



UNIVERSIDADE DO VALE DO PARAÍBA
FACULDADE DE ENGENHARIAS, ARQUITETURA E URBANISMO
CURSO DE ENGENHARIA QUÍMICA

**EXTRAÇÃO DO ÓLEO ESSENCIAL DA *SCHINUS TEREBINTHIFOLIUS* RADDI E
AVALIAÇÃO DA EFICIÊNCIA BACTERICIDA DO SABONETE DESENVOLVIDO**

KARINA SATO NISHIMOTO
MONALIZA DOS SANTOS SOUZA

Trabalho de Conclusão de curso apresentado ao
Departamento de Engenharia Química como
parte do requisito para obtenção do título de
Bacharel em Engenharia Química.

Orientador: Valdirene Aparecida Silva

SÃO JOSÉ DOS CAMPOS
DEZEMBRO/2016

**EXTRAÇÃO DO ÓLEO ESSENCIAL DA *SCHINUS TEREBINTHIFOLIUS* RADDI E
AVALIAÇÃO DA EFICIÊNCIA BACTERICIDA DO SABONETE DESENVOLVIDO**

KARINA SATO NISHIMOTO

MONALIZA DOS SANTOS SOUZA

Banca examinadora:

Vanesa C. G. Mitchell Ferrari

Maricilia Silva Costa

AGRADECIMENTOS

Primeiramente queremos agradecer a Deus por ter nos dado a vida e por ter nos guiado e capacitado para chegarmos até aqui, através de conquistas e realizações.

Também agradecemos a nossa família que sempre esteve do nosso lado, dando força, apoio e incentivo ao longo de todo o nosso processo de formação.

A nossa orientadora, professora Valdirene Aparecida Silva, pelas valiosas reflexões, críticas e sugestões que contribuíram para a conclusão deste trabalho.

A professora Flávia Vilaça Moraes pela disponibilidade de orientar com atenção e carinho nas realizações das análises de microbiologia. E a técnica Priscila Leite que nos acompanhou e permitiu que desenvolvêssemos as análises de microbiologia no Laboratório Central de Analítica Multiusuário – Instituto de Pesquisa e Desenvolvidos (IP&D) da Univap, enriquecendo nosso conhecimento e compartilhando ideias.

E aos estagiários da iniciação científica João Vitor Fernandes de Siqueira e Bruna Oliveira Campos, pela prestativa colaboração nos ensaios biológicos.

RESUMO

Os óleos essenciais são substâncias voláteis que podem ser extraídos de várias partes da planta, tais como caule, casca, flores, folhas, entre outras. Possuem uma rica composição de constituintes benéficos para diversos tipos de produtos, atuando fortemente na área cosmética, alimentícia e na medicina alternativa. Devido a este fato, o mercado de óleos essenciais vem crescendo consideravelmente, havendo assim um aumento nos investimentos para o desenvolvimento tecnológico neste setor a partir de aprimoramentos de novos conhecimentos nos processos extrativos dos mesmos. Este trabalho de graduação teve como objetivo a extração do óleo essencial do fruto da árvore *Schinus Terebinthifolius* Raddi pelo método de extração por hidrodestilação com o equipamento Clevenger, com o intuito de otimizar as variáveis do processo para um melhor rendimento, além de verificar suas características físico-químicas e sua eficiência como bactericida através da manipulação de três diferentes formulações de sabonetes em barra. O foco no processo foi o estudo do comportamento da sua extração, visto que as variáveis são o ponto crucial para a produção. Sabendo-se que cada planta se comporta de forma diferente na extração, em relação ao tempo de processo, a razão massa por volume do extrator, a superfície de contato, a pré-secagem entre outros parâmetros que podem interferir na produtividade e qualidade do produto final, foi proposto o fluxograma de processo para o óleo essencial do fruto da pimenta rosa. O resultado do rendimento do processo extrativo foi 10,22 % (p/p) $\pm 0,068$, não apresentando diferenças significativas entre a triplicata e tendo um resultado satisfatório superior aos encontrados na literatura. Já o valor da densidade do óleo essencial ($0,8627 \text{ g/cm}^3 \pm 0,0800$), mostrou-se próximo aos dados disponíveis de estudo deste, contudo a análise da umidade (29,42 % $\pm 1,08$) foi bastante diferente ao encontrado na literatura, sendo justificável por fatores climáticos e locais. Com a finalidade de proporcionar maiores informações a cerca da identidade química do óleo essencial do fruto da *Schinus Terebinthifolius* Raddi e descobrir novos produtos no combate de microorganismo, este trabalho avaliou as atividades biológicas do óleo essencial e do sabonete produzido frente as bactérias *Escherichia coli* e *Staphylococcus aureus*. O resultado das análises do pH do sabonete foram satisfatória, estando o pH dentro do limite permitido pela Anvisa. A atividade bactericida do óleo essencial e do sabonete foram negativas contra as cepas das bactérias *Escherichia coli* e *Staphylococcus aureus*, não demonstrando eficiência como bactericida.

Palavras chaves: óleos essenciais; pimenta rosa; bactericida, hidrodestilação.

ABSTRACT

The essential oils are volatile substances that can be extracted from various parts of the plant, such as stem, bark, flowers, leaves and other. It has a composition rich in constituents beneficial to many types of products, which strongly operates in the field of cosmetics, food and alternative medicine. Due to this fact, the essential oils market is growing considerably, so there is an increase in investments for technological development in this sector from enhancements to new knowledge in extractive processes thereof. This graduate study had as objective the essential oil extraction from the fruit of *Schinus terebinthifolius* Raddi by hydrodistillation extraction method with Cleverger equipment, in order to optimize the process variables for better performance and to verify its physical and chemical characteristics and its effectiveness as a bactericide by manipulating three different formulations of bar soaps. The focus in the process was to study the behavior of its extraction, since the variables are the crucial point for production. Knowing that each plant behaves differently in the extraction compared to the process time, the ratio by weight of extractant volume, contact surface, the pre-drying and other parameters that can affect the productivity and quality of the final product, the process flow diagram has been proposed for the essential oil by mastic red-pepper fruit. The result of the extraction process yield was $(10,22 \pm 0,068)$, no significant differences between the triplicate and having a higher satisfactory results to those found in literature. Since the amount of essential oil density $(0,8627 \pm 0,0800)$ proved to be close to the available data from this study, but the analysis of moisture $(29,42 \pm 1,08)$ was rather different to that found in the literature, it is justified by climatic and local factors. In order to provide more information about the essential oil of the chemical identity of the fruit of *Schinus terebinthifolius* Raddi and discover new products in the microorganism of combat, this study evaluated the biological activities of the essential oil and of the soap front to bacterium *Escherichia coli* and *Staphylococcus aureus*. The result of the soap's pH analyzes were satisfactory, with the pH within the limit allowed by Anvisa. The bactericidal activity of the essential oil and soap were negative against strains of the bacterium *Escherichia coli* and *Staphylococcus aureus*, not demonstrating effectiveness as a bactericide.

Key words: essential oils; red-pepper; bactericidal; hydrodistillation

LISTA DE FIGURA

Figura 1. Partes da Árvore <i>Schinus Terebinthifolius</i> Raddi.....	14
Figura 2. Estrutura química de alguns monoterpenos comumente presentes no óleo essencial da <i>Schinus Terebinthifolius</i> Raddi.....	15
Figura 3. Aparelho Clevenger	17
Figura 4. Frutos maduros sendo selecionados.....	19
Figura 5. Extração com diferentes métodos de tratamento do fruto da pimenta rosa: A) sem maceração; B) com maceração manual; C) com maceração utilizando o moinho analítico	22
Figura 6. Sabonetes produzidos para experimentos.....	24
Figura 7. Bactérias estudadas: A) <i>Escherichia coli</i> ; B) <i>Staphylococcus aureus</i>	26
Figura 8. Gráfico da triplicata da quantidade de óleo extraído em função do tempo para a massa de 60g.....	31
Figura 9. Gráfico da média da triplicata da quantidade de óleo extraído em função do tempo para a massa de 60g	32
Figura 10. Fluxograma do processo produtivo da extração do óleo essencial da pimenta rosa	33
Figura 11. Ensaio de inibição da cepa de <i>Escherichia coli</i>	35
Figura 12. Ensaio de inibição da cepa de <i>Staphylococcus aureus</i>	35

LISTA DE TABELA

Tabela 1. Composição do sabonete produzido com óleo essencial da pimenta rosa	25
Tabela 2. Resultados experimentais das médias do rendimento do óleo essencial obtido através das diferentes formas de maceração do fruto da pimenta rosa	28
Tabela 3. Resultados experimentais dos rendimentos dos óleos essenciais obtidos a partir de massas variadas.....	29
Tabela 4. Resultados experimentais obtidos a partir do pré-tratamento de secagem do fruto da pimenta rosa.....	30
Tabela 5. Resultados das médias das análises de pH dos sabonetes.....	34

Sumário

1. INTRODUÇÃO	10
2. OBJETIVO	11
2.1. Objetivos gerais	11
2.2. Objetivos específicos	11
3. REFERENCIAL TEÓRICO	12
3.1. Óleos essenciais (OE).....	12
3.2. Descrição Botânica da <i>Schinus Terebinthifolius</i> Raddi.....	13
3.3. Composição química do óleo essencial do fruto.....	14
3.3.1. Terpenóides	14
3.4. Obtenção de óleos essenciais	16
3.4.1. Método de Hidrodestilação	16
3.5. Atividade bactericida da pimenta rosa.....	17
4. MATERIAIS E MÉTODOS	19
4.1. Métodos de caracterização utilizados para o óleo da pimenta rosa	19
4.1.1. Coleta e preparação do fruto da pimenta rosa	19
4.1.2. Determinação da umidade do fruto da pimenta rosa	19
4.1.3. Extração do óleo essencial por hidrodestilação.....	20
4.1.4. Variáveis do processo	21
4.1.5. Densidades do óleo essencial	21
4.1.6. Rendimentos do óleo essencial.....	23
4.2. Métodos Utilizados para o sabonete de óleo essencial	23
4.2.1. Preparo do sabonete.....	23
4.2.2. Análises físico-químicas do sabonete	25
4.2.3. Determinação da atividade bactericida	25
5. RESULTADOS E DISCUSSÕES	27
5.1. Determinação da umidade do fruto da pimenta rosa	27
5.2. Determinação da densidade do óleo da pimenta rosa	27
5.3. Determinação das variáveis do processo	28
5.4. Fluxograma de processo proposto	32
5.5. Resultados das análises físico química do sabonete	34

5.6. Resultado da eficiência bactericida do sabonete e os componentes de sua formulação.	34
6. CONCLUSÃO	36
REFERÊNCIA BIBLIOGRÁFICA	38

1.INTRODUÇÃO

A biodiversidade brasileira é constituída de uma gigantesca variedade de espécies de plantas que contêm óleos essenciais (OE), princípio ativo presente nas plantas aromáticas que têm características ecológicas relacionadas com a defesa da planta contra agentes externos, doenças e pragas, ação protetora em relação aos estresses abióticos (mudanças de temperatura, intensidade da luz, disponibilidade de água, etc), sintetização e emissão de aromas específicos para atrair polinizadores, entre outros. [1]

Os óleos essenciais são substâncias voláteis que estão presentes na semente, na folha, na raiz, no caule e na flor. No geral, possuem odor e sabor bem característicos, além de apresentarem uma composição química complexa, constituída de diferentes compostos orgânicos [2]. Devido a estes fatores, os óleos essenciais estão sendo muito utilizados nas indústrias alimentícias, na medicina alternativa e complementar, em cosméticos e na higiene pessoal e limpeza. [3,4]

Os OE são conhecidos desde a antiguidade, sendo utilizados em práticas religiosas e na busca do bem estar a seis mil anos atrás pelos egípcios. Antes da era cristã já eram conhecidos pela China e Índia, mas foram os mulçumanos que, a partir da Idade Média, começaram a sua comercialização [5]. O seu aperfeiçoamento e as descobertas em novas utilidades foram crescendo e toda contribuição das antigas civilizações ajudou com informações e metodologia nas suas extrações. Atualmente, as empresas visam projetos voltados a processos que tornem a cadeia produtora de óleos essenciais mais rápidos, com maior controle de qualidade e com o mínimo de perdas na sua produção.

Deste modo, o presente trabalho tem o intuito de analisar o rendimento do óleo essencial do fruto da *Schinus terebinthifolius* Raddi pelo método de extração por hidrodestilação em aparelho do tipo *Clevenger*, com o objetivo de avaliar e otimizar as variáveis do processo e produzir um sabonete em barra contendo concentrações variadas de óleo essencial para a sua avaliação bactericida.

2. OBJETIVO

2.1. Objetivos gerais

Extrair o óleo essencial do fruto da planta pimenta rosa, *Schinus terebinthifolius* Raddi, sendo uma planta existente no horto da flora da Universidade do Vale do Paraíba em São José dos Campos, pelo método de hidrodestilação por Clevenger, analisando o comportamento e as variáveis do processo com a finalidade de beneficiar o rendimento e qualidade do óleo essencial. Além de manipular um sabonete com o óleo essencial para a realização de análises microbiológicas.

2.2. Objetivos específicos

- Extração por hidrodestilação em aparelho Clevenger, do óleo essencial do fruto da pimenta rosa *Schinus terebinthifolius* Raddi;
- Determinação do rendimento do processo extrativo pela relação mássica (p/p), dados em %;
- Otimização do comportamento extrativo e de suas variáveis de processo, utilizando o fruto da planta *Schinus terebinthifolius* Raddi;
- Fabricação do sabonete, contendo concentrações diferentes do óleo essencial, seguida de análises microbiológicas para a determinação de sua eficiência em atividade antibactericida em *Escherichia coli* e *Staphylococcus aureus*.

3. REFERENCIAL TEÓRICO

3.1. Óleos essenciais (OE)

Os óleos essenciais podem ser definidos como misturas complexas que, em temperatura ambiente, são líquidas e de aparência oleosa, apresentam um odor intenso e, geralmente agradável, são solúveis em solventes orgânicos de baixa polaridade e sensíveis a luz, umidade, ar, calor e metais. [6]

Durante o metabolismo das plantas são produzidos compostos químicos essenciais para o seu desenvolvimento a partir de nutrientes, minerais, água, gás carbônico e luz. Esse metabolismo pode ser dividido em dois grupos: metabolismo primário, que é o responsável pelo desenvolvimento e manutenção celular, e tem a participação dos lipídios, proteínas, carboidratos, clorofila e ácidos nucleicos, e o metabolismo secundário, que é composto por produtos químicos de estruturas complexas e de baixo peso molecular, porém encontrados somente em alguns grupos de plantas. [7]

Neste caso, de todos os metabólicos secundários sintetizados, o óleo essencial, também conhecido como óleo volátil é um dos que apresenta maior número de substâncias biologicamente ativas [8]. Atualmente, ainda não se sabe ao certo sobre suas funções fisiológicas, mas associam-nas em relação à proteção do vegetal contra herbívoros, atua como atrativo (cheiro, cor, sabor) de organismos benéficos como os polinizadores e desempenha um papel importante da planta com o meio ambiente. [9]

Segundo SIMÕES et al, o óleo essencial, dependendo da sua família, pode ser sintetizado em estruturas secretoras especializadas, tais como células parenquimáticas diferenciadas, bolsas lisígenas ou esquizolisígenas, canais oleíferos ou pelos glandulares (tricomias). E por mais que todos os órgãos de uma planta (flor, folha, fruto, casca do caule, raiz) possam acumular óleos essenciais, sua composição pode variar conforme sua localização. [5]

Devido as suas composições variadas nas diferentes partes da planta, que são produzidas conforme a necessidade do metabolismo secundário, através de pesquisas vem se descobrindo que o seu princípio ativo pode estar relacionado com propriedades bactericidas, analgésicas, sedativas, estimulantes, antifúngicas, antidepressivas, repelentes [10], além de diuréticas, antiespasmódicas, anti-inflamatórias, cicatrizantes, vermífugas, etc. [11]

Os óleos essenciais, sendo produtos naturais e com suas características de sabor, fragrância e sua composição rica em compostos químicos, tem sido visto no mercado como um produto promissor em atuação nas mais variadas áreas, principalmente na alimentícia, de cosméticos e perfumarias, na medicina alternativa, entre outras.

Atualmente o Brasil é o quarto maior produtor de óleos essenciais do mundo, ficando atrás apenas da China, Índia e Indonésia. Do volume total, 91% de óleos essenciais exportados são cítricos, sendo que 80% são de laranja. Os principais óleos essenciais que o Brasil produz e exporta por ordem de importância é o de laranja, limão eucalipto, pau-rosa, lima, capim limão, entre outros. [12]

3.2. Descrição Botânica da *Schinus Terebinthifolius* Raddi

A árvore da espécie *Schinus Terebinthifolius* Raddi pertencente à família da Anacardiácea, que é representada por 70 gêneros e cerca de 600 espécies de árvores ou arbustos, conhecidas por serem frutíferas e apresentarem madeira de boa qualidade. [13]

É conhecida popularmente como pimenta rosa, aroeirinha, aroeira de praia, aroeira mansa, aroeira vermelha, aroeira pimenteira, fruto-de-sabiá, cambuí, entre outros. [14]

Esta planta é originária da América do Sul, nativa do Brasil, Paraguai, Uruguai e leste da Argentina. No Brasil, pode ser encontrada nos estados de Piauí, Pernambuco, Paraíba, Rio Grande do Norte, Bahia, Alagoas, Sergipe, Mato Grosso de Sul, Rio de Janeiro, Minas Gerais, Espírito Santo, São Paulo, Paraná, Santa Catarina e Rio Grande do Sul [15]. Como visto, ela encontra-se em uma extensa área geográfica, incluindo terrenos pobres e secos, porém é mais comum encontrá-la em beira de rios e lagos, córregos e em várzeas úmidas. [16]

A pimenta rosa atinge cerca de 5 a 10 metros de altura e 20 a 30 cm de diâmetro, possui uma forma mais alongada e pode ser encontrada na forma de arbusto ou árvore. Seu tronco é tortuoso e coberto por uma casca grossa; suas folhas são perenes, verdes escuras e com nervura proeminente na parte de cima do limbo; suas flores são pequenas e possuem uma coloração que pode ir de amarelo a branco [17]; seus frutos tem uma forte coloração avermelhada, são numerosos e pequenos, em forma de drupa, ou seja, fruto carnoso que contém uma única semente marrom escura que mede 0,3 mm de diâmetro e sua frutificação vai de janeiro até julho [15]; sua casca fornece madeira parda ou amarelo claro, mole, pesada e resistente, sendo considerado incorruptível, seu cheiro é resinoso e o sabor é adstringente,

pode ser utilizados para esteios, mourões, lenha, carvão e, também, tem sido usada em construção civil pela sua madeira resistente. [18]

Figura 1. Partes da Árvore *Schinus Terebinthifolius* Raddi



Fonte: Embrapa

3.3. Composição química do óleo essencial do fruto

Os produtos formados durante o metabolismo secundário das plantas podem ser divididos em três grandes grupos conforme a sua biossíntese: terpenóides, alcalóides e compostos fenólicos. Sendo o primeiro o principal constituinte químico nos óleos essenciais. [19,20]

Atualmente, a cromatografia gasosa acoplada com espectrometria de massas é a análise mais utilizada para se obter a caracterização química dos OE, sendo possível encontrar mais de 60 compostos diferentes neste material. [21]

3.3.1. Terpenóides

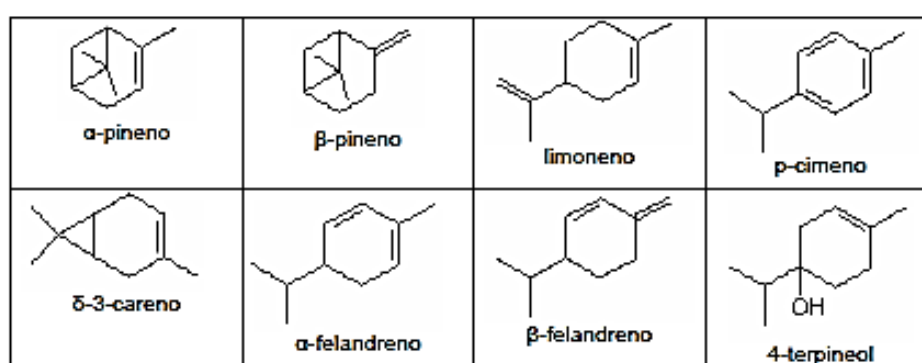
Terpenos ou terpenóides consistem numa classe com a maior variabilidade estrutural e funcional de produtos naturais extraídos de plantas. Os mesmos são formados por justaposição sucessiva de cinco unidades de carbono, que é denominado isopentenilpirofosfato (IPP-C₅) ou apenas isopreno. Por sua vez, este precursor é derivado do ácido mevalonato ou mevalônico, que dá origem a todos os outros terpenos [22,23]. Os monoterpenos são formados por duas unidades do isopreno (C₁₀), os sesquiterpenos são compostos por três unidades de isopreno (C₁₅), os diterpenos constituem vinte unidades de carbono (C₂₀), os triterpenos são a junção de duas moléculas de sesquiterpeno (C₃₀) e por fim os tetraterpenos que são a junção de duas moléculas de diterpeno. [24,25]

Através de estudos a partir de óleos voláteis, o número de compostos determinado para os monoterpenos possui valor superior a 150 e para o sesquiterpeno é superior a 1000.

Os monoterpenos são divididos em grupos chamados acíclicos, monocíclicos e bicíclicos, e em cada grupo, os compostos podem ser classificados em hidrocarbonetos insaturados, álcoois, aldeídos ou cetonas, lactonas e tropolonas. As variações dos sesquiterpenos são da mesma natureza que as dos monoterpenos. [9]

Por constituírem esta diversidade de compostos químicos, os terpenos possuem importantes atividades fisiológicas nas plantas, tais como: inibição a germinação ecológica, proteção contra predadores, atração de polinizadores, proteção contra perda de água, aumento da temperatura, etc [17]. A Figura 2 representa algumas das estruturas de monoterpenos.

Figura 2. Estrutura química de alguns monoterpenos comumente presentes no óleo essencial da *Schinus Terebinthifolius* Raddi



Fonte: COLE et al.,2008.

Os monoterpenos são os compostos mais presentes no óleo volátil do fruto, podendo chegar à 85,1%, sendo que os compostos que mais se destacam são o δ-3-careno, limoneno, α-felandreno, α-pineno, mirceno e o-cimeno. Em relação aos sesquiterpenos, que representa

aproximadamente 5,34%, os componentes de maior predominância são trans-cariofileno, Y-muuruleno, E,E- α -farneseno, δ -cadineno e epi- α -cadinol. [26]

3.4. Obtenção de óleos essenciais

A escolha do método de extração, assim como a seleção de uma determinada parte da planta (folha, flores, caule, raiz, casca ou semente) são fatores importantíssimos para a determinação da composição do óleo e sua aplicação no mercado. Devido a isso, uma extração por solvente não pode ser utilizada para produtos com fins terapêuticos, pois o solvente pode interferir nas propriedades do óleo, diferente do óleo extraído pelo método de hidrodestilação, que utiliza a água, não interferindo no princípio ativo do óleo. [27]

Os principais métodos industriais para a obtenção dos óleos essenciais são: hidrodestilação, enfleurage, maceração, prensagem, extração por solventes e, o mais recente, extração com dióxido de carbono supercrítico. [28]

3.4.1. Método de Hidrodestilação

A hidrodestilação é uma técnica amplamente utilizada para a extração dos componentes voláteis do óleo essencial, no qual o sistema é composto pelo equipamento Clevenger, pelo balão volumétrico e pela manta aquecedora. [29]

Neste processo a matéria orgânica (fruto da pimenta rosa) é aquecida juntamente com a água, fazendo com que o calor abra as paredes celulares do fruto. Quando esta mistura entra em ebulição, os produtos voláteis são arrastados juntamente com o vapor de água, que irão se condensar em contato com a parede do sistema de refrigeração, formando assim uma mistura heterogênea de duas fases, óleo e hidrolato. No final do processo o óleo é facilmente separado e coletado através da diferença de densidade. [27]

Para aumentar a eficiência da extração é necessário atentar-se as dimensões do equipamento, que deve ser escolhido em dependência da densidade do óleo.

Figura 3. Aparelho Clevenger



Fonte: Os autores

Como pode se observar na Figura 3, o sistema é formado da seguinte maneira: a parte inferior do balão de fundo redondo fica em contato com a manta aquecedora, sendo a temperatura controlada por um termostato, e a sua parte superior fica acoplada ao equipamento Clevenger, que por sua vez está conectado ao condensador e as mangueiras de refrigeração.

O tempo de extração é de aproximadamente 4 horas, dependendo do tipo de planta que for utilizada, e a pressão e temperatura são fatores bastante importantes no controle do processo para não ocorrer perdas por oxidação, hidrólise ou decomposição térmica do óleo essencial. [29]

3.5. Atividade bactericida da pimenta rosa

A pesquisa de novos agentes bactericidas se faz importante por causa do surgimento de microrganismos resistentes e de infecções oportunistas. Devido a isso, a descoberta da atividade farmacológica contribui significativamente no desenvolvimento do campo da saúde

em nível mundial, com as substâncias mais eficientes e menos tóxicas que combatem microrganismos patogênicos. A *Schinus terebinthifolius* Raddi se destaca na área da saúde por ser considerada um composto fitoterápico, que é eficiente como antimicrobiano, cicatrizante, anti-inflamatório e outros fins terapêuticos, por isso é indicada pelo Sistema Único de Saúde (2006). [30]

Na natureza as plantas possuem compostos denominados fitoalexinas, que tem ação antimicrobiana e possuindo atividade inibidora contra bactérias e fungos. Faz parte das fitoalexinas os grupos de compostos naturais terpenos, fenólicos e os poliacetilenos, sendo os fenólicos os mais importantes. [31]

O composto antimicrobiano deve atuar como inibidor da atividade metabólica microbiana, como exemplo, esses compostos podem afetar o microrganismo na desorganização do conteúdo celular, ruptura da membrana plasmática, inibição de enzimas e outras atividades. [32]

Nas pesquisas de JUNIOR, et al. [33], que estudou 17 plantas medicinais, foi observado que a casca da pimenta rosa foi a que apresentou maiores halos de inibição dos microrganismos Gram-positivos, como *Enterococcus*, *Streptococcus viridans*, *Streptococcus* e bacilos Gram-positivo corniforme pelo método de teste de difusão de ágar.

A aroeira de praia conhecida como pimenta rosa possui valor fitoterápico do óleo essencial e de outros compostos presentes na planta, que da mesma forma que o óleo, são produzidos pelo metabolismo secundário. Trabalhos acadêmicos confirmam o potencial terapêutico e antimicrobiano, sendo que os compostos presentes na planta que possuem atividade antimicrobiana são compostos fenólicos que tem por comprovação o mecanismo de inibição enzimática. Alguns exemplos são: as quinonas, que reagem irreversivelmente com aminoácido nucleofílico, inativando proteínas que conduz a um potencial antimicrobiano, e as flavonas, flavonóides e flavonóis que são eficientes contra microrganismos pela sua interação com proteínas da parede celular [34]. Mas não somente os compostos fenólicos, os terpenóides também possuem propriedade antimicrobiana. [35]

As pesquisas realizadas sobre o potencial antimicrobiano e antioxidante da planta *Schinus terebinthifolius* Raddi (pimenta rosa) se concentra nas folhas e troncos, tendo pouca informação do potencial nos frutos. [36]

4. MATERIAIS E MÉTODOS

4.1. Métodos de caracterização utilizados para o óleo da pimenta rosa

4.1.1. Coleta e preparação do fruto da pimenta rosa

A espécie utilizada para a extração do óleo essencial dos frutos maduros da *Schinus Terubinthifolius* foi obtida a partir de exemplares do campus da Universidade do Vale do Paraíba - UNIVAP (Urbanova), localizada em São José dos Campos, no período de março a maio de 2016. Os frutos foram colhidos manualmente e em pontos aleatórios, sendo selecionados apenas os que apresentavam em melhor estado de conservação. Após, armazenou-os em recipientes fechados sob refrigeração em torno de 4°C.

Figura 4. Frutos maduros sendo selecionados



Fonte: Os autores

4.1.2. Determinação da umidade do fruto da pimenta rosa

Para o método de determinação do teor de umidade dos frutos da pimenta rosa foi utilizado o método gravimétrico. Inicialmente pesou-se 2g dos frutos da pimenta rosa a partir da balança semi-analítica (Marconi, modelo AL500 n°262783) com precisão de 0,001g, e transferiu-os para o cadinho, previamente tarado, o qual foi seco em estufa elétrica (Quimis,

modelo Q317-B223) durante 24 horas (tempo necessário para a massa se encontrar constante), a uma temperatura regulada a 105°C. Após, a secagem os frutos foram mantidos em dessecador até a temperatura ambiente, pesou-os novamente. [37,38]

A porcentagem de matéria seca das amostras foi obtida a partir da média de triplicatas conforme a Equação 1, onde PS é o peso da massa seca, ou seja, a massa após a secagem e PA é o peso da massa da amostra in natura.

$$\text{Equação 1} \quad MS = \frac{PS}{PA} \cdot 100$$

A porcentagem da perda por dessecação (perda de massa) é dada pela Equação 2.

$$\text{Equação 2} \quad U = \frac{PA-PS}{PA} \cdot 100$$

4.1.3. Extração do óleo essencial por hidrodestilação

As extrações dos óleos essenciais foram realizadas no Laboratório de Extração de Óleos Essenciais (FEAU-UNIVAP).

O óleo essencial extraído dos frutos da pimenta rosa foi obtido pelo método de hidrodestilação, de acordo com o método empregado pela AOAC [39], utilizando o aparelho Clevenger. É um método muito simples e consiste essencialmente em volatizar o óleo essencial por uma corrente de vapor de água. O procedimento foi realizado em triplicatas.

Primeiramente, pesou-se 60g de uma amostra de material coletado na balança semi-analítica (Marconi, modelo AL500 n°262783) com precisão de 0,001g, e transferiu-o para o balão de fundo redondo com capacidade volumétrica de 1000 mL. No balão, foi adicionado 800 mL de água destilada, volume necessário para a extração.

Em seguida, montou-se o aparelho Clevenger corretamente e a manta de aquecimento foi ligada, dando início ao processo de extração.

Considerou-se o início do tempo de extração assim que a água entrou em seu ponto de ebulição, havendo a formação do vapor condensado de óleo mais hidrolato. O tempo médio de extração foi de aproximadamente 3 horas em quase todas as extrações. E a mesma foi considerada finalizada no momento em que o volume do óleo se mostrou constante.

O óleo obtido na extração foi colocado em frasco de vidro âmbar para evitar perdas de compostos por oxidação luminosa e armazenado sobre refrigeração até o momento de sua utilização.

4.1.4. Densidades do óleo essencial

A densidade específica de uma substância é a razão entre uma determinada massa e o volume correspondente, usualmente expressa em g/cm^3 , sendo um indicador muito útil.

Os óleos essenciais em sua maioria tem esta razão menor do que a da água, tendo assim uma densidade específica inferior a 1,0. [40]

Neste trabalho, a densidade do óleo foi determinada conforme a Farmacopéia Brasileira 5ª edição [41] com o uso da balança semi-analítica com precisão de 0,001g (Marconi, modelo AL500 n°262783). A medida foi feita em triplicata e o resultado final foi determinado pela média.

Inicialmente pesou-se o picnômetro vazio com capacidade para 25 mL, limpo e seco e previamente calibrado, para determinar sua massa. Em seguida, transferiu-se uma amostra de OE para o mesmo picnômetro, e pesou-o novamente. Com isso, calculou-se a sua densidade. Estas análises foram executadas com o óleo a uma temperatura de 20°C.

4.1.5. Variáveis do processo

Vários parâmetros foram analisados para otimizar o processo de extração e observar o comportamento da extração:

- Rendimento do óleo submetendo a dois tratamentos diferentes de trituração do fruto;
- Rendimento do óleo realizando extrações com proporções de massa variada;
- Rendimento do óleo com a utilização de uma pré-secagem do fruto em 10%,
- Tempo de extração.

As amostras utilizadas na extração foram submetidas a dois tratamentos diferentes de trituração, com a finalidade da diminuição do tamanho, a fim de verificar a influência da trituração no rendimento do óleo essencial, comparou o rendimento com os seguintes tratamentos: sem trituração, trituração parcial com o auxílio de um almofariz e pistilo de forma manual e trituração com o uso de um moinho analítico (Quimis, modelo 0298A21).

Para os três tamanhos das amostras, a extração foi feita em triplicatas. Após a definição do melhor processo com resultados de maior rendimento do óleo, o método foi utilizado durante todo o restante do experimento.

Figura 5. Extração com diferentes métodos de tratamento do fruto da pimenta rosa: A) sem maceração; B) com maceração manual; C) com maceração utilizando o moinho analítico



Fonte: Os autores

Realizou-se a extração com proporções de massas diferenciadas. As análises foram feitas em triplicatas com frutos *in natura* de 30g, 60g e 90g, com o objetivo de verificar se a quantidade de massa no extrator influencia no rendimento do óleo essencial na extração, utilizando as mesmas condições de trabalho como o tempo de extração, volume de água, temperatura e tipo de maceração. Após a definição da razão massa/volume do extrator de maior rendimento, este foi utilizado durante todo o restante do experimento.

Para a análise da pré-secagem, o fruto da pimenta rosa foi seco em estufa com temperatura constante em torno de 50°C, tendo cuidado para não haver perdas de voláteis do fruto, até obter uma secagem de 10%. E novamente a extração foi feita em triplicatas.

Este procedimento teve a finalidade de avaliar o rendimento do óleo na extração, submetendo a pimenta rosa a um pré-tratamento de secagem.

Durante o processo de extração, o volume de óleo essencial produzido foi acompanhado em intervalos de tempos padronizados, com a finalidade de avaliar o comportamento da extração, observando o tempo que leva para ter uma porcentagem viável da extração, já que para algumas espécies de plantas tempos adicionais geram gastos desnecessários com quantidades muito pequenas de óleo. Foram também observadas possíveis mudanças na característica do óleo, originada por um período muito longo na extração, que pode ocasionar a oxidação do mesmo.

Através das variáveis analisadas, sugeriu-se uma planta de processo para a extração do óleo essencial. Entende-se que estes cuidados permitem uma forma de agregar benefícios e otimizar a extração com maiores rendimentos e melhor qualidade. Cada planta tem um comportamento diferente na sua extração, como o período, a razão massa/volume de extrator, além da utilização de pré-processo (secagem a 10% e moagem) que agrega benefícios da parte de seu rendimento e qualidade.

4.1.6. Rendimentos do óleo essencial

O rendimento do processo extrativo pode ser calculado com base na matéria seca ou base livre de umidade (BLU), conforme Comunicado Técnico, 99 [42], que diz que o método não possui desvios significativos. Seu valor é expresso em porcentagem que corresponde a peso/peso (gramas de óleo essencial por 100g de massa seca). O teor de umidade foi determinado pelo método gravimétrico utilizando a estufa.

$$\text{Equação 3} \quad TO = \frac{Mo}{BM - \left(\frac{BM \cdot U}{100}\right)} \cdot 100$$

TO – Teor do óleo (peso/peso) ou rendimento da extração em %

Mo – massa do óleo

BM – biomassa da pimenta rosa

U – porcentagem da perda de massa (teor de umidade da pimenta rosa)

4.2. Métodos Utilizados para o sabonete de óleo essencial

4.2.1. Preparo do sabonete

Foram preparados sabonetes em barra utilizando três diferentes concentrações do óleo essencial extraído dos frutos da *Schinus terebinthifolius* Raddi, sendo que foram empregadas as seguintes matérias-primas: base de sabonete glicerinado; óleo essencial de pimenta rosa

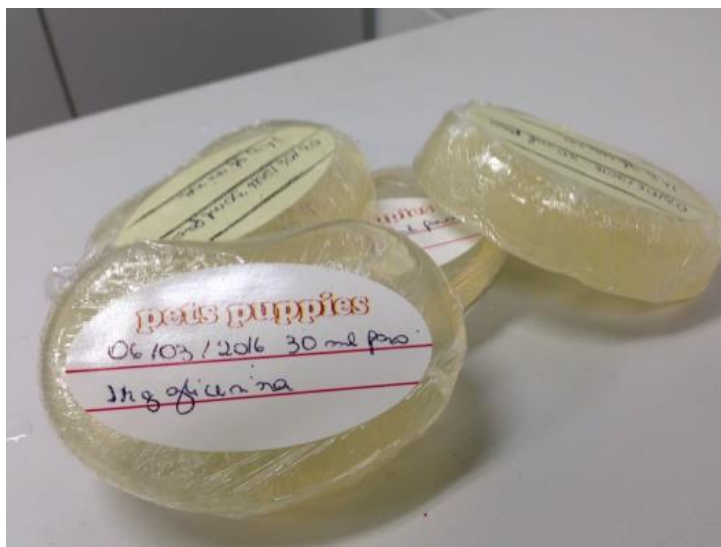
obtidos nas extrações e lauril éter sulfato de sódio, tensoativo que possui a função de detergente, espumante, emulsificante e solubilizante.

Uma formulação típica de sabonete em barra é composta de sais de ácido graxos, perfumes, antioxidantes, corantes e aditivos. [43]

Neste trabalho, optou-se por utilizar base pronta para sabonetes glicerinados, desta forma não foi realizada a etapa do processo de saponificação.

Para o procedimento, a base glicerinada foi cortada em pedaços pequenos para facilitar ao processo de fusão. Transferiu-se 500g para um béquer, para dar início ao processo de derretimento, com o auxílio de uma chapa de aquecimento (Fisatom, modelo 752). Após esta etapa, a base líquida ficou em repouso, em temperatura ambiente, até chegar a uma temperatura inferior a 50°C, para não ter o risco da essência volatilizar. Tempo depois, adicionou-se o óleo essencial seguido do lauril éter sulfato de sódio e misturou a solução para que ficasse homogênea. Por final, despejou-se a solução líquida nos moldes de PVC (policloreto de vinila) e aguardou aproximadamente 6 horas até que o produto estivesse sólido para ser desenformado. O mesmo foi enrolado em filme plástico PVC e armazenado de forma adequada.

Figura 6. Sabonetes produzidos para experimentos



Fonte: Os autores

Tabela 1. Composição do sabonete produzido com óleo essencial da pimenta rosa

Componente	Formulação 1	Formulação 2	Formulação 3
Base de sabonete glicerinado	1000g	1000g	1000g
Óleo essencial de pimenta rosa	17,25g (20mL)	25,88g (30mL)	34,51g (40ml)
Lauril éter sulfato de sódio	31,50g	31,50g	31,50g
Total	1048,75g	1057,38g	1066,01g

Fonte: Os autores

A porcentagem do óleo essencial em cada formulação foi: Formulação 1 (1,65%); Formulação 2 (2,45%); Formulação 3 (3,24%).

A base utilizada na produção dos sabonetes glicerinados é composta de sódio babassuate, sódio tallowate, propileno glicol, glicerina, álcool, água, sacarose, tetrassódio Edta, dipropilenoglicol, própria para formulação de sabonetes.

4.2.2. Análises físico-químicas do sabonete

Para a medição do pH (potencial hidrogeniônico) dos sabonetes, utilizou-se o equipamento pHmetro digital (Gehaka, modelo PG 1800), que constitui o circuito potenciômetro, que determina a diferença de potencial por dois eletrodos. Esta análise foi realizada segundo o método descrito no Guia de Controle de Qualidade de Produtos Cosméticos desenvolvido pela ANVISA, 2008. [44]

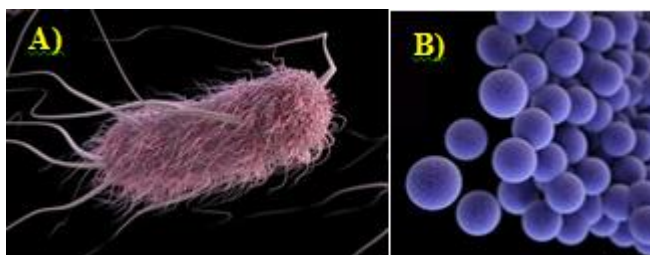
Para a execução do teste, primeiramente calibrou-se o pHmetro. Em seguida, preparou-se uma solução aquosa da amostra em uma concentração pré-estabelecida a 10%, devido os sabonetes serem sólidos. As análises foram estabelecidas em triplicatas, com a solução a 25°C ($\pm 1^\circ\text{C}$).

4.2.3. Determinação da atividade bactericida

As análises da atividade bactericida dos sabonetes contendo óleo essencial foram realizadas no Laboratório Central de Análítica Multiusuário – Instituto de Pesquisa e Desenvolvidos (IP&D) da Univap.

Para a determinação das análises bactericidas dos sabonetes, preparou-se o meio de cultura, que consiste na combinação de nutrientes apropriados e condições físicas adequadas para que os microrganismos a serem estudados (*Escherichia coli* e *Staphylococcus aureus*) possam crescer.

Figura 7. Bactérias estudadas: A) *Escherichia coli*; B) *Staphylococcus aureus*



Fonte: <https://www.cdc.gov/ecoli> e <http://www.bacteriainphotos.com/VRSA.html>

A partir dessas análises, espera-se verificar a eficiência bactericida, tanto do sabonete que é o produto e os componentes da formulação do sabonete: lauril éter sulfato de sódio; glicerina e óleo essencial da pimenta rosa.

Para isso, preparou-se um litro de solução do meio de cultura LB (Luria-Bertani) conforme o manual do laboratório, utilizando a balança analítica (Shimadzu, modelo AUY220), com precisão de 0,0001g, para pesar 10g de Tryptone da Kasvi, 5g de Yeast Extract da Kasvi, 5g de NaCl P.A-ACS, 1g de D-Glicose Anidra (dextrose) P.A-ACS e 20g de Bacto Agar. Este meio foi esterilizado a uma temperatura próxima a 120°C e pressão de 1kgf/cm³ na autoclave (Phoenix modelo AW 75). Na cabine de fluxo laminar, o meio de cultura foi distribuído em placas de Petri e aguardou a sua solidificação. Após esta etapa, as placas ficaram na estufa (Splabor, modelo SP100/42) por 24 horas, para verificar a ocorrência de contaminação. As mesmas foram embaladas e conservadas em geladeira até a sua utilização.

O teste foi feito separadamente para os dois microrganismos estudados. O inóculo foi preparado fazendo-se uma suspensão direta da colônia selecionada da placa de LB, em solução LB líquido. Com isso as bactérias foram ativadas no equipamento Shaker (Amerex. Instruments, Inc, modelo Orbital incubator shaker gyromax.Tm 727) durante 3 horas, com a temperatura de 37°C a 120 rpm, obtendo-se uma concentração microbiana final de 1,0x10⁶UFC/ML.

Para a inoculação das placas foi transferido 0,1mL da solução da cultura de célula e utilizou a alça Drigalsky para espalhá-las uniformemente por toda a placa de LB. Para a

mesma placa, colocou-se de forma distribuída: as três amostras de sabonetes (de concentrações 1,65%, 2,45% e 3,24%); glicerina; óleo essencial e lauril éter sulfato de sódio, sendo que os dois últimos componentes utilizou-se o disco de filtro.

As placas foram incubadas na temperatura ótima dos microrganismo por 24 horas, a 35 ($\pm 2^{\circ}\text{C}$).

5. RESULTADOS E DISCUSSÕES

Neste trabalho foram analisadas algumas variáveis do processo, com a finalidade de obter dados do comportamento na extração do óleo essencial dos frutos da *Schinus terebinthifolius* Raddi, para otimização do processo. Para tal, analisou-se as características físico-químicas como: umidade (%) do fruto e densidade do óleo. Em relação à matéria prima foi produzido o sabonete, onde foi verificado o seu pH e sua eficiência na atividade antimicrobiana para as bactéria *Staphylococcus aureus* e *Escherichia coli* por difusão de ágar.

5.1. Determinação da umidade do fruto da pimenta rosa

Segundo DEGÁSPARI, WASZCZNAKY & SANTOS [45], o teor de umidade realizada em frutos maduros de pimenta rosa antes da secagem foi de 39%. No trabalho de DOURADO [46] a média da triplicata das análises foi de 34,05% ($\pm 0,5$). E a média dos valores de umidade verificados neste estudo foi de apenas 29,42% ($\pm 1,08$), ou seja, valores abaixo do que os referentes teóricos.

Tal valor pode ser justificado pelas condições climáticas na região do Vale do Paraíba durante o primeiro semestre de 2016, que teve uma menor precipitação de chuvas, ou seja, menor disponibilidade de água ao fruto, conseqüentemente, dando um valor inferior ao esperado.

5.2. Determinação da densidade do óleo da pimenta rosa

O valor médio da densidade verificado neste estudo foi de $0,8627\text{g/cm}^3$ ($\pm 0,0800$) a 20°C , bastante próximo dos valores encontrados por DOURADO [46] que foi de $0,873\text{g/cm}^3$

a 25°C, e por COLE [2] que foi de 0,9097g/cm³ ($\pm 0,0200$) a 20°C. Os valores da densidade podem variar conforme a sua composição, que são influenciadas por fatores genéticos e ambientais (temperatura, luz, solo, latitude e altitude). [47]

5.3. Determinação das variáveis do processo

Os resultados obtidos da triplicata dos três pré-tratamentos dos frutos, onde foi extraído o óleo essencial, está representado na Tabela 2. Os pré-tratamentos foram: sem trituração, com trituração manual utilizando um pistilo e um almofariz e com trituração utilizando o moinho analítico.

Tabela 2. Resultados experimentais das médias do rendimento do óleo essencial obtido através das diferentes formas de maceração do fruto da pimenta rosa

Tratamento	Média do rendimento % (p/p)
Sem maceração	0,14 \pm 0,048
Maceração parcial	6,81 \pm 0,532
Maceração com moinho	10,22 \pm 0,068

Fonte: Os autores

Conforme o estudo de SILVA [48], o mesmo relatou que foi obtido um rendimento de 5,09% de óleo essencial com a pimenta rosa macerada antes da extração, porém não foi detalhada a forma como ela foi triturada. Observou-se que, quando os frutos foram submetidos a uma maceração com o equipamento moinho analítico, houve um maior rendimento em relação aos outros dois tratamentos. Isso se deu devido à trituração ter aumentado a superfície de contato das paredes celulares do fruto, onde fica o óleo essencial, facilitando o seu desprendimento com o aquecimento da água. [27]

Comparando o método sem a maceração com o de maceração parcial, pôde-se notar que o segundo apresentou um rendimento 50 vezes maior. E o de maceração utilizando o moinho, o valor foi 75 vezes maior. Isto demonstra que o pré-processo de moagem é de total fundamento para a extração de óleo essencial da pimenta rosa, fato esse de maiores lucros para as indústrias.

Com aspecto oleoso, de coloração transparente e levemente amarelada, o óleo essencial do fruto da pimenta rosa teve uma média de rendimento, das análises em triplicata, de 10,22% ($\pm 0,068$) dos 60g de massa padrão utilizados nas extrações. Valor este que foi muito satisfatório, sendo superior aos resultados obtidos do trabalho de BERTOLDI [49], que encontrou uma variação de 5,60 a 7,70% (p/p) e de LLOYD [50], que obteve 10% (p/p).

Na Tabela 3 estão representados os rendimentos, sendo os três primeiros para massa do fruto *in natura* próximo de 30g, na sequência os três posteriores para a massa do fruto *in natura* próximo de 60g e os três últimos para a massa do fruto *in natura* próximo de 90g.

Tabela 3. Resultados experimentais dos rendimentos dos óleos essenciais obtidos a partir de massas variadas

	Massa do fruto 30g			Massa do fruto 60g			Massa do fruto 90g		
Volume do óleo em (mL)	2,0	2,2	2,3	5,0	5,0	5,3	7,5	7,1	6,8
Rendimento em % (p/p)	7,84	8,60	8,93	10,18	10,17	10,32	9,21	9,57	9,16
Média do rendimento em % (p/p)	8,46 \pm 0,456			10,22 \pm 0,068			9,31 \pm 0,183		

Densidade: 0,8627g/cm³

Fonte: Os autores

Para fazer a análise da extração com proporção de massa variada, primeiramente teve que determinar a massa de carga vegetal ocupada em 100% do extrator de capacidade de um litro, que foi de aproximadamente 360 gramas.

Conforme os resultados obtidos da Tabela 3, com diferentes valores de massas a partir de extrações utilizando os mesmos patamares (tempo, temperatura, maceração e volume de água), o que obteve o melhor rendimento foi à massa alimentada com 60g. Sendo então considerada a medida mais adequada para esta variável de processo e sua carga de massa vegetal no volume de um extrator foi de 16,7%.

Analisando os dados, a extração que utilizou à massa de 30g teve uma queda significativa de 17,22% no rendimento, comparado com o de melhor aproveitamento (massa do fruto 60g), e sua carga de massa vegetal no volume de um extrator foi de 8,33%. Isso pode ser explicado devido à proporção da matéria prima alimentada ter sido muito pequena em relação ao volume do extrator.

Já com a massa de 90g, houve uma queda razoável de 8,90% do rendimento, fato este que pode ter ocorrido devido à proporção da matéria prima alimentada ter sido maior em relação ao volume do extrator, provocando assim uma desproporção de espaço e,

consequentemente, um desequilíbrio do sistema. Sua carga de massa vegetal no volume de um extrator foi de 25%.

MUÑOZ [51] indica que a carga ideal de massa vegetal no volume de um extrator seja de 20 a 25%, porém neste trabalho o resultado que teve o melhor rendimento foi com a alimentação da carga vegetal de 16,7%. Isso indica que este parâmetro não é coerente para todos os tipos de plantas. O estudo comprovou que a proporção de massa alimentada ao sistema pode interferir bastante no rendimento, sendo o estudo deste importante.

A secagem é uma operação unitária destinada à remoção parcial ou total de um solvente (geralmente a água), que está contido em um material sólido ou semissólido (orgânico ou inorgânico), por evaporação ou sublimação para a fase gasosa insaturada. [52]

O presente trabalho avaliou o rendimento do óleo essencial utilizando o tratamento de secagem dos frutos da pimenta rosa antes do processo de extração, através dos resultados representados na Tabela 4.

Tabela 4. Resultados experimentais obtidos a partir do pré-tratamento de secagem do fruto da pimenta rosa

	Massa do fruto 60g		
Volume do óleo (mL)	4,4	3,9	4,1
Rendimento em % (p/p)	8,99	7,97	8,38
Média do rendimento em % (p/p)	8,45 \pm 0,419		

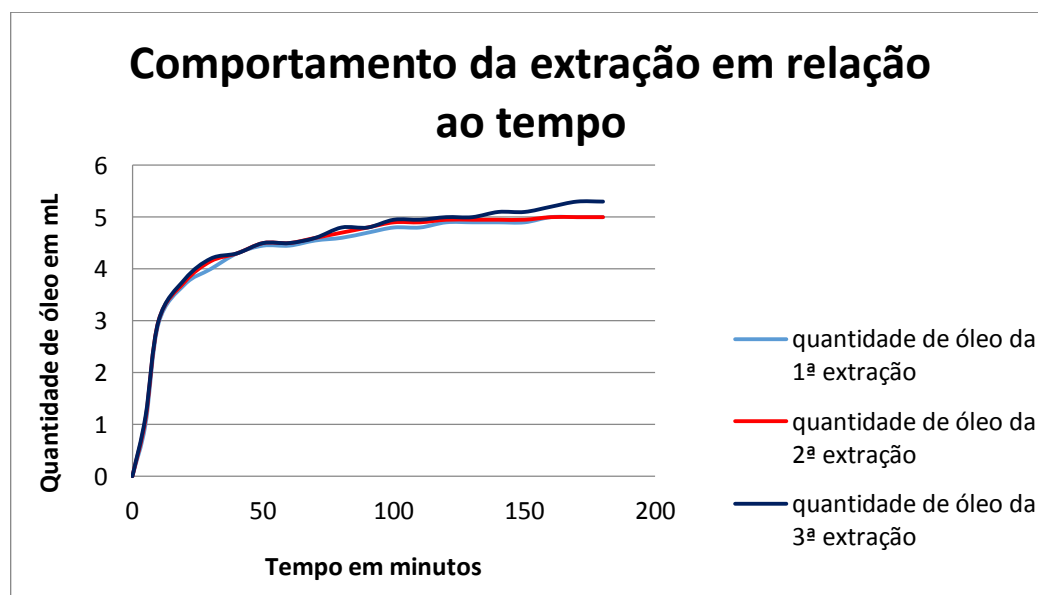
Fonte: Os autores

Para a avaliação do uso da secagem dos frutos a 10%, obteve-se um resultado insatisfatório, com uma queda de 17,32% no rendimento, se comparado com o melhor valor obtido de 10,22% do experimento anterior. Sabendo-se disso, pode-se dizer que o método de secagem, além de não favorecer o processo, causa perdas significativas de tempo e, principalmente, de energia. Sendo inviável para uma empresa onde o lucro é um fator prioritário e a adição deste processo visaria um desperdício.

Com a monitoração do tempo de extração é possível encontrar uma média de duração ideal para a extração, para que o óleo não perca sua qualidade, ou seja, sem que ocorra a sua oxidação. É possível verificar isso através da visualização do aspecto de mudança de coloração do mesmo.

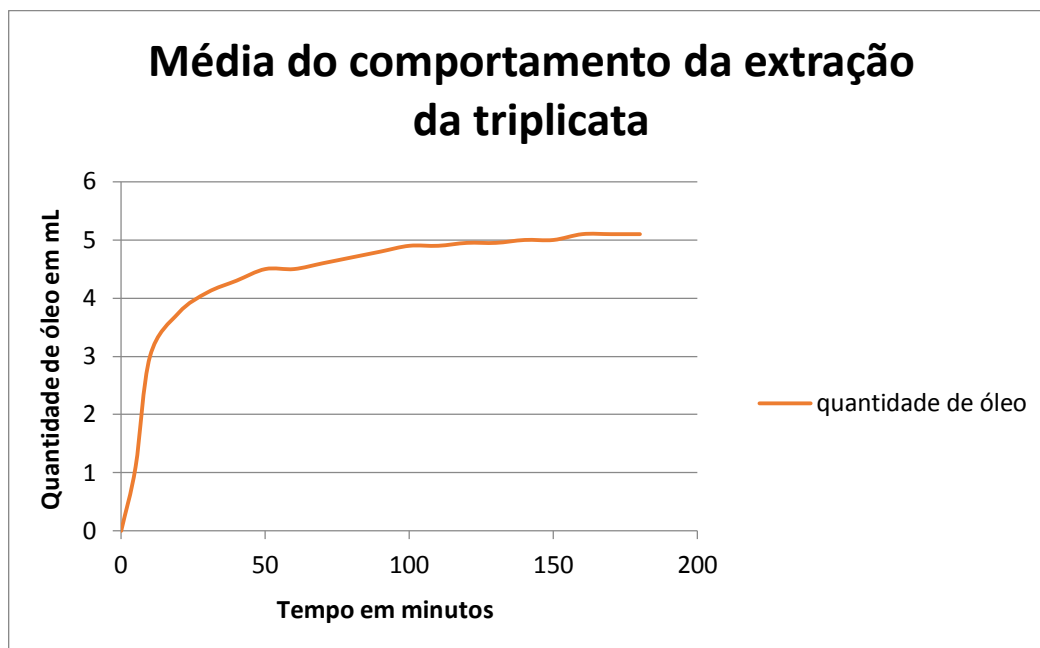
Notou-se no Gráfico 1 que o comportamento da triplicata foi muito parecido, em relação à quantidade de óleo pelo tempo, sendo o Gráfico 2 a média das três extrações. Nos primeiros 20 minutos foram extraídos aproximadamente 73,53% do óleo total e aos 60 minutos esta taxa chegou aos 88,24%. Devido o fator de gasto de energia desnecessária ser muito importante para qualquer processo industrial/laboratorial, pode-se dizer que o tempo de 60 minutos de extração seria o suficiente para obter a quantidade de óleo viável com menor gasto de energia. Pois a partir desse tempo o rendimento posterior foi muito baixo. Também observou que a partir dos 120 minutos de extração o óleo começou a oxidar, sendo então o tempo limite para a extração, para não ocorrer modificações nas suas propriedades e, conseqüentemente, afetar sua qualidade. O rendimento final foi de 97,06%. Se comparar com os 60 minutos iniciais, o aumento do rendimento da extração para o dobro do tempo é de 8,82%, sendo inviável a extração por 2 horas. Segundo OLIVEIRA JUNIOR [26], pode ocorrer variações na composição do óleo essencial, dependendo do tempo da hidrodestilação.

Figura 8. Gráfico da triplicata da quantidade de óleo extraído em função do tempo para a massa de 60g



Fonte: Os autores

Figura 9. Gráfico da média da triplicata da quantidade de óleo extraído em função do tempo para a massa de 60g



Fonte: Os autores

5.4. Fluxograma de processo proposto

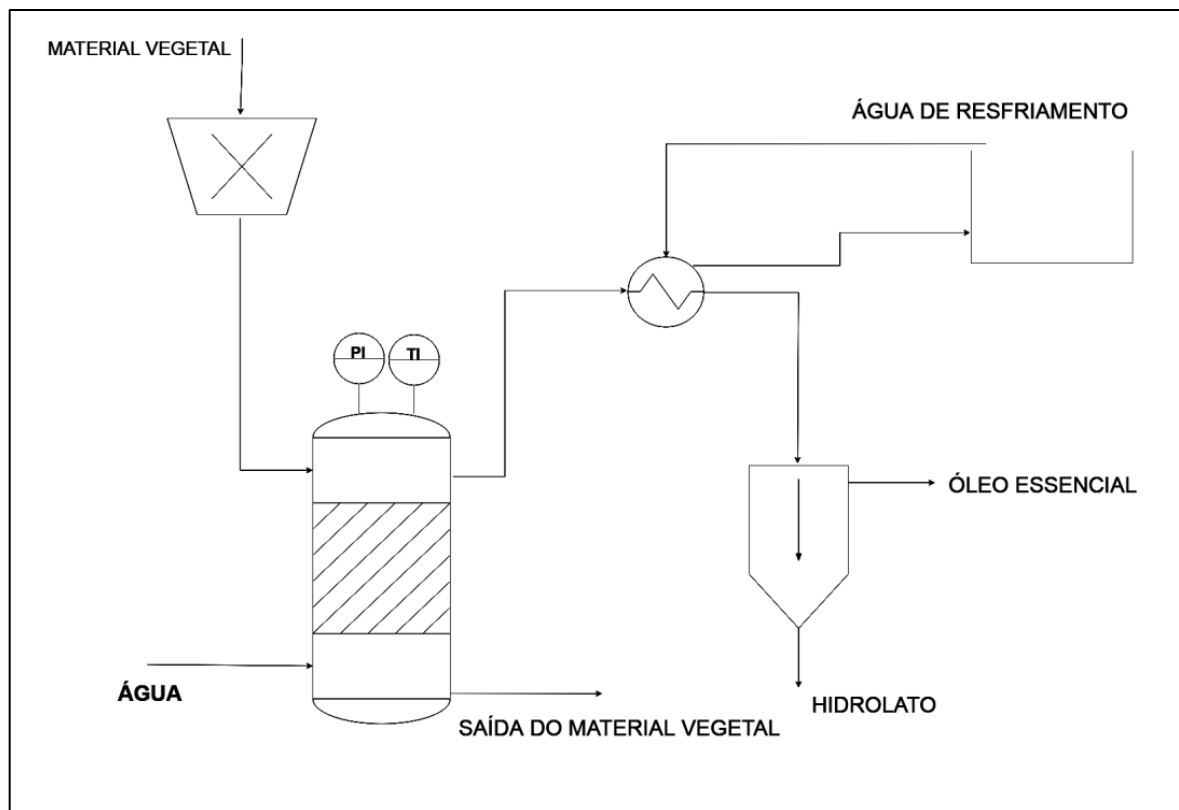
Foram realizadas diversas extrações por hidrodestilação em escala laboratorial. No estudo das extrações com equipamento tipo Clevenger são utilizados dispositivos que operam com amostras reduzidas, com o intuito de obter informações de rendimento e comportamento da extração. Se tratando de escala industrial, voltado ao projeto e seu dimensionamento, seria necessário ter extratores maiores para auxiliar na simulação de um processo industrial otimizado.

O trabalho teve como objetivo acrescentar de observações analisadas referentes ao comportamento extrativo do fruto da pimenta rosa, pontos importantes para deixar o processo mais eficiente para o mercado, melhorando tanto econômica como organizacionalmente. O foco desse trabalho não se concentrou em dimensionar e projetar uma planta de extração, pois, os equipamentos já se encontram no mercado com dimensões definidas.

Após os testes, chegou-se a um resultado do comportamento extrativo com relação ao período de extração, a relação massa/volume do extrator, pré-processo de moagem e de secagem, já mencionado na determinação das variáveis do processo.

O fluxograma representado na Figura 9 é referente à planta piloto para a produção de óleo essencial da pimenta rosa. O processo sugerido seguindo o fluxograma apresenta um sistema de moagem; câmara de extração de aço inox, tendo um manômetro acoplado com escala de temperatura ($^{\circ}\text{C}$) e pressão (kgf/cm^2) para controle; gerador de calor do extrator; um condensador de serpentina; sistema de circulação da água de refrigeração do condensador; tanque da água de refrigeração; separador do óleo e hidrolato;

Figura 10. Fluxograma do processo produtivo da extração do óleo essencial da pimenta rosa



Fonte: Os autores

Seu funcionamento consiste primeiramente na moagem do fruto maduro, que é transferido para o extrator. O mesmo é aquecido em água, formando o vapor, que por arraste extrai o óleo do material vegetal. O vapor contendo óleo e hidrolato passa pelo condensador, onde é resfriado e voltando a forma líquida, que por sua vez é separado por diferença de densidade. O sistema de refrigeração do condensador consiste num ciclo fechado onde a água de refrigeração pode ser reutilizada por várias batelada.

5.5. Resultados das análises físico química do sabonete

Os resultados do pH estão representados na Tabela 6. Nota-se que houve uma pequena variação entre as formulações do pH , mas isso se deve a pequena diferença de concentração do óleo essencial utilizada para cada formulação.

Tabela 5. Resultados das médias das análises de pH dos sabonetes.

Formulação	pH (25°C)
1 (1,65%)	10,38 ±0,01
2 (2,45%)	10,32 ±0,01
3 (3,24%)	10,39 ±0,01

Fonte: Os autores

O uso contínuo e repetitivo de agentes de limpeza pode alterar o pH da superfície cutânea, isso quer dizer que, o uso frequente de um sabonete alcalino pode aumentar o pH da pele, ou, o uso frequente de um sabonete ácido, pode diminuir o pH da pele [53]. Segundo a ANVISA [44], o pH de sabonetes em barra deve ficar na faixa entre 9 e 10,4.

Os resultados apresentaram o pH muito próximo ao limite estabelecido pela Anvisa (pH 10,4), o que preocupa, pois sabendo-se que o pH da pele é próximo ao 7, o mesmo pode causar uma irritabilidade ao usuário. Em contrapartida, referindo-se aos microrganismos, em especial o *Staphylococcus aureus*, os resultados foram satisfatórios, já que, segundo SCHMID & KORTING, 1995 [54], dizem que esta bactéria se desenvolve em um pH próximo de 7,5.

5.6. Resultado da eficiência bactericida do sabonete e os componentes de sua formulação.

A atividade bactericida do sabonete contendo o óleo essencial e dos componentes da formulação foi realizada através da técnica de difusão em ágar. As Figuras 10 e 11 mostram os resultados da inibição formados contra a linhagem bacteriana *Escherichia coli* e *Staphylococcus aureus*, respectivamente.

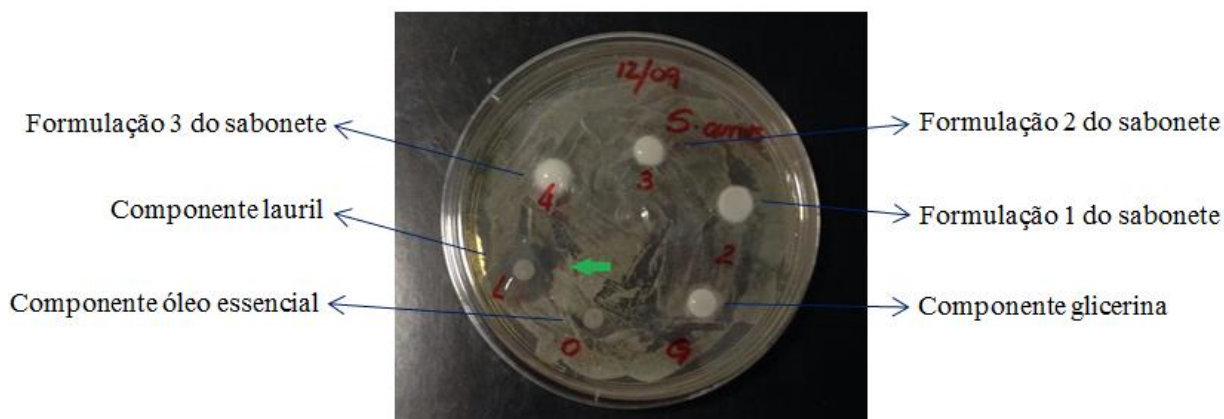
Figura 11. Ensaio de inibição da cepa de *Escherichia coli*



Fonte: Os autores

O resultado para a bactéria *Escherichia coli* não apresentou halo de inibição para nenhuma das amostras testadas dos componentes da formulação do sabonete e nem para os próprios sabonetes, indicando que o sabonete e o óleo essencial do fruto da *Schinus terebinthifolius* Raddi não tem efeito bactericida, ou seja, não possui potencial inibitório para a bactéria estudada.

Figura 12. Ensaio de inibição da cepa de *Staphylococcus aureus*



Fonte: Os autores

O resultado para a bactéria *Staphylococcus aureus* apresentou halo de inibição apenas para um dos componentes da formulação do sabonete, o lauril, o que demonstra o seu potencial inibitório frente aos microrganismos patógenos *Staphylococcus aureus* de forma satisfatória. Para os sabonetes e o componente óleo essencial e glicerina, não houve a formação do halo de inibição, indicando que, tanto o sabonete quanto o óleo essencial do fruto

da *Schinus terebinthifolius* Raddi não têm efeito bactericida para a bactéria estudada. Também observou que, mesmo o lauril tendo efeito bactericida, não teve o mesmo efeito como um dos componentes da formulação do sabonete, sendo justificável pela sua concentração muito pequena de aproximadamente 2,45%.

A avaliação antimicrobiana para as duas bactérias testadas, *Escherichia coli* e *Staphylococcus aureus*, mostrou-se negativa tanto para o óleo como para o sabonete. Notou-se que os compostos presentes no óleo do fruto da pimenta rosa possuem maior concentração de monoterpenos, sendo possível que este tenha pouca ou nenhuma atividade antimicrobiana para as bactérias testadas. Estudos comprovam que no fruto da pimenta rosa possui compostos fenólicos tipo flavonóides, triterpenos, antraquinonas e saponinas [17], os flavonóides possuem pigmentos da coloração vermelho ao azul e efeito biológico de ação antimicrobiana, não presentes no óleo essencial do fruto da pimenta rosa.

Também para o óleo da folha da pimenta rosa nos estudos de GUERRA [55] comprovou potencial inibitório para microorganismos patógenos *Escherichia coli* e *Staphylococcus aureus*, visto que o óleo das folhas é rico em sesquiterpenos. É provável que este possua poder inibitório, sendo de cadeias maiores que os monoterpenos, que são formados por duas unidades do isopreno (C_{10}), já os sesquiterpenos são compostos por três unidades de isopreno (C_{15}). Para o óleo da casca da pimenta rosa tem estudos como o de JUNIOR, et al. [33], que possui atividade antimicrobiana para *Enterococcus*, *Streptococcus viridans*, *Streptococcus*, este possui em sua composição alto teor de ácido triterpênico. [17]

6. CONCLUSÃO

O processo de extração por hidrodestilação do óleo essencial do fruto da *Schinus terebinthifolius* Raddi apresentou rendimento superior ao da literatura consultada. Também apresentou valores de densidade próximos aos dados disponíveis de estudo deste, já para a umidade do fruto, o valor encontrado ficou distante a literatura consultada, porém sendo justificável.

A otimização do processo de extração do óleo essencial da *Schinus terebinthifolius* Raddi dentro do domínio experimental estudado é alcançado quando o tempo de extração for de 60 minutos, a carga vegetal no volume do extrator for de 16,7% e o processo de extração do óleo constituir de um sistema de moagem antes de sua alimentação ao extrator,

proporcionando um rendimento de até 75 vezes superior ao processo sem moagem. Pôde-se concluir que o estudo e as análises coletadas demonstraram ser muito significativos, do ponto de vista econômico e eficaz.

A avaliação antimicrobiana comprovou que, tanto o óleo essencial quanto o sabonete não possuem potencial inibitório para o controle de microrganismos patogênicos para as bactérias *Escherichia coli* e *Staphylococcus aureus*. Contudo existe a possibilidade de pesquisas com outros microrganismos patógenos, além de estudos da atividade biológica com outros compostos fitoalexinas presentes no fruto, como os flavonóides que podem ser extraídos por obtenção de extrato bruto.

REFERÊNCIA BIBLIOGRÁFICA

- [1] GOMES, L.J et al. Pensando a biodiversidade: Aroeira (*Schinus terebinthifolius* Raddi.). In: SOUZA, D.C.L. et al. **Óleo essencial**. Sergipe: UFS, 2013. p. 275-277.
- [2] COLE, E.R. **Estudo fitoquímico do óleo essencial dos frutos da aroeira (*Schinus terebinthifolius* Raddi) e sua eficácia no combate ao dengue**. 208. 17 f. Dissertação (Mestrado em Química) Centro de Ciências Exatas, Universidade Federal do Espírito Santo, Vitória, 2008.
- [3] MALLET, A.C.T. **Utilização de óleos essenciais de condimentos na conservação de queijos tipo Quark**. 2011, 22 f. Tese (Doutorado em Ciência dos Alimentos) – Universidade Federal de Lavras, Lavras – MG, 2011.
- [4] FIGUEIREDO, A.C. et al. Factors affecting secondary metabolite production in plants: volatile components and essential oils. **Flavour and Fragrance Journal**, v. 23, n.4, p. 26-213, 2008. GALINDO, L.A.; PULTRINI, A.M.; COSTA, M. Biological effects of *Ocimum gratissimum* L. are due to synergic action among multiple compounds presente in essential oil. **Journal of Natural Medicines**, v.64, n.4, p. 213, 2008.
- [5] SIMÕES, C.M.O. et al. **Farmacognosia: da planta ao medicamento**. 6.ed. Florianópolis: Editora da UFSC; Porto Alegre: Editora da UFRGS, 2010. 1104 p
- [6] DAMASCENO, F.C. **Microextração em fase sólida no modo headspace aplicada ao estudo de substâncias voláteis de plantas infestadas por galhas foliares estomogênas**. 2007, 142 f. Dissertação (Mestrado em Química) – Instituto de Química, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre. 2007.
- [7] CLEMENTE, A.D. **Composição química e a atividade biológica do óleo essencial da pimenta-rosa (*Schinus terebinthifolius* Raddi)**. 2006. 5 f. Tese (Dissertação para obtenção do título de “Magister Scientiae”) – Universidade Federal de Viçosa, Viçosa. 2006.
- [8] DI STASI, L.C. **Plantas medicinais: Arte e ciência – Um guia de estudo interdisciplinar**. São Paulo: UNESP, 1996. 230 p.
- [9] SIANI, A.C. et al. Óleos essenciais: potencial anti- inflamatório. **Biotecnologia Ciências & Desenvolvimento**, v.16, p 38-43, 2000.
- [10] WOLFFENBUTTEL, A.N. Mas afinal o que são óleos essenciais. **Informativo CRQ-V**, ano XI, n. 105, p 6-7, 2007. Disponível em:
<http://www.oleoessencial.com.br/artigo_Adriana.pdf>
- [11] NASCIMENTO, P.F.C. et al. Atividade antimicrobiana dos óleos essenciais: uma abordagem multifatorial dos métodos. **Rev. Bras. Farmacogn**, v. 17, p. 108-113, 2007.
- [12] BIZZO, H. R.; HOVELL, A.M.C.; REZENDE, C.M. Óleo essencial no Brasil: aspectos gerais desenvolvimento e perspectiva. **Química Nova**, Curitiba, v 32, n.3, p 588-594, 2009.
- [13] MACHADO, B.C.T.; VALENTINI, S.A. Avaliação do potencial farmacotécnico e antimicrobiano de diferentes extratos da aroeira pimenteira (*Schinus terebinthifolius* Raddi). **Sabios: Rev. Saúde e Biol.**, v.9, n.1, p.34-42, janeiro/abril, 2014.

- [14] ROCHA, P.R.; MELO, E.C.; BARBOSA, L.C.A. Efeito do processo de secagem sobre o teor do óleo essencial de pimenta-rosa. In: VI Simpósio Iberoamericano de Plantas Mediciniais, 2012, Ponta Grossa-PR. Anais... Ponta Grossa-PR. 2012, p. 1.
- [15] Ministério da Saúde, Agência Nacional de Vigilância Sanitária Brasília. **Mamografia da Espécie *Schinus Terubinthifolius* Raddi (Aroeira da Praia)**. 2014. Brasília.
- [16] JÚNIOR, A.S. ***Schinus terebinthifolius* Raddi: Estudo Anatômico e Histoquímico das folhas e investigação do potencial farmacêutico do extrato etanólico e suas frações**. 2009. 81f. Dissertação (Mestrado em Ciências Farmacêuticas) - Faculdade de Ciências Farmacêuticas, Universidade Estadual Paulista, Araraquara. 2009.
- [17] SALES, M.D.C. **Avaliação e caracterização de insumo bioativo da aroeira (*Schinus terebinthifolius* Raddi) com potencial econômico para desenvolvimento tecnológico de bioprodutos**. 2013. 134 f. Tese (Doutorado em Biotecnologia) - Rede Nordeste de Biotecnologia (RENORBIO), Universidade Federal de Espírito Santo, Vitória. 2013.
- [18] BOROS, L.F. **Ação Antimicrobiano do Extrato Hidro alcoólico de folhas da *Schinus terebinthifolius* Raddi (Aroeira)**. 2007. 84 f. Dissertação (Mestrado em Microbiologia, Parasitologia e Patologia) - Setor de Ciências Biológicas e da Saúde, Universidade Federal do Paraná, Curitiba. 2007.
- [19] SIMÕES, C.M.O.; SPITZER, V. Óleos Voláteis. In: SIMÕES, C.M.O. **Farmacognosia**. Porto Alegre: UFRGS, 2000, p. 387 – 415.
- [20] CROTEAU, R.; KUTCHAN, T.M.; LEWIS, N.G. Natural Products (Secondary Metabolites). In: BUCHANAN, B.; GRUISSEM, W.; JONES, R. (Eds.). **Biochemistry & Molecular Biology of Plants**. Rockville: Courier Companies, Inc., 2000, p. 318-1250.
- [21] GALINDO, L.A.; PULTRINI, A.M.; COSTA, M. Biological effects of *Ocimum gratissimum* L. are due to synergic action among multiple compounds presente in essential oil. **Jornal of Medicines**, v.64, n.4, p.41-436, 2010.b.
- [22] SANTOS, R. I. Metabolismo básico e origem dos metabólitos secundários. In: SIMÕES, M. O. et al. **Farmacognosia: da planta ao medicamento**. 6. ed. Porto Alegre/Florianópolis: UFRGS/UFSC, p. 403- 434, 2010.
- [23] VIZZOTTO, M.; KROLOW, A.C.; WEBER, G.E.B. Metabólitos Secundários Encontrados em Plantas e sua Importância. Pelotas-RS: Embrapa Clima Temperado, 2010. 10-11 p.
- [24] FEHLBERG, I. **Terpenos e fenilpropanoides de *Myrcia guianensis* (Myrtaceae)**. 2011.121 f. Tese (Doutorado em Química, na área de concentração em Química Orgânica) - Instituto de Química, Universidade Federal da Bahia, Salvador. 2011.
- [25] STEFFENS, A.H. **Estudo da composição química dos óleos essenciais obtidos por destilação por arraste a vapor em escala laboratorial e industrial**. 2010. 23 f. Tese (Dissertação em Engenharia e Tecnologia de Materiais) – Licenciatura em Química, Pontifícia Universidade Católica do Rio Grande do Sul, Porto Alegre. 2010.
- [26] OLIVEIRA JUNIOR, L.F.G. et al. **Efeito fungitóxico do óleo essencial de aroeira da praia (*Schinus terebinthifolius* Raddi) sobre *Colletotrichum gloeosporioides***. Revista Brasileira de Plantas Mediciniais, v. 15, p. 150-157, 2013.

- [27] BIASI, L.A.; DESCHAMPS, C. **Plantas Aromáticas: do cultivo a produção de óleo essencial**. p.7, Curitiba: Layer Studio Gráfico e Editora LTDA, 2009.
- [28] JÚNIOR, F.G. et al. Extração de óleos essenciais e verificação da atividade antifúngica. **Revista das Faculdades de Educação, Ciências e Letras e Psicologia Padre Anchieta**. Argumento - Ano VIII, n.14, maio / 2006.
- [29] KLEIN, A.P.P.; SOUZA, J. **Otimização do processo de obtenção do óleo essencial de folhas frescas e secas de Capim-annoni-2 (Eragrostis plana Nees) por hidrodestilação**. 2012. 35 f. Tese (Dissertação em Química) – Departamento de Química, Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Pato Branco. 2012.
- [30] BRASIL. Ministério da saúde. Secretaria de Ciência, Tecnologia e Insumos Estratégicos. A Fitoterapia no SUS e o Programa de Pesquisas de Plantas Medicinais da Central de Medicamentos. Brasília, 2006. 147 p.
- [31] RAUHA, J.P. et al. Antimicrobial effects of Finnish plant extracts containing flavonoids and other phenolic compounds. **International Journal of Food Microbiology**. Amsterdam, v. 56, n.1, p. 3-12, 2000.
- [32] GOUVEA, A. et al. Efeito de extratos vegetais em soja sob condições de laboratório e campo. **Rev. Bras. de Agroecologia**, v.6, n.2, p. 70-78, 2011.
- [33] JUNIOR, E.J.M.M. et al. Estudo de plantas medicinais com atividade antimicrobiana sobre micro-organismos presentes na aviolete. **Revista da ABO Nacional**, São Paulo, v. 8, n. 4, p. 220-226, 2000.
- [34] MELO, V.M.; SILVA, R.M.; ROUSE, A.C.R.; Prospecção tecnológica de óleo essencial de aroeira-da-praia (*Schinus terebinthifolius* RADDI). **Revista GEINTEC Gestão, Inovação e Tecnologia**, São Cristóvão/SE – 2014 v. 4, n 1. p.704-715
- [35] CERUKS, M.; ROMOFF, P.; FÁVERO, O.A., LAGO, J.H.G. Constituintes fenólicos polares de *Schinus terebinthifolius* Raddi (Anacardiaceae). **Química Nova**, Curitiba, v. 30, n. 3, p.597-599, 2007
- [36] BERNARDES, N.R. **Estudo da Composição Química e dos Efeitos Imunofarmacológico do Extrato do Fruto da Aroeira (*Schinus terebinthifolius* Raddi)**. 2010. 131 f. Dissertação (Mestrado em Produção Vegetal) – Centro de Ciências e Tecnologias Agropecuárias, Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro, Campos dos Goytacazes. 2010.
- [37] IAL (INSTITUTO ADOLFO LUTZ). **Métodos físico-químicos para análise de alimentos**. 4ed. São Paulo: IAL, 2008. 1020p.
- [38] Farmacopeia Brasileira. **Determinação da perda por dessecação**. 5 ed., v.1, Brasília: ANVISA/ Fundação Oswaldo Cruz, 2010.p.91.
- [39] AOAC (Association of Official Analytical Chemistry). **Official methods of analysis of the Association of Official Analytical Chemistry**. 16.ed. Arlington: AOAC, 1995.
- [40] WATERMAN, P.G. **The chemistry of volatile oils**. In: HAY, R.K.M.; WATERMAN, P.G.:(Eds). *Volatile oilcrops: theirbiology, biochemistry and production* Harlow: Longman Scientific &. Technical, 1993.

- [41] Farmacopeia Brasileira. **Determinação da densidade de massa e densidade relativa.** 5ed., v.1, Brasília: ANVISA/Fundação Oswaldo Cruz, 2010.p.86.
- [42] SANTOS, A.S.et al. (2004). Descrição de sistema e de métodos de extração de óleos essenciais e determinação de umidade de biomassa em laboratório. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento, ISSN 1517-2244.
- [43] Diez, M. A; Carvalho, G.S.C. (2000). Aditivos para sabonetes em barra. Oxiteno S/A Indústria e Comércio. São Paulo.
- [44] ANVISA - Agência Nacional de Vigilância Sanitária. **Guia de Controle de Qualidade de Produtos Cosméticos:** uma abordagem sobre os Ensaios Físicos e Químicos, 2.ed. Brasil, 2008. 18-121.p.
- [45] DEGÁSPARI, C.H.; WASZCZYNSKYJ,N.; SANTOS,R.J.; **Atividade Antioxidante de Extrato de fruto da Aroeira (Schinus terebinthifolius Raddi).** Visão acadêmica, Curitiba, v.5, n.2, p 83-90, jul-dez/2004
- [46] DOURADO, M.T. **Óleos essenciais e oleoresina da pimenta rosa (Schinus terebinthifolius Raddi): propriedades químicas e biológicas.**2012. 120f. Tese (Doutorado em Ciências e Tecnologia de Alimentos) – Programa de Pós Graduação em Ciências e Tecnologia de Alimentos, Universidade Federal de Pelotas, Pelotas.2012.
- [47] BORSATO, A. V. Rendimento e composição química do óleo essencial da camomila [Chamomilla recutita (L.) Rauschert] submetida à secagem a 70°C. **Ciências Agrárias,** Londrina, v. 28, n. 4, p. 635-644, outubro/dezembro de 2007.
- [48] SILVA, L.V. et al.Extração do óleo essencial da pimenta rosa (Shinus molle) usando hidrodestilação e soxhlet. Anais do VI Congresso Brasileiro de Engenharia Química em Iniciação Científica. VI COBEQ, Campinas, 2005.
- [49] BERTOLDI, M.C. **Atividade antioxidante in vitro da fração fenólica, das oleorresinas e do óleo essencial de pimenta rosa (Shinus terebinthifolius Raddi).** 2006. 116 f. Dissertação (Mestrado em Magister Scientiae) - Universidade Federal de Viçosa, Viçosa, 2006.
- [50] LLOYD, H.A.; JAOUNI, T. M.; EVANS, S. L.; MORTON, J. F.; **Terpenos of shinus terebinthifolius.** Phytochemistry, v.16, n8, p1301-1302, 1977.
- [51] MUÑOZ, F. L. B. **Plantas medicinales y aromáticas: estudio , cultivo y processado.** Madrid: Mundi Prensa, 2012.
- [52] TREYBAL, R.E. **Mass-Tansfer Operations.** 3 ed. Singapore: McGraw-Hill, 1981. 784 p.
- [53] SOARES, M.P.M. **Avaliação da eficiência de sabonetes com triclosan sobre suspensões bacterianas de Escherichia coli e Staphylococcus aureus aplicadas sobre a superfície das mãos de voluntários.** 2013. 30 f. Dissertação (Mestrado em Ciência e Tecnologia de Alimentos) – Universidade Federal de Viçosa, Viçosa, 2013.
- [54] SCHMID, M.H.; KORTING, H.C. **The concepto f the acid mantle of the skin: it´s the relevance for the choice of skin cleansers.** Dermatology. 191: 80-276 p. 1995.

[55] GUERRA, A.G. **Obtenção, Caracterização química e determinação da atividade antimicrobiana do óleo essencial das folhas de *Schinus terebenthifolius* Raddi (AROEIRA)** 2014. 35 f. Trabalho de Conclusão de Curso, Departamento de Química, Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Pato Branco. 2014.