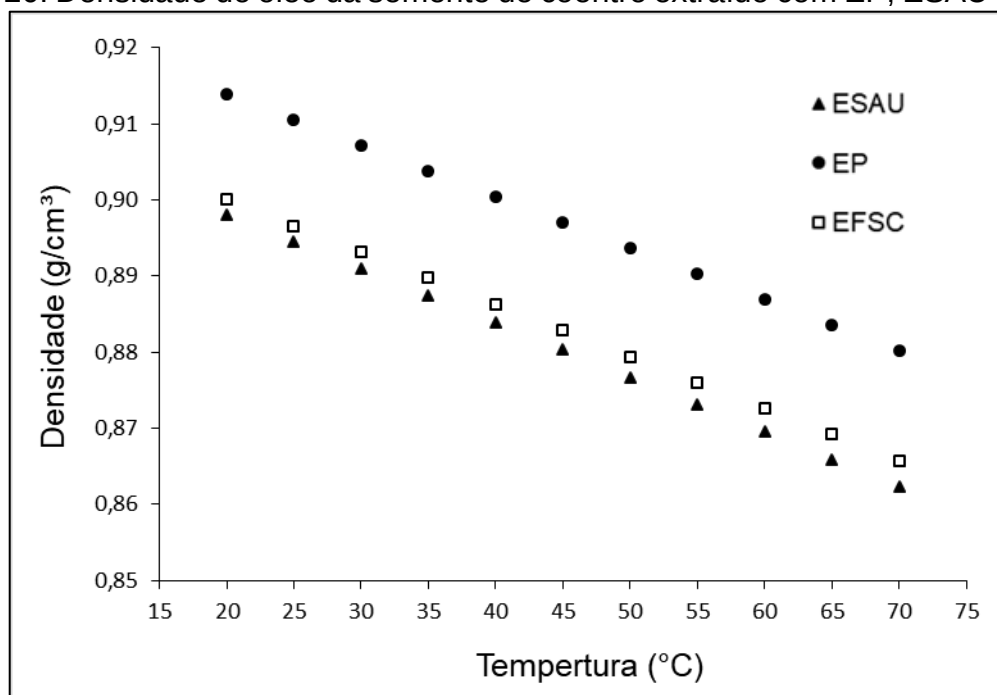


Figura 20: Densidade do óleo da semente de coentro extraído com EP, ESAU e EFSC.



5.5.5 Capacidade antioxidante

Os valores de TEAC e ORAC para os óleos das sementes de coentro estão apresentados na Tabela 7. Para o ensaio ORAC o óleo com maior capacidade antioxidante foi o óleo extraído com EP com $185 \mu\text{mol TE.g}^{-1}$, seguido da ESAU com $133,62 \mu\text{mol TE.g}^{-1}$ e EFSC com $48,06 \mu\text{mol TE.g}^{-1}$. Para o ensaio TEAC os óleos apresentaram menor capacidade, porém, mantiveram a ordem de capacidade antioxidante $\text{EP} > \text{ESAU} > \text{EFSC}$ do ensaio ORAC.

Tabela 7: ORAC e TEAC nos óleos da semente de coentro obtidos por EP, ESAU e EFSC.

Extração	ORAC ($\mu\text{mol TE.g}^{-1}$)	TEAC ($\mu\text{mol TE.g}^{-1}$)
EP	$185,00^a \pm 8,32$	$0,094^a \pm 0,002$
ESAU	$133,62^b \pm 47,41$	$0,040^b \pm 0,001$
EFSC	$48,06^c \pm 9,80$	$0,024^c \pm 0,002$

Médias seguidas de letras diferentes, na mesma coluna são consideradas estatisticamente diferentes pelo teste de Tukey ($p < 0,05$).

5.5.6 Índice de estabilidade oxidativa (OSI)

Os valores de estabilidade oxidativa a 110 °C do óleo das sementes de coentro extraído por diferentes técnicas estão apresentados na Tabela 8 e o índice de estabilidade está expresso em tempo de indução.

Tabela 8: Tempo de indução do óleo da semente de coentro em diferentes extrações.

Óleo	Tempo de indução (h)
EP	29,70 ^a ± 0,18
ESAU	8,27 ^b ± 0,07
EFSC	2,72 ^c ± 0,24

Médias seguidas de letras diferentes, na mesma coluna são consideradas estatisticamente diferentes pelo teste de Tukey ($p < 0,05$).

Nde e Focha (2020) verificaram que trabalhos que estudaram extração com solventes obtiveram maior rendimento, porém óleos extraídos por prensagem a frio apresentaram maior estabilidade. Isso ocorre, pelo processo não ter o emprego de temperatura. O mesmo comportamento foi observado para os experimentos realizados neste trabalho. A EP apresentou tempo maior de indução com 29,7 h, maior estabilidade oxidativa comparando com ESAU com 8,27 h e EFSC com 2,72 h.

6. CONCLUSÃO

A caracterização da matéria-prima mostrou que a semente de coentro de origem argentina pode ser considerada uma boa fonte de lipídios, por possuir um teor médio de 18,41%. Esta encontra-se dentro dos teores já quantificados em sementes de origens diferentes que variam de 16 a 22%.

Com as diferentes técnicas de extração de óleos aplicadas neste trabalho, foi possível verificar que o rendimento variou significativamente de acordo a técnica aplicada. Os rendimentos globais obtidos foram na seguinte ordem: ESAU > EFSC > EP. Este resultado demonstra que a combinação de solvente “verde” com ultrassom e temperatura melhora a eficiência da extração de uma forma geral, aumentando assim o rendimento. Se avaliarmos o rendimento em termos de extração de óleo, a técnica EFSC foi a que apresentou o maior rendimento, resultando em um óleo puro. A partir das três técnicas estudadas foi possível verificar, que pressão, temperatura e proporção amostra/solvente são parâmetros que influenciam no rendimento final da extração. E os mesmos devem ser testados para chegar no processo ideal de cada matéria prima.

As curvas de cinéticas de extração mostraram que o tempo de corte de extração necessário para obtenção de maior eficiência nas técnicas ESAU e EFSC foi de 1 h, considerando rendimento, quantidade de solvente, tempo e economia de energia.

As análises de composição dos extratos obtidos com as diferentes formas de extração, permitiram a visualização da diferença quantitativa dos compostos presentes nos extratos. O solvente utilizado influência de forma direta, pois deve apresentar afinidade com os compostos de interesse presentes na matéria-prima, neste sentido o CO₂ possui eficiência na extração de lipídios e o etanol também quando aliado com a técnica de ultrassom. O binômio tempo e temperatura contribuem para que o solvente consiga atuar de forma eficiente.

Na análise do perfil de ácidos graxos, foi confirmada a presença do ácido petroselinico, que é o ácido majoritário presente no óleo das sementes de coentro e garante a bioatividade deste óleo. Junto a ele, a presença dos tocóis garantem a função de antioxidante ao mesmo. Os diferentes extratos apresentaram teor do ácido petroselinico na seguinte ordem: EP > EFSC > ESAU.

Para o teor em acilgliceróis, os TAGs foram encontrados em maior quantidade, sendo que a extração EP apresentou o maior teor de TAG, e a ESAU

apresentou maior teor de DAG e MAG. A EFSC apresentou teor de DAG significativamente igual ao quantificado na ESAU.

Ao analisar a viscosidade e a densidade nos óleos extraído com diferentes técnicas, verificou-se que a viscosidade se apresentou na mesma ordem que a densidade sendo: EP > EFSC > ESAU e ambas tiveram o mesmo comportamento, quanto maior a temperatura menor a densidade e viscosidade.

A partir da comparação dos óleos foi possível verificar diferenças na composição entre os diferentes tipos de extrações. A extração com EP se mostrou melhor quanto a capacidade antioxidante nos ensaios de ORAC e TEAC realizados, que pode ser explicada pelo alto teor de tocóis quantificado no mesmo. O óleo extraído na EP teve maior quantidade de β - γ -tocotrienol e α -tocotrienol. Assim como também apresentou o melhor OSI (29,70 h).

Como conclusão geral, a extração com prensa apresenta menores rendimentos, porém traz melhor estabilidade para o óleo. E que as técnicas de extração com fluido supercrítico e a combinação de solvente com banhos ultrassônicos trazem melhor rendimento de extração.

7. RECOMENDAÇÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Realizar estudos trabalhando os parâmetros de extração de cada técnica, como tempo, temperatura e proporção de solvente ou fluxo e a partir do extrato avaliar a melhor condição.

Realizar análises complementares nos extratos, a fim de conhecer melhor a composição, como teor de fitosteróis, quantificação de esqualeno, insaponificáveis e compostos minerais.

Estudar a solubilidade dos compostos presentes no óleo em CO₂ supercrítico através de programas de modelagem e assim avaliar os melhores parâmetros para extração. Otimizar o processo visando economia de recursos como matéria-prima, energia e solventes.

Avaliar sementes de coentro de diferentes origens, inclusive a semente de coentro brasileira, através da extração do óleo e avaliação da composição química da semente e do óleo.

8. REFERÊNCIAS

A.O.C.S., Official Methods and Recommended Practices of the American Oil Chemists' Society, 1998, AOCS Press: Champaign, USA.

ABIOVE. Referência bibliográfica de documento eletrônico. Disponível na Internet: <http://www.abiove.com.br>. Acesso em Novembro de 2019.

ANSOLIN, M. et al. Tocopherols and Tocotrienols: an Adapted Methodology by UHPLC/MS Without Sample Pretreatment Steps. **Food Analytical Methods**, v. 10, n. 7, p. 2165–2174, 2017.

AOCS. Official Methods and Recommended Practices of the AOCS. In: **American Oil Chemist's Society**. 6th. ed. Urbana: American Oil Chemists' Society, 2009. v. Ce-1-62p. 1–4.

AOCS. Official Methods and Recommended Practices of the AOCS. In: **American Oil Chemist's Society**. 6th. ed. Champaing: AOCS Press, 1998. v. Ca-23-55p. 6–10.

BARBOSA, M. O. Bioativos em sementes de sete espécies não convencionais ocorrentes no Brasil. Recife, 2016.

BATISTA, GUSTAVO LUIZ ARAÚJO SOUTO; SOUZA, E. S.; ALMEIDA, M.; ALBUQUERQUE, J.; ARAUJO, M. B. V. de ;; ARAUJO, H. Extração Do Óleo Da Borra Do Café: Alternativa Para Redução Dos Impactos Ambientais. [s. l.], 2016.

BOUTIN, O.; BADENS, E. Extraction from oleaginous seeds using supercritical CO₂: Experimental design and products quality. **Journal of Food Engineering**, 396–402, 2009.

BRANDALIZE, M. V. Extração de óleo de *chlorella pyrenoidosa* assistida em ultrassom. Universidade federal do paraná, 2014.

BROCK, J.; NOGUEIRA, M. R.; ZAKRZEWSKI, C.; DE CASTILHOS CORAZZA, F.; CORAZZA, M. L.; DE OLIVEIRA, J. V. Experimental measurements of viscosity and thermal conductivity of vegetable oils. **Ciencia e Tecnologia de Alimentos**, [s. l.], v. 28, n. 3, p. 564–570, 2008.

BRUNI, G. P.; MACHADO, H. B.; MORAIS, M. M.; EHLERS, R.; CREXI, V. T. Estudo do método de ultrassom para a extração de óleo de sementes de uva provenientes de rejeitos do processo vinícola. 3859–3866, 2015.

BRUNNER, G. Supercritical fluids: Technology and application to food processing. **Journal of Food Engineering**, 67(1–2), 21–33, 2005.

BUENO, A. L.; CZEPIELEWSKI, M. A. A importância do consumo dietético de cálcio e vitamina D no crescimento. **Jornal de Pediatria** - Vol. 84, Nº 5, 2008.

CERIANI, R., PAIVA, F. R., GONÇALVES, C. B., BATISTA, E. A. C., & MEIRELLES, A. J. A. (2008). Densities and Viscosities of Vegetable Oils of Nutritional Value. *Journal*

of Chemical and Engineering Data, 53(8), 1846–1853. <https://doi.org/10.1021/JE800177E>.

CHARLES, D. J. Antioxidant properties of spices, herbs and other sources. **Springer Science & Business Media**, p. 255-263, 2013.

CHENG, M. H.; DIEN, B. S.; SINGH, V. Economics of plant oil recovery: A review. **Biocatalysis and Agricultural Biotechnology**, Vol. 18, 2019.

DA ROSA, A. C. S.; STEVANATO, N.; IWASSA, I.; DOS SANTOS GARCIA, V. A.; DA SILVA, C. Obtaining oil from macauba kernels by ultrasound-assisted extraction using ethyl acetate as the solvent. **Brazilian Journal of Food Technology**, [s. l.], v. 22, p. 1–10, 2019.

DAFLON D. S. G.; FREITAS M. S. M.; CARVALHO A. J. C.; MONNERAT P. H.; PRINS C. L. Sintomas visuais de deficiência de macronutrientes e boro em coentro. **Horticultura Brasileira** 32: 28-34, 2014.

DE JESUS, S. S.; FILHO, R. M. Recent advances in lipid extraction using green solvents, 2020.

DESHMUKH, S.; KUMAR, R; BALA, K. Microalgae biodiesel: A review on oil extraction, fatty acid composition, properties and effect on engine performance and emissions. **Fuel Processing Technology**, Vol. 191, pp. 232–247, 2019.

DIMA, C.; IFRIM, G. A.; COMAN, G.; ALEXE, P.; DIMA, S. Supercritical CO₂ Extraction and Characterization of *Coriandrum Sativum* L. Essential Oil. **Journal of Food Process Engineering**, 39(2), 204–211, 2016.

DIMA, C.; IFRIM, G. A.; COMAN, G.; ALEXE, P.; DIMA, S. Supercritical CO₂ Extraction and Characterization of *Coriandrum Sativum* L. Essential Oil, **Journal of Food Process Engineering** ISSN 1745-4530, 2015.

European Food Safety Authority (EFSA). Scientific Opinion on the safety of “coriander seed oil” as a Novel Food ingredient. **EFSA Journal**, 11(10), 1–20, 2013.

GOMNA, A.; N'TSOUKPOE, K. E.; LE PIERRÈS, N.; COULIBALY, Y. Review of vegetable oils behaviour at high temperature for solar plants: Stability, properties and current applications. **Solar Energy Materials and Solar Cells**, 200, 2019.

HARTMAN, L.; LAGO, R. Rapid preparation of fatty acid methyl esters from lipids. **Lab.Pract.**, [s. l.], v. 22, n. 7, p. 475–476, 1973.

KALYNA, V. S.; LUTSENKO, M. V.; KHARYTONOV, M. M. Feasibility study of the technology of fatty coriander oil complex processing. **Annals of Agrarian Science**, [s. l.], v. 16, n. 2, p. 95–100, 2018.

KERN, C.; GOMBERT, C.; ROSO, A.; GARCIA, C. Soothing effect of virgin coriander seed oil on sensitive skin. **OCL - Oilseeds and fats, Crops and Lipids**, [s. l.], v. 27, 2020.

LARIBI, B.; KOUKI, K.; M'HAMDI, M.; BETTAIEB, T. Coriander (*Coriandrum sativum* L.) and its bioactive constituents, **Elsevier**, Vol. 103, pp. 9–26, 2015.

LEE, A. K.; LEWIS, D. M.; ASHMAN P. J. Disruption of microalgal cells for the extraction of lipids for biofuels: processes and specific energy requirements. **Biomass Bioenergy**, v. 46, p. 89–101, 2012.

LONGO, I. A.; ASSIS, R. P.; TANAKA, V. G.; GABRIEL, L. C.; COQUEIRO, A.; WATANABE, E. R. L. da R.; LEITE, P. dos S. G. Extração de óleo vegetal utilizando co-solvente em banho ultrassônico. **Brazilian Applied Science Review**, [s. l.], v. 4, n. 3, p. 1842–1847, 2020.

LUNKES, A. M.; DALMOLIN, I. A. L.; TONIAL, I. B.; TIRITAN, M. G. Refino De Óleo De Soja Via Extração Líquido-Líquido Em Escala Laboratorial E Piloto: [s. l.], p. 566–581, 2020.

MACHMUDAH, S.; KONDO, M.; SASAKI, M.; GOTO, M.; MUNEMASA, J.; YAMAGATA, M. Pressure effect in supercritical CO₂ extraction of plant seeds. **Journal of Supercritical Fluids**, 44(3), 301–307, 2008.

MATASYOH, J. C.; MAIYO, Z. C.; NGURE, R. M.; CHEPKORIR, R. Composição química e atividade antimicrobiana do óleo essencial de *Coriandrum sativum*. **Food Chem**, 113, pp.526-529, 2009.

MELGAR-LALANNE, G.; HERNÁNDEZ-ÁLVAREZ, A. J.; JIMÉNEZ-FERNÁNDEZ, M.; AZUARA, E. Oleoresins from *Capsicum* spp.: Extraction Methods and Bioactivity. **Food and Bioprocess Technology**, [s. l.], v. 10, n. 1, p. 51–76, 2017.

METRICS, A.; SINGLETARY, K. Logotipo secundário Diário De Revista Coentro Visão geral dos benefícios potenciais para a saúde. [s. l.], p. 1–16, 2019. WEI, J. **Revistas e Livros Perfil fitoquímico e bioativo de *Coriandrum sativum* L** . p. 1–24, 2019.

MHEMDI, H.; RODIER, E.; KECHAOU, N.; FAGES, J. A supercritical tuneable process for the selective extraction of fats and essential oil from coriander seeds. **Journal of Food Engineering**, 105(4), 609–616, 2011.

MOSER, B. R.; VAUGHN, S. F. Coriander seed oil methyl esters as biodiesel fuel: Unique fatty acid composition and excellent oxidative stability. **Biomass and Bioenergy**, [s. l.], v. 34, n. 4, p. 550–558, 2010.

MUNRO, D., & THOMAS, D. W. (2004). The role of polyunsaturated fatty acids in the expression of torpor by mammals: a review article in press. *Zoology*, 107, 29–48. <https://doi.org/10.1016/j.zool.2003.12.001>

NADEEM, F.; FAHRINGER, T. Optimizing execution time predictions of scientific workflow applications in the Grid through evolutionary programming. **Future Generation Computer Systems**, 2013.

NASCIMENTO, W. M.; PEREIRA, R. S.; DE FREITAS, R. A.; BLUMER, L.; MUNIZ, M. F. B. Colheita e armazenamento de sementes de coentro. **Pesquisa Agropecuária Brasileira**, 41(12), 1793–1801, 2006.

NDE, D. B.; FONCHA, A. C. Optimization methods for the extraction of vegetable oils: A review. **Processes**, [s. l.], v. 8, n. 2, 2020.

NIST. **NIST Livro de Química na Web, SRD 69**. Disponível em: <<https://webbook.nist.gov/chemistry/name-ser/>>. Acesso em: 11 fev. 2021.

PAVLOVIĆ, N.; VIDOVIĆ, S.; VLADIĆ, J.; POPOVIĆ, L.; MOSLAVAC, T.; JAKOBOVIĆ, S.; JOKIĆ, S. Recovery of Tocopherols, Amygdalin, and Fatty Acids From Apricot Kernel Oil: Cold Pressing Versus Supercritical Carbon Dioxide. **European Journal of Lipid Science and Technology**, [s. l.], v. 120, n. 11, p. 1–8, 2018.

PEREIRA, I.; SEVERINO, P.; SANTOS, A. C.; SILVA, A. M.; SOUTO, E. B. **Linalool bioactive properties and potential applicability in drug delivery systems**, Elsevier B.V., 2018.

PEREIRA, R. S.; MUNIZ, M. F. B.; NASCIMENTO, W. M. Aspectos relacionados à qualidade de sementes de coentro. **Horticultura Brasileira**, Brasília, v.23, n.3, p.703–706, jul-set 2005.

PRACHAYASITTIKUL, V.; PRACHAYASITTIKUL, S.; RUCHIRAWAT, S.; PRACHAYASITTIKUL, V. Coriander (*Coriandrum sativum*): A promising functional food toward the well-being. **Food Research International**, Vol. 105, pp. 305–323, 2018.

RAI, A.; MOHANTY, B.; BHARGAVA, R. Optimization of parameters for supercritical extraction of watermelon seed oil. **Separation Science and Technology (Philadelphia)**, [s. l.], v. 53, n. 4, p. 671–682, 2018.

RAMALHO, H. F.; SUAREZ, P. A. Z. A Química dos Óleos e Gorduras e seus Processos de Extração e Refino The Chemistry of Oils and Fats and their Extraction and Refining Processes. **Rev. Virtual Quim**, 5(1), 2–15, 2013.

RODRIGUES, A. P.; PEREIRA, G. A.; TOMÉ, P. H. F.; ARRUDA, H. S.; EBERLIN, M. N.; PASTORE, G. M. Chemical Composition and Antioxidant Activity of Monguba (*Pachira aquatica*) Seeds. **Food Research International**, [s. l.], v. 121, n. December 2018, p. 880–887, 2019.

SAMPAIO, K. A. **Desacidificação por via física de óleo de palma: efeito da composição do óleo, das perdas de compostos nutracêuticos e cinéticas de degradação**. 163 p. Tese (Doutorado em Engenharia de Alimentos)—Campinas: Faculdade de Engenharia de Alimentos, Universidade Estadual de Campinas, 2011.

SENRAYAN, J.; VENKATACHALAM, S. Optimization of ultrasound-assisted solvent extraction (UASE) based on oil yield, antioxidant activity and evaluation of fatty acid composition and thermal stability of *Coriandrum sativum* L. seed oil. **Food Science and Biotechnology**, 28(2), 377–386, 2019.

SILVA, A. C.; JORGE, N. Bioactive compounds of oils extracted from fruits seeds obtained from agroindustrial waste. **European Journal of Lipid Science and Technology**, v. 119, n. 4, p. 1600024, abr. 2017.

SINGLETARY, K. Coriander: Overview of potential health benefits. **Nutrition Today**, Vol. 51, pp. 151–161, 2016.

SRITI, J.; TALOU, T.; WANNES, W. A.; CERNY, M.; MARZOUK, B. Essential oil, fatty acid and sterol composition of Tunisian coriander fruit different parts. **Journal of the Science of Food and Agriculture**, [s. l.], v. 89, n. 10, p. 1659–1664, 2009.

TRELA, A.; SZYMAŃSKA, R. Less widespread plant oils as a good source of vitamin E. **Food Chemistry**, 296, 160–166, 2019.

UITTERHAEGEN, E.; EVON, P. Twin-screw extrusion technology for vegetable oil extraction: A review, **Elsevier Ltd**, 2017.

UITTERHAEGEN, E.; NGUYEN, Q. H.; SAMPAIO, K. A.; STEVENS, C. V.; MERAH, O.; TALOU, T.; RIGAL, L.; EVON, P. Extraction of Coriander Oil Using Twin-Screw Extrusion: Feasibility Study and Potential Press Cake Applications. **JAOCS, Journal of the American Oil Chemists' Society**, [s. l.], v. 92, n. 8, p. 1219–1233, 2015.

UITTERHAEGEN, E.; SAMPAIO, K. A.; DELBEKE, E. I. P.; DE GREYT, W.; CERNY, M.; EVON, P.; MERAH, O.; TALOU, T.; STEVENS, C. V. Characterization of French coriander oil as source of petroselinic acid. **Molecules**, [s. l.], v. 21, n. 9, 2016.

WEI, J. Revistas e Livros Perfil fitoquímico e bioativo de *Coriandrum sativum* L. [s. l.], p. 1–24, 2019.

WILCOX, R. A.; DEYOE, C. W.; PFOST, H. B. A Method for Determining and Expressing the Size of Feed Particles by Sieving. **Poultry Science**, v. 49, n. 1, p. 9–13, 1970.

APÊNDICE

APÊNDICE A - CARACTERIZAÇÃO DA MATÉRIA-PRIMA

Tabela A - 1 Teor de umidade determinado pelo método Karl Fischer.

Repetição	Amostra (g)	Umidade (%)
1	0,0978	7,2041
2	0,0958	7,1129
3	0,0939	7,0317
Média	0,0958	7,1162

Tabela A - 2 Teor de lipídios.

Repetição	Amostra (g)	Balão (g)	Balão + Amostra (g)	Lipídios (%)
1	5,02	141,82	142,74	18,33
2	5,01	125,67	126,60	18,56
3	5,01	130,51	131,43	18,36
Média	5,0133	132,67	133,59	18,42

Tabela A - 3 Teor de Proteína.

Repetição	Amostra (g)	HCl gasto (mL)	% N	Proteína (%)
1	0,2096	1,63	1,13	7,09
2	0,2011	1,55	1,12	7,02
3	0,2048	1,59	1,13	7,08
Média	0,21	1,59	1,13	7,06

Tabela A - 4 Teor de cinzas.

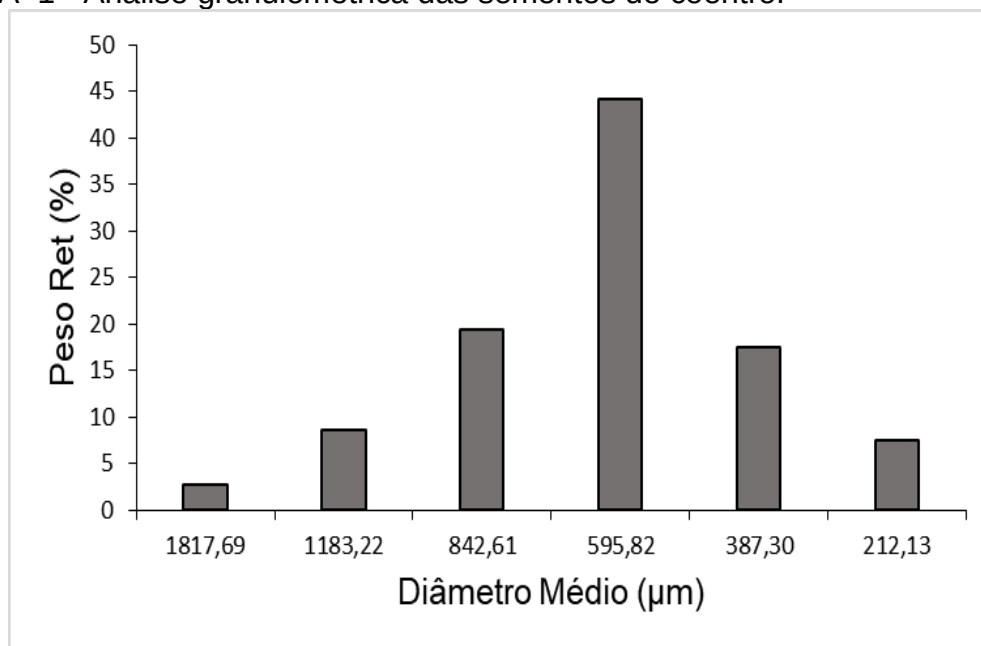
Repetição	Cadinho (g)	Amostra (g)	Amostra seca (g)	Cinzas (%)
1	34,5520	5,0001	34,76	4,12
2	34,0773	5,0028	34,29	4,21
4	36,9660	5,0003	37,18	4,30
Média	35,1984	5,0011	35,4090	4,21

Tabela A - 5 Dados para calcular diâmetro médio das partículas.

ABNT (n°)	d_i (μm)	d_{i+1} (μm)	$\bar{d}_i$ (μm)	W_i (g)	$\log \bar{d}_i$	$W_i \times (\log \bar{d}_i)$	% MR
8	2360						
14	1400	2360	1817,691	21,35	3,260	69,591	2,726
18	1000	1400	1183,216	66,89	3,073	205,557	8,541

25	710	1000	842,615	151,82	2,926	444,169	19,385
35	500	710	595,819	346,40	2,775	961,300	44,230
50	300	500	387,298	137,58	2,588	356,063	17,567
Fundo	150	300	212,132	59,13	2,327	137,572	7,550

Figura A 1 - Análise granulométrica das sementes de coentro.



APÊNDICE B – DADOS EXPERIMENTAIS OBTIDOS DAS EXTRAÇÕES

Tabela B 1 - Dados da extração ESAU com etanol, 60 °C e amostra/solvente 1:10. Extração 1.

Tempo (min)	Amostra (g)	Balão (g)	Balão c/ extrato (g)	Extrato (g)	Rendimento (%)
0	4,9992	130,5200	130,89	0,3700	7,4012
10	5,0026	125,70	126,34	0,64	12,79
20	5,0067	179,30	180,00	0,70	13,98
30	5,0097	141,83	142,68	0,85	16,97
40	5,0050	141,81	142,74	0,93	18,58
50	5,0005	125,71	126,69	0,98	19,60
60	5,0042	130,60	131,63	1,03	20,58
75	5,0010	146,77	147,81	1,04	20,80
90	5,0027	146,75	147,77	1,02	20,39
105	5,0010	130,49	131,51	1,02	20,40
120	5,0015	146,69	147,72	1,03	20,59
140	5,0007	179,37	180,40	1,03	20,60
160	5,0028	130,52	131,56	1,04	20,79
180	5,0025	146,77	147,82	1,05	20,99
210	5,0040	179,37	180,44	1,07	21,38
240	5,0016	125,94	127,01	1,07	21,39
300	5,0052	130,54	131,62	1,08	21,58
360	5,0024	141,76	142,90	1,14	22,79

Tabela B 2 - Dados da extração ESAU com etanol, 60 °C e amostra/solvente 1:10. Extração 2.

Tempo (min)	Amostra (g)	Balão (g)	Balão c/ extrato (g)	Extrato (g)	Rendimento (%)
0	5,0059	130,53	130,84	0,3100	6,1927
10	5,0006	125,71	126,44	0,73	14,60
20	5,0024	179,31	180,09	0,78	15,59
30	5,0015	141,84	142,78	0,94	18,79
40	5,0015	141,82	142,84	1,02	20,39
50	5,0000	125,73	126,79	1,06	21,20
60	5,0006	130,65	131,73	1,08	21,60
75	5,0026	146,78	147,87	1,09	21,79
90	5,0057	146,76	147,86	1,10	21,97
105	5,0024	130,47	131,57	1,10	21,99
120	5,0015	146,68	147,80	1,12	22,39
140	5,0001	179,38	180,50	1,12	22,40

160	5,0037	130,53	131,66	1,13	22,58
180	5,0055	146,76	147,92	1,16	23,17
210	5,0030	179,38	180,54	1,16	23,19
240	5,0003	125,95	127,11	1,16	23,20
300	5,0018	130,53	131,70	1,17	23,39
360	5,0029	141,77	142,95	1,18	23,59

Tabela B 3 - Dados da extração ESAU com etanol, 60 °C e amostra/solvente 1:10. Extração 3.

Tempo (min)	Amostra (g)	Balão (g)	Balão c/ extrato (g)	Extrato (g)	Rendimento (%)
0	5,0024	130,5200	130,89	0,3700	7,3964
10	5,0007	125,70	126,40	0,70	14,00
20	5,0036	179,30	180,09	0,79	15,79
30	5,0040	141,83	142,78	0,95	18,98
40	5,0005	141,81	142,84	1,03	20,60
50	5,0032	125,71	126,79	1,08	21,59
60	5,0013	130,60	131,73	1,13	22,59
75	5,0044	146,77	147,91	1,14	22,78
90	5,0046	146,75	147,87	1,12	22,38
105	5,0027	130,49	131,61	1,12	22,39
120	5,0055	146,69	147,82	1,13	22,58
140	5,0011	179,37	180,50	1,13	22,60
160	5,0012	130,52	131,66	1,14	22,79
180	5,0003	146,77	147,92	1,15	23,00
210	5,0035	179,37	180,53	1,16	23,18
240	5,0041	125,94	127,11	1,17	23,38
300	5,0093	130,54	131,72	1,18	23,56
360	5,0057	141,76	142,95	1,19	23,77

Tabela B 4 - Dados da extração EFSC com ScCO₂, 60 °C e 400 bar. Extração 1.

Tempo (min)	Amostra (g)	Extrato (g)	Rendimento (%)	Rendimento acumulado (%)
0	5,0318	0,0000	0,0000	0,0000
10	5,0318	0,6013	11,9500	11,9500
20	5,0318	0,2144	4,2609	16,2109
30	5,0318	0,0466	0,9261	17,1370
40	5,0318	0,0087	0,1729	17,3099
50	5,0318	0,0060	0,1192	17,4292
60	5,0318	0,0055	0,1093	17,5385
75	5,0318	0,0042	0,0835	17,6219
90	5,0318	0,0037	0,0735	17,6955
105	5,0318	0,0031	0,0616	17,7571

120	5,0318	0,0026	0,0517	17,8087
140	5,0318	0,0025	0,0497	17,8584
160	5,0318	0,0024	0,0477	17,9061
180	5,0318	0,0022	0,0437	17,9498
210	5,0318	0,0015	0,0298	17,9796
240	5,0318	0,0012	0,0238	18,0035
300	5,0318	0,0010	0,0199	18,0234
360	5,0318	0,0009	0,0179	18,0413

Tabela B 5 - Dados da extração EFSC com ScCO₂, 60 °C e 400 bar. Extração 2.

Tempo (min)	Amostra (g)	Extrato (g)	Rendimento (%)	Rendimento acumulado (%)
0	5,0015	0,0000	0,0000	0,0000
10	5,0015	0,6352	12,7002	12,7002
20	5,0015	0,1502	3,0031	15,7033
30	5,0015	0,0820	1,6395	17,3428
40	5,0015	0,0232	0,4639	17,8067
50	5,0015	0,0209	0,4179	18,2245
60	5,0015	0,0070	0,1400	18,3645
75	5,0015	0,0053	0,1060	18,4705
90	5,0015	0,0131	0,2619	18,7324
105	5,0015	0,0097	0,1939	18,9263
120	5,0015	0,0108	0,2159	19,1423
140	5,0015	0,0110	0,2199	19,3622
160	5,0015	0,0024	0,0480	19,4102
180	5,0015	0,0019	0,0380	19,4482
210	5,0015	0,0034	0,0680	19,5161
240	5,0015	0,0016	0,0320	19,5481
300	5,0015	0,0055	0,1100	19,6581
360	5,0015	0,0045	0,0900	19,7481

Tabela B 6 - Dados da extração EFSC com ScCO₂, 60 °C e 400 bar. Extração 3.

Tempo (min)	Amostra (g)	Extrato (g)	Rendimento (%)	Rendimento acumulado (%)
0	5,0270	0,0000	0,0000	0,0000
10	5,0270	0,6363	12,6576	12,6576
20	5,0270	0,1825	3,6304	16,2880
30	5,0270	0,0428	0,8514	17,1394
40	5,0270	0,0108	0,2148	17,3543
50	5,0270	0,0040	0,0796	17,4339
60	5,0270	0,0019	0,0378	17,4717
75	5,0270	0,0063	0,1253	17,5970

90	5,0270	0,0053	0,1054	17,7024
105	5,0270	0,0013	0,0259	17,7283
120	5,0270	0,0035	0,0696	17,7979
140	5,0270	0,0080	0,1591	17,9570
160	5,0270	0,0063	0,1253	18,0824
180	5,0270	0,0005	0,0099	18,0923
210	5,0270	0,0026	0,0517	18,1440
240	5,0270	0,0056	0,1114	18,2554
300	5,0270	0,0138	0,2745	18,5299
360	5,0270	0,0035	0,0696	18,5996

Tabela B 7 – Dados rendimento global.

Repetição	Extração (%)		
	EP	ESAU	EFSC
1	16,00	20,58	17,54
2	-	21,60	18,36
3	-	22,59	17,47
Média	16,00	21,59	17,79

APÊNDICE C – DADOS EXPERIMENTAIS OBTIDOS DAS ANÁLISES

Tabela C 1 - Dados análises de AGL.

Extração	Nº	Amostra (g)	NaOH gasto (mL)	% AGL em ácido oléico
EP	1	5,012	1,1	0,70
	2	5,008	1,0	0,64
	3	5,011	1,1	0,70
	Média	5,010	1,067	0,68
ESAU	1	5,012	2	1,27
	2	5,007	2,3	1,46
	3	5,012	2,1	1,34
	Média	5,0101	2,1333	1,36
EFSC	1	5,002	3	1,91
	2	5,000	2,8	1,78
	3	5,002	2,9	1,85
	Média	5,001	2,900	1,85

Tabela C 2 - Dados do perfil em acilgliceróis (TAG, DAG e MAG).

Extração	Repetição	TAG	DAG	MAG
EP	1	97,45	2,45	0,11
	2	97,93	1,98	0,09
	3	97,69	2,20	0,10
	Média	97,69	2,21	0,10
ESAU	1	86,22	8,42	5,07
	2	85,92	8,50	5,10
	3	86,07	9,60	5,10
	Média	86,07	8,84	5,09
EFSC	1	89,25	8,36	2,33
	2	89,35	8,80	2,23
	3	89,30	8,10	2,28
	Média	89,30	8,42	2,28

Tabela C 3 - Dados análises de tocoferol e tocotrienol.

	Composto	Área média	ppm (ug/mL) média	Volume (mL)	Massa de amostra (g)	mg/kg de amostra média	Desvio Padrão mg/kg de amostra
Prensa	β-γ-tocoferol	10469,205	-0,02	10	0,0677	Detectado, não quantificado	0,33
	α-tocoferol	8898,284	-0,02	10		Detectado, não quantificado	
	δ-tocoferol	227,299	-0,11	10		Não detectado	
	α-tocotrienol	213765,438	0,31	10		45,74	
	β-γ-tocotrienol	705710,313	1,53	10		224,94	
	δ-tocotrienol	50970,598	-0,10	10		Detectado, não quantificado	
Ultrassom	β-γ-tocoferol	4452,104	-0,03	10	0,0650	Detectado, não quantificado	0,22
	α-tocoferol	7430,492	-0,02	10		Detectado, não quantificado	
	δ-tocoferol	406,920	-0,11	10		Não detectado	
	α-tocotrienol	134882,719	0,16	10		24,30	
	β-γ-tocotrienol	452557,188	0,94	10		144,57	
	δ-tocotrienol	31120,236	-0,13	10		Detectado, não quantificado	
Supercrítico	β-γ-tocoferol	5609,331	-0,03	10	0,0656	Detectado, não quantificado	0,52
	α-tocoferol	7643,218	-0,02	10		Detectado, não quantificado	
	δ-tocoferol		-0,11	10		Não detectado	
	α-tocotrienol	120841,586	0,13	10		20,33	
	β-γ-tocotrienol	439214,625	0,91	10		142,69	
	δ-tocotrienol	34044,953	-0,13	10		Detectado, não quantificado	

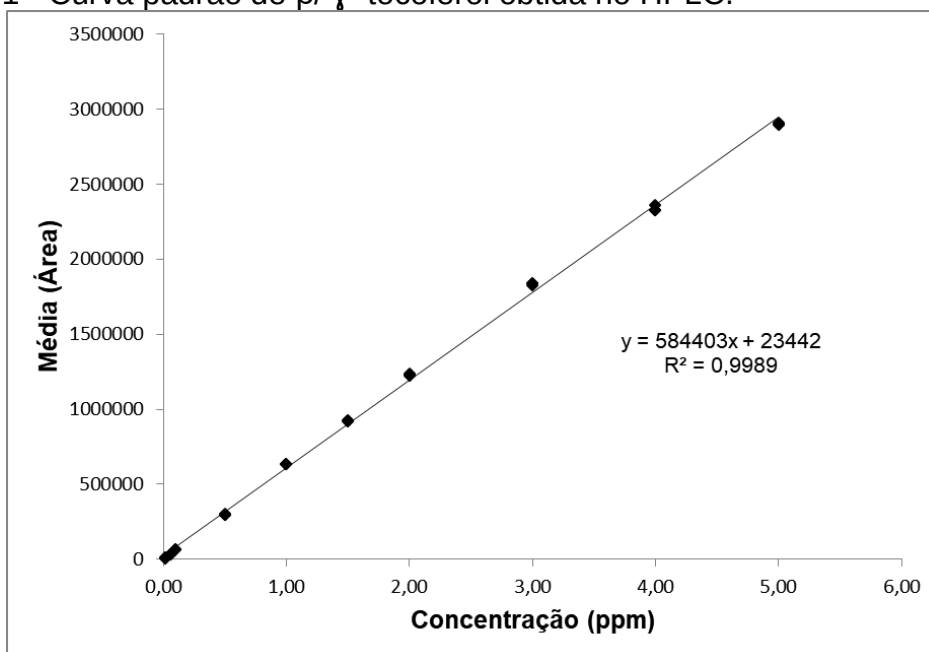
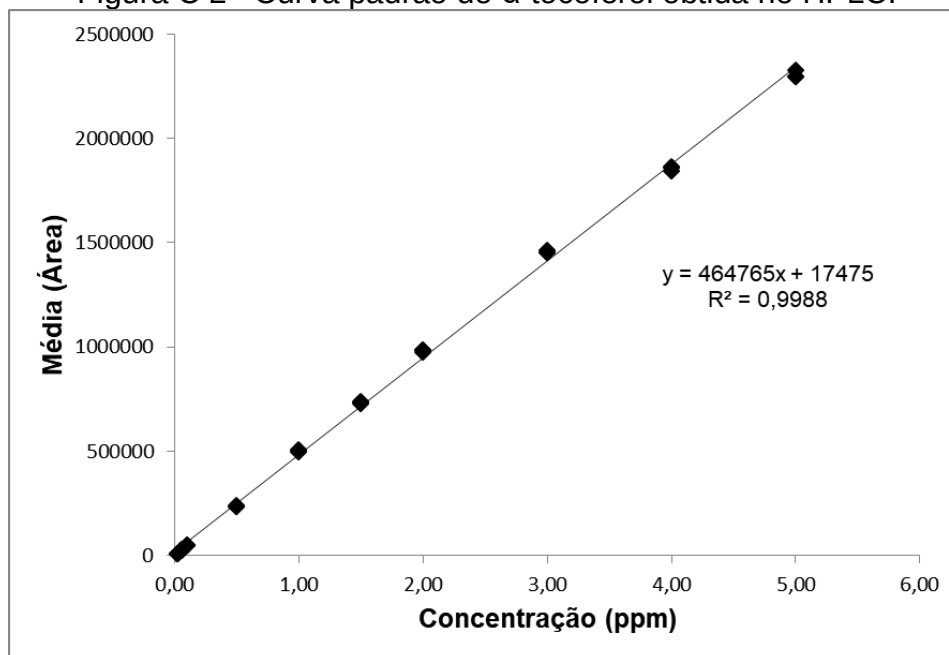
Figura C 1 - Curva padrão de β/γ -tocoferol obtida no HPLC.Figura C 2 - Curva padrão de α -tocoferol obtida no HPLC.

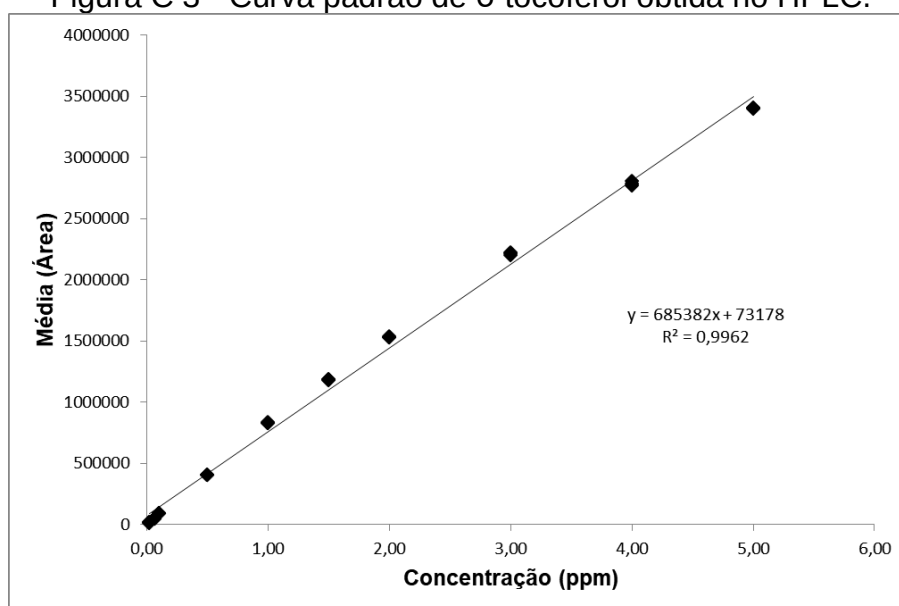
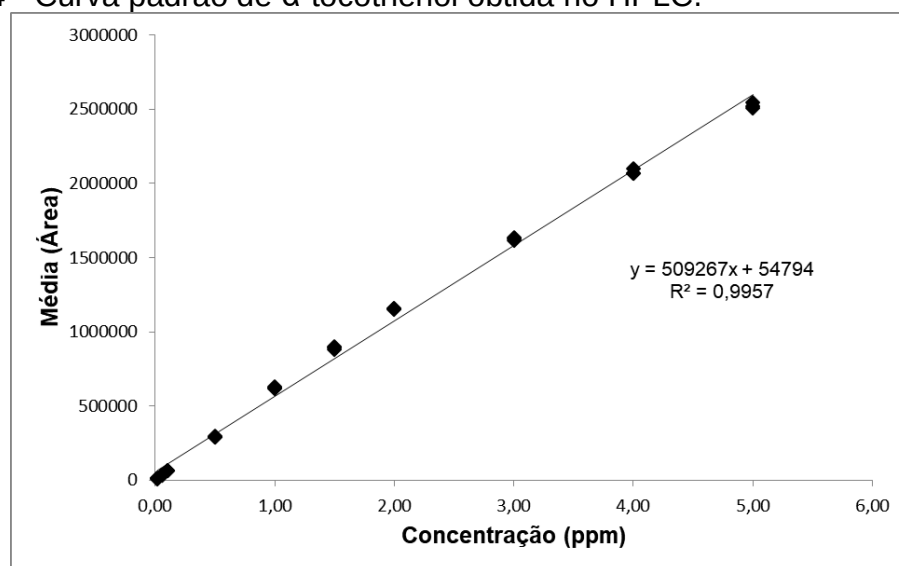
Figura C 3 - Curva padrão de δ -tocoferol obtida no HPLC.Figura C 4 - Curva padrão de α -tocotrienol obtida no HPLC.

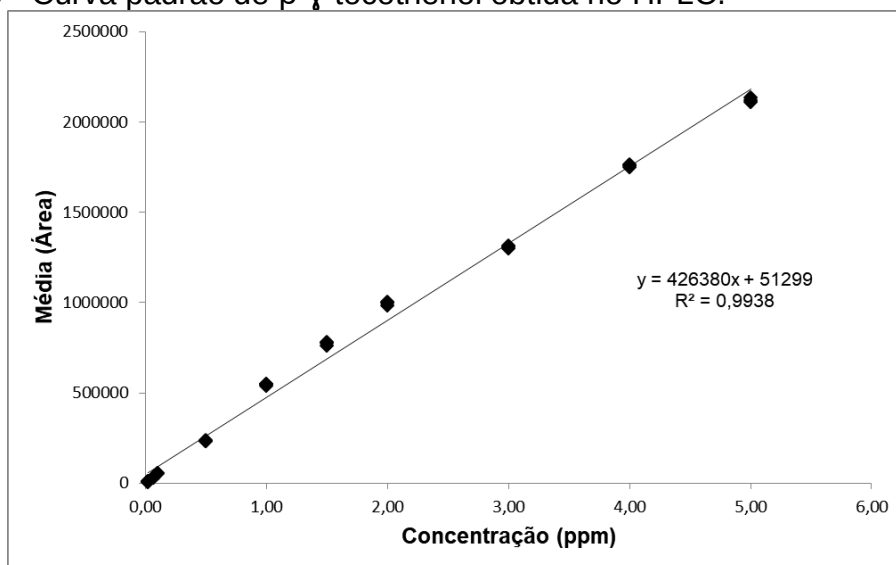
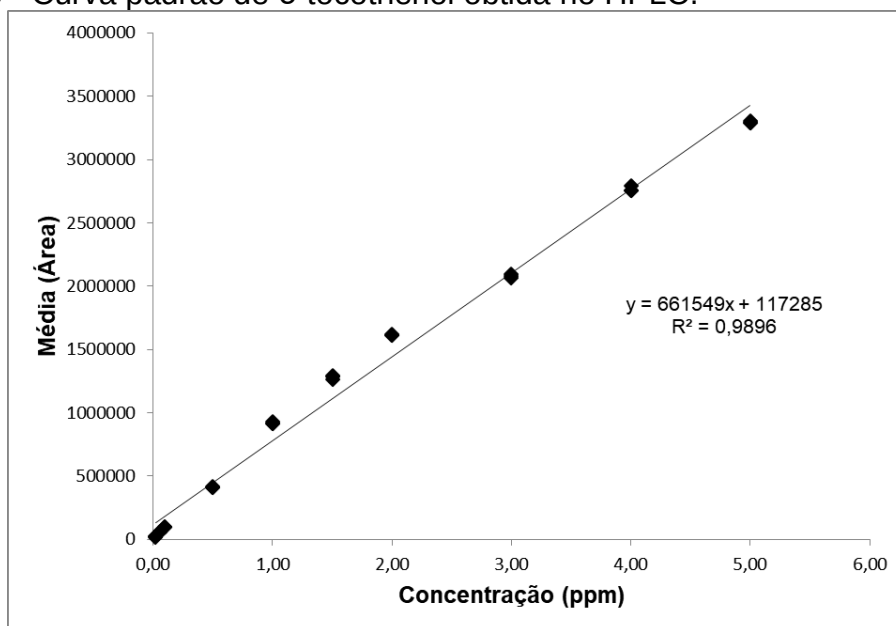
Figura C 5 - Curva padrão de β - γ -tocotrienol obtida no HPLC.Figura C 6 - Curva padrão de δ -tocotrienol obtida no HPLC.

Tabela C 4 - Dados Densidade (g/cm³).

	Temperatura (°C)	Repetição				Média	Desvio
		1	2	3	4		
EP	20	0,91385	0,91387	0,91388	0,91388	0,91387	0,00001
	25	0,91051	0,91051	0,91051	0,91051	0,91051	0,00000
	30	0,90712	0,90712	0,90712	0,90712	0,90712	0,00000
	35	0,90373	0,90373	0,90373	0,90373	0,90373	0,00000
	40	0,90035	0,90035	0,90035	0,90034	0,90035	0,00000
	45	0,89699	0,89697	0,89697	0,89697	0,89698	0,00001
	50	0,89362	0,89362	0,89361	0,89361	0,89362	0,00001
	55	0,89026	0,89025	0,89025	0,89025	0,89025	0,00001
	60	0,88690	0,88690	0,88690	0,88690	0,88690	0,00000
	65	0,88355	0,88355	0,88355	0,88355	0,88355	0,00000
	70	0,88021	0,88019	0,88020	0,88019	0,88020	0,00001
ESAU	20	0,89810	0,89813	0,89812	0,89813	0,89812	0,00001
	25	0,89458	0,89458	0,89457	0,89458	0,89458	0,00001
	30	0,89101	0,89099	0,89099	0,89099	0,89100	0,00001
	35	0,88744	0,88743	0,88743	0,88742	0,88743	0,00001
	40	0,88386	0,88385	0,88385	0,88385	0,88385	0,00000
	45	0,88028	0,88028	0,88028	0,88028	0,88028	0,00000
	50	0,87670	0,87667	0,87668	0,87667	0,87668	0,00001
	55	0,87310	0,87309	0,87309	0,87308	0,87309	0,00001
	60	0,86949	0,86949	0,86949	0,86948	0,86949	0,00000
	65	0,86589	0,86588	0,86588	0,86588	0,86588	0,00001
	70	0,86226	0,86226	0,86226	0,86226	0,86226	0,00000
EFSC	20	0,90003	0,90005	0,90005	0,90005	0,90005	0,00001
	25	0,89661	0,89660	0,89659	0,89659	0,89660	0,00001
	30	0,89316	0,89316	0,89316	0,89315	0,89316	0,00000
	35	0,88972	0,88972	0,88972	0,88971	0,88972	0,00000
	40	0,88628	0,88627	0,88626	0,88626	0,88627	0,00001
	45	0,88284	0,88284	0,88284	0,88284	0,88284	0,00000
	50	0,87942	0,87942	0,87942	0,87942	0,87942	0,00000
	55	0,87600	0,87600	0,87600	0,87600	0,87600	0,00000
	60	0,87258	0,87258	0,87258	0,87258	0,87258	0,00000
	65	0,86917	0,86917	0,86916	0,86916	0,86917	0,00001
	70	0,86575	0,86575	0,86575	0,86574	0,86575	0,00001

Tabela C 5 - Dados de viscosidade (mPa.s).

	Temperatura (°C)	Repetição				Média	Desvio
		1	2	3	4		
EP	20	62,5605	62,7096	62,6306	62,7841	62,6712	0,097
	25	49,8164	49,9164	49,7892	49,9339	49,8640	0,072
	30	40,2770	40,3727	40,3648	40,3736	40,3470	0,047
	35	33,0075	33,0927	32,9733	33,0277	33,0253	0,050
	40	27,2452	27,2882	27,2953	27,2671	27,2740	0,023
	45	22,8324	22,8869	22,8702	22,8825	22,8680	0,025
	50	19,3957	19,4089	19,3869	19,4124	19,4010	0,012
	55	16,6225	16,6497	16,6181	16,6471	16,6344	0,016
	60	14,3587	14,3869	14,3535	14,3931	14,3731	0,020
	65	12,5138	12,5322	12,5076	12,5340	12,5219	0,013
	70	10,9674	11,0009	10,9692	11,0000	10,9844	0,019
ESAU	20	25,5431	25,5458	25,5273	25,5449	25,5403	0,00872
	25	20,9404	20,9844	20,9475	20,9738	20,9615	0,02095
	30	17,4441	17,4537	17,4449	17,4687	17,4529	0,01143
	35	14,6921	14,7071	14,6930	14,7053	14,6994	0,00792
	40	12,4498	12,4683	12,4516	12,4665	12,4591	0,00970
	45	10,6430	10,6589	10,6386	10,6598	10,6501	0,01087
	50	9,1509	9,1685	9,1517	9,1694	9,1601	0,01020
	55	7,9296	7,9385	7,9393	7,9367	7,9360	0,00442
	60	6,9225	6,9251	6,9242	6,9278	6,9249	0,00221
	65	6,0794	6,0873	6,0794	6,0856	6,0829	0,00413
	70	5,3697	5,3758	5,3679	5,3758	5,3723	0,00411
EFSC	20	35,1621	35,1516	35,1024	35,1278	35,1360	0,02659
	25	28,5955	28,6008	28,5551	28,6017	28,5883	0,02229
	30	23,6025	23,6227	23,5928	23,6095	23,6069	0,01258
	35	19,7166	19,7368	19,7227	19,7579	19,7335	0,01833
	40	16,6895	16,7071	16,6983	16,7229	16,7045	0,01424
	45	14,2414	14,2581	14,2467	14,2590	14,2513	0,00865
	50	12,2376	12,2420	12,2288	12,2447	12,2383	0,00696
	55	10,5968	10,6030	10,5845	10,5942	10,5946	0,00769
	60	9,2367	9,2437	9,2243	9,2428	9,2369	0,00894
	65	8,0975	8,1099	8,1046	8,1107	8,1057	0,00609
	70	7,1497	7,1762	7,1488	7,1727	7,1619	0,01462

Tabela C 6 - Dados dos ensaios de atividade antioxidante ORAC e TEAC.

Tipo de extração	Repetição	ORAC $\mu\text{mol TE/g}$	TEAC $\mu\text{mol TE/g}$
EP	1	177,933	0,093
	2	182,899	0,096
	3	194,169	0,092
	Média	185,000	0,094
ESAU	1	160,258	0,040
	2	161,723	0,040
	3	78,868	0,041
	Média	133,616	0,040
EFSC	1	46,487	0,022
	2	58,550	0,024
	3	39,137	0,026
	Média	48,058	0,024

APÊNDICE D – DADOS DA ANÁLISE ESTATÍSTICA.

Tabela D 1: Dados do teste de Tukey da análise do rendimento.

Tipo de extração	Rendimento (%)	a	b	c
ESAU	20,01	****		
EFSC	17,51		****	
EP	16,00			****

Tabela D 2: Dados do teste de Tukey da análise de TAG.

Tipo de extração	TAG (%)	a	b	c
EP	97,83	****		
EFSC	96,25		****	
ESAU	95,50			****

Tabela D 3: Dados do teste de Tukey da análise de DAG.

Tipo de extração	DAG (%)	a	b	c
EFSC	1,88	****		
ESAU	1,05		****	
EP	1,03		****	

Tabela D 4: Dados do teste de Tukey da análise de MAG.

Tipo de extração	MAG (%)	a	b	c
EFSC	0,57	****		
ESAU	0,09		****	
EP	0,09		****	

Tabela D 5: Dados do teste de Tukey da análise de α -tocotrienol.

Tipo de extração	α -tocotrienol (mg/kg de amostra)	a	b	c
EP	45,74	****		
ESAU	24,29		****	
EFSC	20,33			****

Tabela D 6: Dados do teste de Tukey da análise de β - γ -tocotrienol.

Tipo de extração	β - γ -tocotrienol (mg/kg de amostra)	a	b	c
EP	224,94	****		
ESAU	144,57		****	
EFSC	142,69		****	

Tabela D 7: Dados do teste Tukey da análise de ORAC.

Tipo de extração	ORAC (μ mol TE/g)	a	b	c
EP	185,00	****		
ESAU	133,62		****	
EFSC	48,06			****

Tabela D 8: Dados do teste Tukey da análise de TEAC.

Tipo de extração	TEAC (μ mol TE/g)	a	b	c
EP	0,094	****		
ESAU	0,040		****	
EFSC	0,024			****

Tabela D 9: Dados do teste Tukey da análise de estabilidade oxidativa.

Tipo de extração	OSI (h)	a	b	c
EP	29,70	****		
ESAU	8,27		****	
EFSC	2,72			****