

ANDRÉ VINICIUS MIRANDA RIBEIRO

**EXTRAÇÃO DE ÓLEOS ESSENCIAIS DA SEMENTE DE MUCUNA UTILIZANDO OS
GASES R-134A E CO₂ PRESSURIZADOS**

ANDRÉ VINICIUS MIRANDA RIBEIRO

**EXTRAÇÃO DE ÓLEOS ESSENCIAIS DA SEMENTE DE MUCUNA UTILIZANDO OS
GASES R-134A E CO₂ PRESSURIZADOS**

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado ao Curso de Engenharia de Energia da Faculdade de Engenharia e Ciências - Câmpus de Rosana, Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho”, como parte dos requisitos para obtenção do grau de Bacharel em Engenharia de Energia.

Orientador (a): Prof. Dr. Leandro Ferreira Pinto

Rosana

2026

R484e

Ribeiro, Andre Vinicius Miranda

Extração de óleos essenciais da semente de Mucuna utilizando os gases R-134A e CO₂ pressurizados : extração de óleos essenciais da semente de mucuna utilizando os gases R-134a e CO₂ pressurizados / Andre Vinicius Miranda Ribeiro. -- Rosana, 2026
43 p. : il.

Trabalho de conclusão de curso (Bacharelado - Engenharia de Energia) -
Universidade Estadual Paulista (UNESP), Faculdade de Engenharia e Ciências, Rosana
Orientador: Leandro Ferreira Pinto

1. Extração de óleos. 2. Supercritico. 3. R-134a. 4. L-dopa. I. Título.

ERRATA

Elemento opcional. Deve ser inserida logo após a folha de rosto, constituída pela referência do trabalho e pelo texto da errata. Apresentada em papel avulso ou encartado, acrescida ao trabalho depois de impresso. Disposto da seguinte maneira:

Folha	Linha	Onde se lê	Leia-se
0	0	“texto errado”	“texto certo”

ANDRÉ VINICIUS MIRANDA RIBEIRO

**EXTRAÇÃO DE ÓLEOS ESSENCIAIS DA SEMENTE DE MUCUNA UTILIZANDO OS
GASES R-134A E CO₂ PRESSURIZADOS**

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado ao Curso de Engenharia de Energia da Faculdade de Engenharia e Ciências - Câmpus de Rosana, Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho”, como parte dos requisitos para obtenção do grau de Bacharel em Engenharia de Energia.

Rosana, 24/06/2026.

Componentes da Banca Examinadora:

Presidente e Orientador: Leandro Ferreira Pinto, Campus de Rosana, Universidade Estadual Paulista.

Membro Titular: Guilherme de Souza Lopes, Campus de Rosana, Universidade Estadual Paulista.

Membros Titular: Níkolos Ramos Bernardes, Campus de Rosana, Universidade Estadual Paulista.

*A data de aprovação e as assinaturas dos membros componentes da banca examinadora devem ser colocadas após a aprovação do trabalho. Dica: escaneie a folha depois de assinada e assim como na folha da ficha catalográfica utilize Adobe Pro ou outros recursos que juntem arquivos PDF.

[DEDICATÓRIA]*

Dedico este trabalho em especial, a Deus que me deste força, paciência e sabedoria e em minha família que sempre esteve comigo me dando apoio e conselhos.

AGRADECIMENTOS

Agradeço primeiramente a Deus por me dar forças, paciência e sabedoria para finalizar o curso de Engenharia de Energia da Unesp., Agradeço a minha mãe Maria Sueli Miranda Ribeiro, agradeço a o meu pai Eliazar de Souza Ribeiro, agradeço aos meus irmãos Elieber Miranda Ribeiro, Eli Cesar Miranda Ribeiro, Marcos Alessandro Miranda Ribeiro pelo apoio, também aos meus amigos e professores pela ajuda em que vários momentos precisei e aos meus companheiros que fiz durante o curso.

“Tudo posso naquele que me fortalece.”
Filipenses 4:13

RESUMO

As sementes de *Mucuna pruriens* vem de uma planta leguminosa tropical altamente rica em fontes naturais como a L-Dopa (levodopa), que atua na saúde para o auxílio da Doença de Parkinson. Nesse contexto, o objetivo deste trabalho foi avaliar a extração da fração oleosa das sementes de *Mucuna pruriens* utilizando CO₂ supercrítico e R-134a pressurizado, investigando a influência da temperatura e da pressão sobre o rendimento do processo. Os experimentos foram conduzidos em uma unidade de fluidos pressurizados utilizou-se planejamento fatorial 2² com triplicata no ponto central, avaliando temperaturas de 40 e 60 °C e pressões de 200 e 280 bar. Os rendimentos obtidos utilizando CO₂ supercrítico variaram entre 1,64 e 2,67%, sendo o maior valor observado na condição de 40 °C e 280 bar. Para o R-134a pressurizado, os rendimentos variaram entre 3,97 e 4,80%, com maior valor obtido a 60 °C e 280 bar. A análise estatística indicou uma influência positiva do processo, a pressão apresentou significância sobre os rendimentos obtidos com CO₂, enquanto temperatura e pressão apresentaram influência significativa nos experimentos conduzidos com R-134a. A comparação entre os solventes demonstrou desempenho superior do R-134a em todas as condições avaliadas. O maior rendimento obtido com esse solvente foi aproximadamente 80% superior ao maior valor observado para o CO₂ supercrítico, evidenciando maior eficiência na recuperação da fração oleosa das sementes de mucuna. Os resultados demonstram a viabilidade da utilização de fluidos pressurizados para o aproveitamento dessa biomassa e indicam que o R-134a constitui uma alternativa promissora ao CO₂ para processos de extração de óleo de *Mucuna pruriens*.

Palavras-chave: *Mucuna pruriens*; fluidos pressurizados; dióxido de carbono supercrítico; R-134a; extração de óleo; planejamento experimental.

ABSTRACT

Mucuna pruriens seeds are obtained from a tropical leguminous plant that is highly rich in natural compounds such as L-Dopa (levodopa), which is widely used to assist in the treatment of Parkinson's disease. In this context, the aim of this study was to evaluate the extraction of the oil fraction from *Mucuna pruriens* seeds using supercritical CO₂ and pressurized R-134a, investigating the influence of temperature and pressure on the extraction yield. The experiments were carried out in a pressurized fluid extraction unit using a 2² factorial design with triplicate runs at the central point, evaluating temperatures of 40 and 60 °C and pressures of 200 and 280 bar. The extraction yields obtained with supercritical CO₂ ranged from 1.64 to 2.67%, with the highest value observed at 40 °C and 280 bar. For pressurized R-134a, the yields ranged from 3.97 to 4.80%, with the highest value obtained at 60 °C and 280 bar. Statistical analysis indicated a positive influence of the process variables. Pressure significantly affected the extraction yields obtained with CO₂, whereas both temperature and pressure had significant effects on the experiments conducted with R-134a. The comparison between the solvents demonstrated the superior performance of R-134a under all evaluated conditions. The highest yield obtained with this solvent was approximately 80% higher than the highest value observed for supercritical CO₂, demonstrating greater efficiency in recovering the oil fraction from *Mucuna pruriens* seeds. These results demonstrate the feasibility of using pressurized fluids for the valorization of this biomass and indicate that R-134a is a promising alternative to CO₂ for the extraction of *Mucuna pruriens* oil.

Keywords: *Mucuna pruriens*; pressurized fluids; supercritical carbon dioxide; R-134a; oil extraction; experimental design.

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1 - Sementes de <i>Mucuna pruriens</i>	18
Figura 2 - Diagrama pressão-temperatura de um fluido puro indicando o ponto crítico e a região supercrítica.....	20
Figura 3 - Representação esquemática do sistema de extração supercrítica: 1-cilindro de gás, 2-bomba seringa, 3-banho termostático, 4-manômetro, 5-extrator, 6-válvula de agulha com jaqueta de aquecimento em alumínio, 7-recipientecoletor e 8-banho termostático.	26
Figura 4 - Curvas cinéticas de extração da fração oleosa de <i>Mucuna pruriens</i> utilizando CO ₂ supercrítico.	31
Figura 5 - Superfície de resposta para o rendimento da extração utilizando CO ₂ supercrítico.	33
Figura 6 - Gráfico de Pareto dos efeitos padronizados para a extração utilizando CO ₂ supercrítico.	34
Figura 7 - Curvas cinéticas de extração da fração oleosa de <i>Mucuna pruriens</i> utilizando R-134a pressurizado.	36
Figura 8 - Superfície de resposta para o rendimento da extração utilizando R-134a pressurizado.	38
Figura 9 - Gráfico de Pareto dos efeitos padronizados para a extração utilizando R-134a pressurizado.	39

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Principais ácidos graxos reportados para sementes de <i>Mucuna pruriens</i>	19
Tabela 2 - Variáveis independentes utilizadas no planejamento experimental.	27
Tabela 3 - Condições experimentais e rendimentos obtidos para a extração utilizando CO ₂ supercrítico.	29
Tabela 4 - Análise de variância (ANOVA) para os rendimentos obtidos utilizando CO ₂ supercrítico.	32
Tabela 5 - Condições experimentais e rendimentos obtidos para a extração utilizando R-134a pressurizado.	35
Tabela 6 - Análise de variância (ANOVA) para os rendimentos obtidos utilizando R-134a pressurizado.	37

SUMÁRIO

Sumário

1. INTRODUÇÃO	15
2. OBJETIVOS	17
2.1 Objetivo geral	17
2.2 Objetivos específicos	17
3. REVISÃO DE LITERATURA	18
3.1 <i>Mucuna pruriens</i> : aspectos botânicos e composição química	18
3.2 Fração lipídica das sementes de <i>Mucuna pruriens</i>	19
3.3 Extração com fluidos pressurizados	20
3.4 Extração utilizando dióxido de carbono supercrítico.....	21
3.5 Extração utilizando R-134a pressurizado	22
3.6 Influência da temperatura e pressão nos processos de extração	23
3.7 Estado da arte da extração de compostos de <i>Mucuna pruriens</i>	23
4. MATERIAIS E MÉTODOS	25
4.1 Preparo da matéria-prima	25
4.2 Unidade experimental de extração.....	25
4.3 Procedimento experimental	26
4.4 Planejamento experimental	27
4.5 Determinação do rendimento de extração	27
4.6 Curvas cinéticas de extração	28
4.7 Análise estatística	28
5. RESULTADOS E DISCUSSÃO	29
5.1 Extração utilizando dióxido de carbono supercrítico.....	29
5.1.1 Rendimentos globais de extração	29
5.1.2 Curvas cinéticas de extração	30
5.1.3 Análise estatística da extração.....	32
5.2 Extração utilizando R-134a pressurizado	35
5.2.1 Rendimentos globais de extração	35
5.2.2 Curvas cinéticas de extração	36
5.2.3 Análise estatística da extração utilizando R-134a pressurizado	37
5.3 Comparação entre CO ₂ supercrítico e R-134a pressurizado	39
6. CONCLUSÕES	42
7. REFERÊNCIAS.....	43

1. INTRODUÇÃO

Mucuna pruriens (L.) DC. é uma leguminosa tropical pertencente à família Fabaceae, amplamente distribuída em regiões da África, Ásia e América do Sul. Além da utilização agronômica como adubo verde e planta de cobertura, a espécie tem despertado interesse científico devido à composição química de suas sementes, nas quais apresentam elevados teores de proteínas, carboidratos, minerais, compostos bioativos (Chikagwa-Malunga *et al.*, 2009; Pathania *et al.*, 2020).

A fração oleosa das sementes é constituída principalmente por ácidos graxos insaturados, com destaque para os ácidos linoleico e oleico, acompanhados por menores quantidades de ácidos graxos saturados, como os ácidos palmítico e esteárico (Ezeagu *et al.*, 2005; Kalidass *et al.*, 2014). Além da importância nutricional, esses compostos apresentam potencial de aplicação em diferentes setores industriais farmacêuticos, contribuindo para o interesse crescente no aproveitamento da biomassa da mucuna.

A recuperação de óleos vegetais é tradicionalmente realizada por prensagem mecânica ou por extração utilizando solventes orgânicos. Embora amplamente empregados, esses processos podem apresentar limitações relacionadas ao consumo energético, à utilização de solventes inflamáveis e à necessidade de etapas adicionais de separação e purificação do extrato obtido. Além disso, temperaturas elevadas podem favorecer a degradação de compostos sensíveis presentes na matéria-prima (Chañi-paucar *et al.*, 2021).

Nesse contexto, a utilização de fluidos pressurizados tem se destacado como uma alternativa para a obtenção de extratos vegetais. Entre os solventes mais empregados encontra-se o dióxido de carbono (CO₂) supercrítico, cuja aplicação na recuperação de óleos vegetais está amplamente consolidada devido à baixa toxicidade, facilidade de separação do extrato e possibilidade de operação em temperaturas moderadas (Brunner, 1994; Reverchon; De Marco, 2006). Para sementes de *Mucuna pruriens*, Garcia *et al.* (2012) demonstraram a viabilidade da extração da fração oleosa utilizando CO₂ supercrítico, evidenciando o potencial da tecnologia para o aproveitamento dessa matéria-prima.

Além do CO₂, solventes alternativos vêm sendo estudados visando aumentar a eficiência da recuperação de compostos lipofílicos. Entre eles destaca-se o 1,1,1,2-tetrafluoroetano (R-134a), que tem apresentado resultados promissores na extração de óleos vegetais devido à sua afinidade por compostos de baixa polaridade e à facilidade de recuperação após o processo (Turner *et al.*, 2006; Rapinel *et al.*, 2018).

A eficiência da extração utilizando fluidos pressurizados depende diretamente das condições operacionais empregadas. A pressão influencia a densidade e a capacidade de

solvatação do solvente, enquanto a temperatura afeta simultaneamente as propriedades do fluido e a volatilidade dos compostos presentes na matriz vegetal. Dessa forma, os efeitos dessas variáveis são fundamental para a otimização dos processos de extração (Brunner, 1994; Reverchon; De Marco, 2006).

Apesar do potencial tecnológico da *Mucuna pruriens* nas quais são defensivo agrícola, medicamento natural, propriedades alopáticas (Rakotomamonjy, 2025), ainda são limitadas as informações disponíveis sobre o comportamento da extração de sua fração oleosa utilizando diferentes fluidos pressurizados sob distintas condições operacionais. Em particular, estudos comparando diretamente o desempenho do CO₂ supercrítico e do R-134a pressurizado para essa matriz vegetal permanecem escassos na literatura.

Diante desse contexto, o presente trabalho avaliou a extração da fração oleosa das sementes de *Mucuna pruriens* utilizando CO₂ supercrítico e R-134a pressurizado. Foram estudados os efeitos da temperatura e da pressão sobre o rendimento de extração, visando comparar o desempenho dos solventes e identificar as condições operacionais mais favoráveis para a recuperação da fração lipídica da biomassa.

2. OBJETIVOS

2.1 Objetivo geral

Avaliar a extração da fração oleosa das sementes de *Mucuna pruriens* utilizando dióxido de carbono (CO₂) supercrítico e R-134a pressurizado, investigando a influência da temperatura e da pressão sobre o rendimento do processo.

2.2 Objetivos específicos

- Determinar os rendimentos de extração da fração oleosa das sementes de *Mucuna pruriens* utilizando CO₂ supercrítico sob diferentes condições de temperatura e pressão;
- Determinar os rendimentos de extração da fração oleosa das sementes de *Mucuna pruriens* utilizando R-134a pressurizado sob diferentes condições de temperatura e pressão;
- Avaliar a influência da temperatura e da pressão sobre os rendimentos de extração por meio de planejamento experimental e análise estatística;
- Obter modelos estatísticos capazes de descrever o comportamento dos rendimentos em função das variáveis operacionais investigadas;
- Comparar o desempenho do CO₂ supercrítico e do R-134a pressurizado quanto à recuperação da fração oleosa das sementes de *Mucuna pruriens*;
- Identificar as condições operacionais mais favoráveis para maximizar os rendimentos de extração.

3. REVISÃO DE LITERATURA

3.1 *Mucuna pruriens*: aspectos botânicos e composição química

Mucuna pruriens (L.) DC. (Figura 1) é uma leguminosa pertencente à família Fabaceae, amplamente distribuída em regiões tropicais e subtropicais da África, Ásia e América do Sul (Sathiyarayanan; Arulmozhi, 2007; Pathania *et al.*, 2020). A espécie apresenta hábito trepador, crescimento vigoroso e elevada capacidade de produção de biomassa, características que favorecem sua utilização como adubo verde, planta de cobertura e forrageira em sistemas agrícolas tropicais (Ezeagu *et al.*, 2002; Chikagwa-Malunga *et al.*, 2009).

Além da importância agronômica, a espécie tem despertado interesse científico devido à presença de compostos bioativos (anti-inflamatórios, antioxidantes, antivirais, antimicrobianas) em suas sementes, folhas e vagens. As sementes constituem a principal fração de interesse econômico e tecnológico, sendo utilizadas em estudos relacionados à obtenção de compostos nutracêuticos, ingredientes alimentícios e produtos de interesse farmacêutico (Pathania *et al.*, 2020; Lamsky; Wink, 2000).

As sementes de *Mucuna pruriens* apresentam formato ovalado, coloração variável e elevada resistência mecânica, características que contribuem para sua adaptação a diferentes condições ambientais. Do ponto de vista químico, destacam-se pela presença de proteínas, carboidratos, lipídios e metabólitos secundários, sendo a L-3,4-diidroxifenilalanina (L-Dopa) o composto mais amplamente estudado na literatura (Sathiyarayanan; Arulmozhi, 2007).

Figura 1- Sementes de *Mucuna pruriens*.



Fonte: Próprio autor.

3.2 Fração lipídica das sementes de *Mucuna pruriens*

A composição dos lipídios presentes nas sementes de *Mucuna pruriens* é caracterizada pela predominância de ácidos graxos insaturados, com destaque para os ácidos linoleico (C18:2) e oleico (C18:1), acompanhados por menores quantidades de ácidos graxos saturados, principalmente os ácidos palmítico (C16:0) e esteárico (C18:0) (Ezeagu *et al.*, 2005; Kalidass *et al.*, 2014).

A Tabela 1 apresenta os principais ácidos graxos reportados para sementes de *Mucuna pruriens* por diferentes autores. Observa-se que o ácido linoleico constitui o principal componente da fração lipídica, apresentando concentrações entre aproximadamente 40 e 45% da composição total dos ácidos graxos. O ácido oleico corresponde ao segundo componente majoritário, enquanto os ácidos palmítico e esteárico representam a maior parcela da fração saturada. (Ezeagu *et al* (2005), Kalidass *et al* (2014)).

Tabela 1 - Principais ácidos graxos reportados para sementes de *Mucuna pruriens*.

Ácido graxo	Ezeagu et al. (2005) (%)	Kalidass et al. (2014) (%)
Palmítico (C16:0)	20,00	25,12
Esteárico (C18:0)	12,29	7,65
Oleico (C18:1)	14,38	18,35
Linoleico (C18:2)	44,48	41,83
Linolênico (C18:3)	5,31	3,41

Apesar das diferenças observadas entre os estudos, atribuídas a fatores genéticos, condições de cultivo e metodologias analíticas empregadas, verifica-se predominância consistente de ácidos graxos insaturados no óleo de mucuna. Essa característica influencia diretamente o comportamento da fração lipídica frente aos solventes utilizados em processos de extração, uma vez que compostos de baixa polaridade tendem a apresentar elevada afinidade por fluidos pressurizados como o CO₂ supercrítico e o R-134a (Brunner, 1994).

A composição em ácidos graxos e a distribuição dos lipídios no interior da matriz vegetal influenciam diretamente os fenômenos de transferência de massa durante a extração. Em sementes oleaginosas, parte do óleo encontra-se disponível em estruturas celulares facilmente acessíveis ao solvente, enquanto outra parcela permanece retida em regiões menos permeáveis da biomassa. Dessa forma, mecanismos difusionais e resistências à transferência de massa desempenham papel fundamental na cinética de extração e nos rendimentos obtidos (Sovová, 1994; Sovová, 2012).

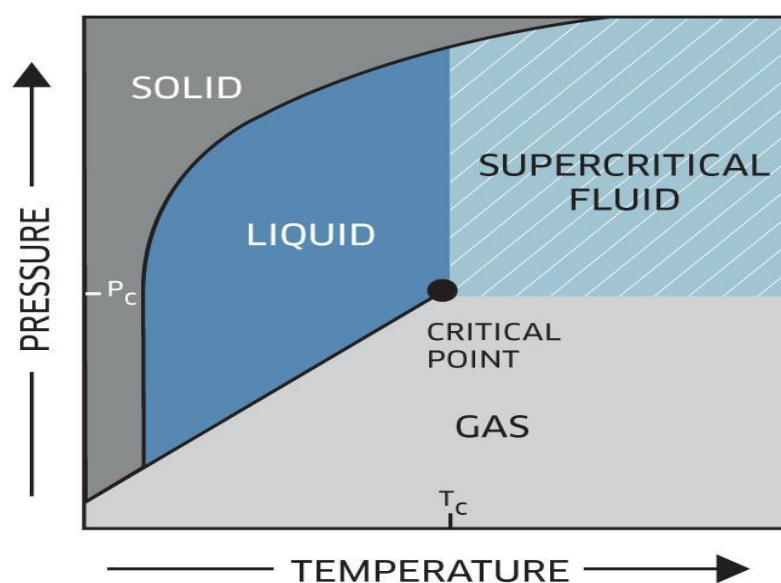
Além da recuperação da fração oleosa, a extração pode contribuir para a valorização integral da biomassa. Garcia et al. (2012) observaram que a remoção do óleo por extração com fluidos pressurizados promoveu aumento relativo da concentração de L-Dopa no farelo residual, evidenciando o potencial de aproveitamento integrado das sementes de *Mucuna pruriens*.

3.3 Extração com fluidos pressurizados

Os processos de extração utilizando fluidos pressurizados baseiam-se na modificação das propriedades termodinâmicas do solvente por meio da aplicação de pressão e temperatura. Nessas condições, propriedades como densidade, viscosidade, difusividade molecular e capacidade de solvatação podem ser significativamente alteradas, influenciando diretamente os fenômenos de transferência de massa e o equilíbrio entre as fases sólida e fluida (Brunner, 1994; Reverchon; De Marco, 2006).

Um fluido é considerado supercrítico quando submetido simultaneamente a temperaturas e pressões superiores aos seus valores críticos. Nessa condição, não existe distinção entre as fases líquida e gasosa, formando-se uma única fase homogênea com propriedades intermediárias entre líquidos e gases. A Figura 2 apresenta o diagrama pressão-temperatura de um fluido puro, destacando o ponto crítico e a região supercrítica.

Figura 2 - Diagrama pressão-temperatura de um fluido puro indicando o ponto crítico e a região supercrítica.



Fonte: Adaptado de Brunner (1994).

A principal característica dos fluidos supercríticos é a combinação de densidades próximas às observadas em líquidos com elevada difusividade molecular, característica típica dos gases. Como consequência, esses fluidos apresentam elevada capacidade de penetração nos poros da matriz sólida e reduzidas resistências à transferência de massa, favorecendo a recuperação de compostos presentes em materiais vegetais (Brunner, 1994; Mukhopadhyay, 2000).

Outra propriedade relevante é a elevada compressibilidade próxima à região crítica. Pequenas alterações de pressão podem provocar mudanças significativas na densidade do solvente e, conseqüentemente, em sua capacidade de solvatação. Essa característica permite ajustar seletivamente o desempenho do solvente por meio do controle das condições operacionais, constituindo uma das principais vantagens dos processos de extração com fluidos pressurizados (Reverchon; De Marco, 2006).

A extração de compostos presentes em matrizes vegetais envolve, de forma geral, etapas de solubilização do soluto, difusão através da estrutura sólida e transferência para a fase fluida em escoamento. A eficiência global do processo depende da interação entre esses mecanismos, das propriedades físico-químicas do solvente e das características da matéria-prima utilizada (Sovová, 1994; Sovová, 2012).

Em sistemas contendo compostos predominantemente lipofílicos, como óleos vegetais, a afinidade entre solvente e soluto exerce papel fundamental sobre os rendimentos obtidos. Dessa forma, a seleção adequada do solvente e das condições operacionais representa uma etapa crítica para maximizar a recuperação dos compostos de interesse e garantir a eficiência do processo de extração (Rakotomamonjy, 2025).

3.4 Extração utilizando dióxido de carbono supercrítico

O dióxido de carbono (CO₂) é o solvente mais utilizado em processos de extração supercrítica devido à sua baixa toxicidade, não inflamabilidade, disponibilidade comercial e facilidade de separação do extrato após o processo (Brunner, 1994; Reverchon; De Marco, 2006). Suas propriedades críticas moderadas (31,1 °C e 73,8 bar) permitem a realização de extrações em temperaturas relativamente baixas, reduzindo a degradação de compostos termossensíveis (Mukhopadhyay, 2000).

A capacidade de solvatação do CO₂ supercrítico pode ser ajustada por meio da variação da pressão e da temperatura, sendo particularmente eficiente para a extração de compostos de baixa polaridade, como óleos vegetais, ácidos graxos e esteróis (Brunner,

1994). Além disso, a despressurização do sistema promove a completa separação do solvente do extrato, eliminando resíduos de solventes orgânicos no produto final.

Para sementes de *Mucuna pruriens*, Garcia et al. (2012) demonstraram a viabilidade da extração utilizando CO₂ supercrítico, observando recuperação seletiva da fração lipídica e aumento relativo da concentração de L-Dopa no farelo residual. Os autores verificaram que o aumento da pressão favoreceu os rendimentos de extração em função do aumento da densidade do solvente.

Apesar das vantagens operacionais e ambientais associadas ao CO₂ supercrítico, sua baixa polaridade limita a extração de determinados compostos, motivando a investigação de solventes alternativos para processos de extração com fluidos pressurizados (Reverchon; De Marco, 2006).

3.5 Extração utilizando R-134a pressurizado

O 1,1,1,2-tetrafluoroetano (R-134a) é um hidrofluorcarboneto amplamente utilizado na indústria de refrigeração e que tem sido investigado como solvente alternativo para processos de extração de produtos naturais (Turner *et al.*, 2006). Suas propriedades termodinâmicas diferem significativamente das observadas para o dióxido de carbono com temperatura crítica de 31,10 °C, pressão crítica de 73,83 bar e massa molar de 44,01 g mol⁻¹, já para o R-134a, apresentando temperatura crítica de 101,1 °C, pressão crítica de 40,6 bar e massa molar de 102,03 g mol⁻¹ (Turner *et al.*, 2006).

A utilização do R-134a em processos de extração está associada à sua elevada volatilidade, baixa viscosidade e capacidade de recuperação após o processo. Assim como ocorre com o CO₂, a redução da pressão promove a separação do solvente do extrato obtido, minimizando a presença de resíduos no produto final (Rapinel *et al.*, 2018).

Aplicações envolvendo óleos vegetais têm demonstrado resultados promissores. Mustapa et al. (2009) reportaram elevados rendimentos na extração de óleo de palma utilizando R-134a, verificando influência significativa da temperatura e da pressão sobre a recuperação da fração lipídica. De forma semelhante, Guo et al. (2019) observaram elevada eficiência do solvente na recuperação de óleo residual de canola, evidenciando seu potencial para a extração de compostos lipofílicos.

A eficiência do R-134a está relacionada à sua afinidade por compostos de baixa polaridade, característica que favorece a recuperação de óleos vegetais e outros compostos lipofílicos presentes em matrizes naturais (Guo *et al.*, 2019; Rapinel *et al.*, 2018).

Apesar dos resultados promissores reportados para diferentes matérias-primas, estudos envolvendo a aplicação de R-134a na extração da fração oleosa de sementes de *Mucuna pruriens* ainda são escassos. Além disso, não foram identificados estudos comparando diretamente o desempenho do CO₂ supercrítico e do R-134a pressurizado para essa matriz vegetal. Dessa forma, a avaliação desse solvente torna-se relevante para ampliar o conhecimento sobre o aproveitamento da mucuna por meio de tecnologias de extração utilizando fluidos pressurizados.

3.6 Influência da temperatura e pressão nos processos de extração

A temperatura e a pressão constituem as principais variáveis operacionais em processos de extração utilizando fluidos pressurizados, influenciando diretamente a densidade do solvente, a solubilidade dos compostos extraíveis e os mecanismos de transferência de massa envolvidos no processo (Brunner, 1994; Reverchon; De Marco, 2006).

De modo geral, o aumento da pressão promove elevação da densidade do fluido e, conseqüentemente, aumento de sua capacidade de solvatação. Em contrapartida, o efeito da temperatura é mais complexo, uma vez que envolve simultaneamente a redução da densidade do solvente e o aumento da pressão de vapor dos compostos presentes na matriz vegetal. Dessa forma, o comportamento do sistema depende da interação entre essas variáveis e das características do solvente utilizado (Mukhopadhyay, 2000; Reverchon; De Marco, 2006).

Além dos efeitos sobre a solubilidade, temperatura e pressão influenciam a cinética de extração e os rendimentos obtidos. Por esse motivo, essas variáveis são frequentemente avaliadas em estudos envolvendo extração com fluidos pressurizados, visando identificar condições operacionais capazes de maximizar a recuperação dos compostos de interesse (Sovová, 1994; Sovová, 2012).

Considerando a importância desses parâmetros, a temperatura e a pressão foram selecionadas como variáveis independentes no planejamento experimental desenvolvido neste trabalho para avaliar a extração da fração oleosa das sementes de *Mucuna pruriens* utilizando CO₂ supercrítico e R-134a pressurizado.

3.7 Estado da arte da extração de compostos de *Mucuna pruriens*

Os estudos envolvendo *Mucuna pruriens* concentram-se predominantemente na caracterização química das sementes e na avaliação de compostos bioativos, especialmente a L-Dopa (Kumar; Saha, 2013; Pathania *et al.*, 2020). Em comparação, os trabalhos relacionados à recuperação da fração oleosa da espécie ainda são limitados.

Entre os estudos disponíveis, destaca-se o trabalho de Garcia et al. (2012), que avaliaram a extração de óleo de sementes de *Mucuna pruriens* utilizando CO₂ supercrítico. Os autores demonstraram a viabilidade técnica do processo e observaram enriquecimento relativo do farelo residual em L-Dopa após a remoção da fração lipídica.

Paralelamente, diversos autores têm investigado a utilização do R-134a na extração de óleos vegetais e compostos naturais de diferentes matrizes, reportando resultados promissores para recuperação de substâncias lipofílicas (Turner *et al.*, 2006; Mustapa *et al.*, 2009; Rapinel *et al.*, 2018). Entretanto, estudos envolvendo a aplicação desse solvente na extração de compostos presentes em sementes de *Mucuna pruriens* não foram identificados na literatura consultada.

4. MATERIAIS E MÉTODOS

4.1 Preparo da matéria-prima

As sementes de mucuna (*Mucuna pruriens* (L.) DC.) foram adquiridas por meio de fornecedor comercial especializado em produtos naturais. Inicialmente, as sementes passaram por uma etapa de seleção manual para remoção de impurezas, materiais estranhos (cascas, sólidos presos nas sementes, sujeiras), sementes quebradas e partículas deterioradas.

Posteriormente, as amostras foram submetidas à secagem em estufa com circulação forçada de ar a 50 °C durante 72 horas, visando a redução do teor de umidade e a minimização de possíveis interferências da água nos processos de extração com fluidos pressurizados. Após a secagem, as sementes foram trituradas em liquidificador de bancada e submetidas à peneiragem para obtenção de uma granulometria mais uniforme a uma abertura de 1,00mm e malha de 16TY.

A redução do tamanho de partícula aumenta a área superficial disponível para contato com o solvente, favorecendo os fenômenos de transferência de massa durante a extração. Após o preparo, o material foi colocado em recipientes fechados e armazenado em local seco e protegido da luz até sua utilização nos experimentos.

Para os ensaios de extração foram utilizados dióxido de carbono (CO₂) e 1,1,1,2-tetrafluoreto (R-134a), ambos com elevado grau de pureza e adequados para aplicações em processos de extração com fluidos pressurizados.

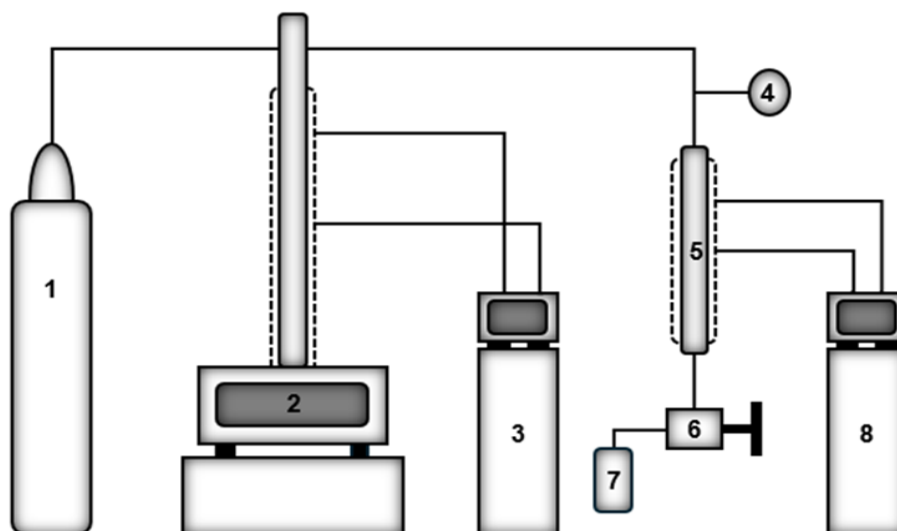
4.2 Unidade experimental de extração

Os experimentos foram realizados em uma unidade de extração com fluidos pressurizados instalada no Laboratório de Tecnologia de Fluidos Supercríticos da Universidade Estadual Paulista (UNESP), Campus de Rosana.

O sistema experimental foi constituído por um cilindro de armazenamento do solvente, uma bomba seringa de alta pressão modelo ISCO 260D (Teledyne ISCO, EUA), um banho termostaticado para controle da temperatura, um vaso extrator construído em aço inoxidável 304, transdutores de pressão, válvulas de controle de fluxo e sistema de coleta dos extratos.

O extrator utilizado possui aproximadamente 1,90 cm de diâmetro interno e 16,8 cm de altura, sendo projetado para operar em elevadas pressões com segurança operacional. A pressão do sistema foi monitorada continuamente por meio de transdutor de pressão absoluta, enquanto a temperatura foi controlada por controlador eletrônico associado ao banho termostaticado como observados na Figura 3 a unidade experimental.

Figura 3 - Representação esquemática do sistema de extração supercrítica: 1-cilindro de gás, 2-bomba seringa, 3-banho termostático, 4-manômetro, 5-extrator, 6-válvula de agulha com jaqueta de aquecimento em alumínio, 7-recipientecoletor e 8-banho termostático.



Fonte: Próprio autor.

4.3 Procedimento experimental

Para cada ensaio experimental, foi adicionado 5 g de sementes de mucuna no interior do extrator. Os espaços vazios existentes na célula de extração foi preenchido com esferas de vidro inertes, de forma a reduzir o volume e promover melhor distribuição do solvente através do leito.

Após colocar a semente já triturada do extrator, o sistema foi aquecido até atingir a temperatura operacional desejada. Em seguida, realizou-se a pressurização da unidade utilizando o solvente selecionado para o experimento.

Uma vez alcançadas as condições de temperatura e pressão estabelecidas, o sistema permaneceu em repouso durante 30 minutos para promover a etapa de extração estática, permitindo a saturação do solvente e a difusão inicial dos compostos lipídicos presentes na matriz vegetal.

Após essa etapa, iniciou-se a extração dinâmica por meio da circulação contínua do solvente através do leito contendo a matéria-prima. O fluxo de solvente foi mantido constante em $2,0 \text{ mL min}^{-1}$ durante todo o processo experimental, sendo controlado por válvula micrométrica de precisão.

Os extratos obtidos foram coletados em recipientes previamente pesados, permitindo a posterior determinação dos rendimentos de extração.

4.4 Planejamento experimental

Os experimentos de extração utilizando dióxido de carbono (CO₂) supercrítico e R-134a pressurizado foram conduzidos empregando um planejamento fatorial completo 2², com triplicata no ponto central, totalizando sete experimentos para cada solvente.

As variáveis estudadas foram a temperatura e a pressão. Os níveis estudados para a temperatura foram 40 e 60 °C, enquanto as pressões avaliadas foram de 200 e 280 bar. O ponto central foi a 50 °C e 240 bar. A escolha dessas condições experimentais foi baseada em estudos prévios da literatura e em testes preliminares realizados no laboratório (Lopes, 2022; Bernardes, 2024).

A utilização do planejamento fatorial permitiu avaliar os efeitos individuais da temperatura e da pressão, bem como a interação entre essas variáveis sobre o rendimento global de extração dos compostos presentes nas sementes de mucuna. A Tabela 2 apresenta os níveis codificados e reais das variáveis independentes utilizadas no delineamento experimental.

Tabela 2 - Variáveis independentes utilizadas no planejamento experimental.

Fatores	Símbolos	Unidades	Níveis		
			-1	0	+1
Temperatura	T	°C	40	50	60
Pressão	P	Bar	200	240	280

4.5 Determinação do rendimento de extração

O rendimento global de extração foi determinado pela razão entre a massa de extrato obtida ao final do processo e a massa inicial de matéria-prima utilizada em cada ensaio experimental. O rendimento foi calculado utilizando a Equação 1.

$$\% \text{ Rendimento} = \frac{(M_{fa} - M_f)}{M_a} * 100 \quad (1)$$

Onde M_{fa} é o valor pesado do óleo extraído, M_f é o valor pesado do frasco utilizado e M_a é o valor pesado da amostra.

Os rendimentos foram determinados para todas as condições operacionais avaliadas, permitindo comparar o desempenho dos solventes e a influência das variáveis experimentais estudadas.

4.6 Curvas cinéticas de extração

Durante os experimentos foram realizadas coletas periódicas com intervalo de tempo, o extrato foi coletado e sua massa determinada em balança analítica. Os extratos obtidos ao longo do tempo resultou na construção da curva cinética. Os valores acumulados de massa extraída permitiram a construção das curvas cinéticas de extração para cada condição experimental investigada.

As curvas cinéticas foram utilizadas para acompanhar a evolução do rendimento ao longo do processo e avaliar a influência da temperatura e da pressão sobre a taxa de extração utilizando CO₂ supercrítico e R-134a pressurizado. Os resultados também permitiram comparar o comportamento dos solventes quanto os compostos presentes na matriz vegetal.

4.7 Análise estatística

Os resultados experimentais foram submetidos à análise estatística por meio de análise de variância (ANOVA), adotando-se nível de significância de 5% ($p < 0,05$).

Os efeitos principais da temperatura e da pressão, bem como suas interações, foram avaliados a partir dos coeficientes obtidos no planejamento experimental. Diagramas de Pareto foram utilizados para identificar os fatores estatisticamente significativos, enquanto superfícies de resposta foram construídas para representar o comportamento do rendimento de extração em função das variáveis estudadas.

As análises estatísticas permitiram avaliar a influência das condições operacionais sobre a eficiência do processo de extração e identificar as condições mais favoráveis para a recuperação dos compostos presentes nas sementes de mucuna.

5. RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.1 Extração utilizando dióxido de carbono supercrítico

5.1.1 Rendimentos globais de extração

Os rendimentos obtidos para a extração da fração oleosa das sementes de *Mucuna pruriens* utilizando dióxido de carbono supercrítico são apresentados na Tabela 3. Os experimentos foram conduzidos em diferentes condições de temperatura e pressão, permitindo avaliar a influência dessas variáveis sobre a eficiência do processo.

Tabela 3 - Condições experimentais e rendimentos obtidos para a extração utilizando CO₂ supercrítico.

Experimento	Temperatura (°C)	Pressão (bar)	Tempo (min)	Rendimento (%)
1	40	200	60	1,88
2	40	280	60	2,67
3	60	200	60	1,64
4	60	280	60	2,56
5	50	240	60	2,51
6	50	240	60	2,10
7	50	240	60	2,32

Fonte: Próprio autor

Os rendimentos variaram entre 1,64 e 2,67%, sendo o maior valor obtido na condição de 40 °C e 280 bar (Experimento 2), enquanto o menor rendimento foi observado a 60 °C e 200 bar (Experimento 3). A diferença entre esses valores influencia as condições operacionais sobre a capacidade de solvatação do fluido e, conseqüentemente, sobre a quantidade de óleo recuperada da matriz vegetal.

As repetições realizadas no ponto central (50 °C e 240 bar) apresentaram rendimentos de 2,51, 2,10 e 2,32%, resultando em rendimento médio de 2,31%. A proximidade entre os resultados indica adequada repetibilidade experimental e boa estabilidade operacional da unidade de extração.

De maneira geral, observa-se que o aumento da pressão promoveu incremento dos rendimentos em ambas as temperaturas avaliadas. A 40 °C, o aumento da pressão de 200 para 280 bar elevou o rendimento de 1,88 para 2,67%, representando aumento de aproximadamente 42%. Já a 60 °C, o rendimento aumentou de 1,64 para 2,56%, correspondendo a incremento próximo de 56%.

Esse comportamento é amplamente reportado na literatura para sistemas utilizando CO₂ supercrítico. Segundo Brunner (1994) e Reverchon e De Marco (2006), o aumento da pressão promove elevação da densidade do solvente, aumentando sua capacidade de solvatação e favorecendo a dissolução de compostos lipofílicos presentes na matriz vegetal. Como consequência, maiores quantidades de óleo são transferidas para a fase fluida, resultando em maiores rendimentos de extração.

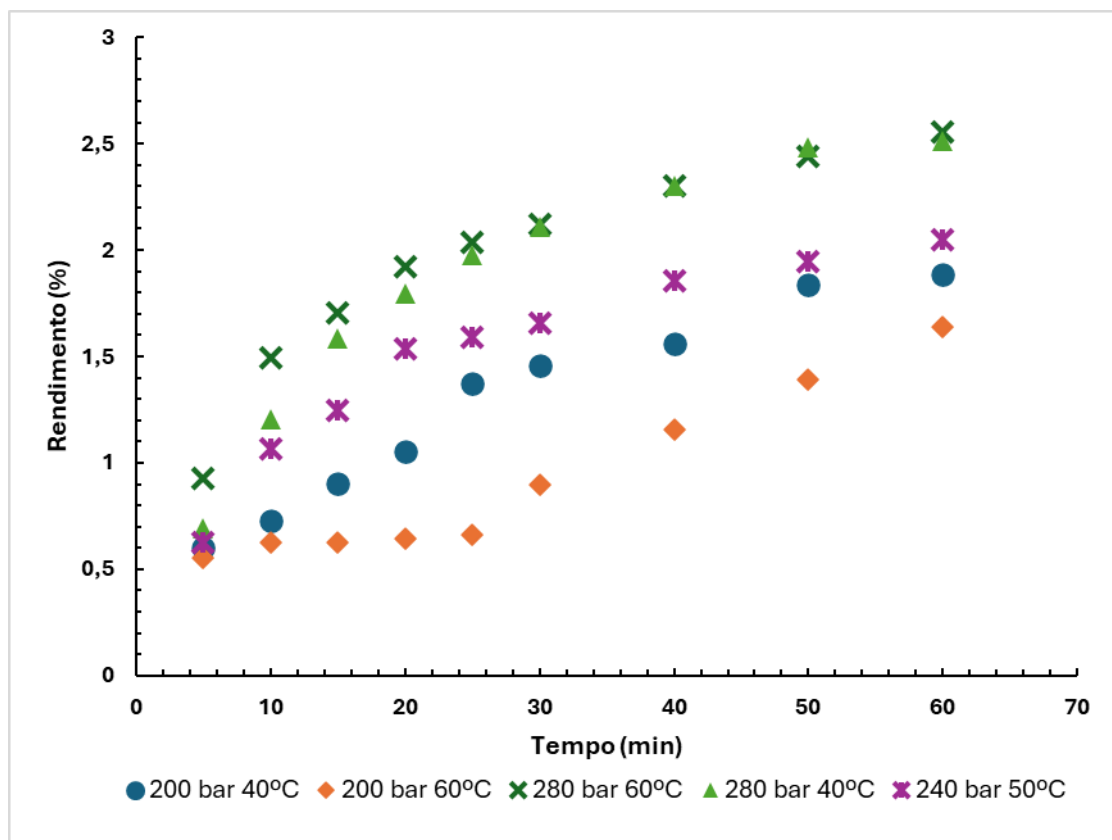
Por outro lado, o aumento da temperatura de 40 para 60 °C resultou em redução dos rendimentos nas duas pressões avaliadas. Esse comportamento sugere que, dentro da faixa experimental estudada, o efeito da redução da densidade do CO₂ foi predominante em relação ao aumento da pressão de vapor dos compostos presentes na matriz. Fenômeno semelhante foi observado por Garcia et al. (2012) durante a extração supercrítica de óleo de sementes de *Mucuna pruriens*, onde alterações nas condições operacionais influenciaram diretamente a recuperação da fração lipídica.

Os rendimentos obtidos neste trabalho encontram-se na mesma ordem de grandeza daqueles reportados para outras matrizes vegetais de baixo teor lipídico submetidas à extração supercrítica. Entretanto, os valores observados são inferiores aos reportados para oleaginosas tradicionais, como baru, pequi e sementes oleaginosas comerciais, fato que pode ser atribuído ao menor teor de óleo naturalmente presente nas sementes de mucuna e às características estruturais da matriz vegetal.

5.1.2 Curvas cinéticas de extração

A evolução do rendimento de extração em função do tempo para as diferentes condições operacionais é apresentada na Figura 4.

Figura 4 - Curvas cinéticas de extração da fração oleosa de *Mucuna pruriens* utilizando CO₂ supercrítico.



Fonte: Próprio autor.

Observa-se que todas as condições experimentais apresentaram comportamento cinético semelhante, caracterizado por uma etapa inicial de elevada taxa de extração seguida por uma redução gradual da velocidade de recuperação do óleo. Nos primeiros 20 a 30 minutos ocorre o rendimento acumulado, enquanto após esse período observa-se aproximação gradual a um regime de estabilização.

Esse comportamento é característico de processos de extração com fluidos supercríticos e encontra-se de acordo com o modelo proposto por Sovová (1994). Segundo o autor, a etapa inicial da extração é dominada pela remoção dos compostos facilmente acessíveis ao solvente, localizados na superfície ou em regiões próximas à superfície das partículas. À medida que a extração avança, os compostos remanescentes passam a estar localizados em regiões mais internas da matriz, tornando o processo progressivamente controlado por mecanismos difusionais.

A condição de 280 bar e 40 °C apresentou os maiores rendimentos acumulados ao longo de praticamente todo o processo, confirmando a importância da pressão sobre a eficiência da extração. Em contrapartida, a condição de 200 bar e 60 °C apresentou os

menores valores de rendimento acumulado, evidenciando a menor capacidade de solvatação do solvente nessas condições.

Outro aspecto importante observado na Figura 4 é a tendência de estabilização das curvas após aproximadamente 50 minutos de operação. Esse comportamento sugere que grande parte da fração já havia sido removida da matriz vegetal, restando predominantemente compostos cuja recuperação é limitada pela difusão interna ou pela menor afinidade com o solvente.

A análise conjunta dos rendimentos globais e das curvas cinéticas indica que a utilização de pressões mais elevadas favorece tanto a velocidade quanto a eficiência final do processo de extração utilizando CO₂ supercrítico.

5.1.3 Análise estatística da extração

A Tabela 4 apresenta os resultados da análise de variância (ANOVA) para os rendimentos obtidos utilizando CO₂ supercrítico.

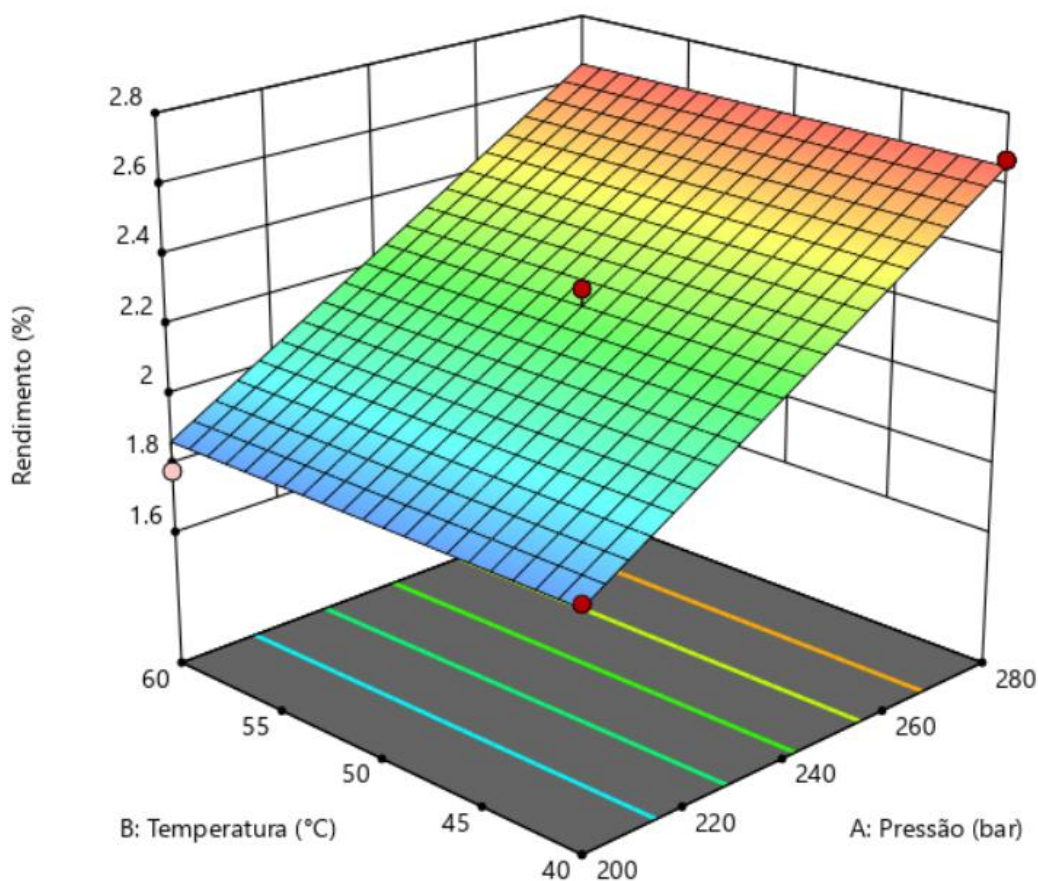
Tabela 4 - Análise de variância (ANOVA) para os rendimentos obtidos utilizando CO₂ supercrítico.

Termos	Somas dos quadrados	Graus de liberdade	Quadrados médios	F-valor	p-valor	R ²
Model	0,6162	1	0,6162	127,45	0,0001	0,9623
P	0,6162	1	0,6162	127,45	0,0001	
Pure Error	0,0000	2	0,0000			
Cor Total	0,6404	6				
P = Pressão						

O modelo apresentou significância estatística ao nível de 95% de confiança ($p = 0,0001$), com coeficiente de determinação (R^2) de 0,9623, indicando que 96,23% da variabilidade dos resultados pode ser explicada pelas variáveis avaliadas. Entre os fatores estudados, a pressão apresentou efeito significativo sobre o rendimento ($p = 0,0001$), enquanto a temperatura e a interação entre as variáveis não foram estatisticamente significativas ($p > 0,05$).

A influência simultânea da temperatura e da pressão pode ser observada no gráfico de superfície de resposta apresentada na Figura 5.

Figura 5 – Grafrico Superfície de resposta para o rendimento da extração utilizando CO₂ supercrítico.

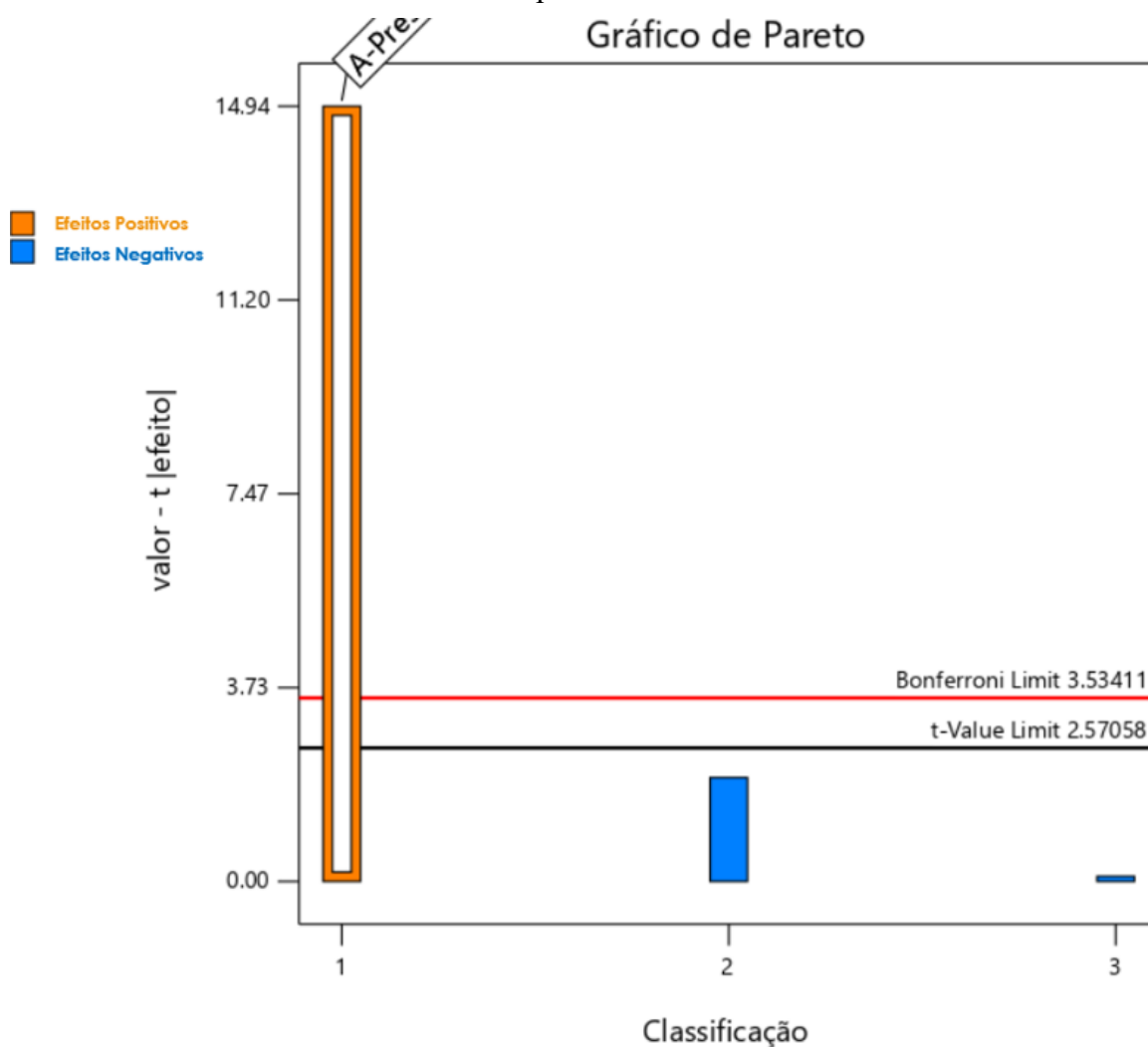


Fonte: Próprio autor.

Observa-se que os maiores rendimentos foram obtidos em condições de elevada pressão e menor temperatura, sendo o máximo experimental igual a 2,67% na condição de 40 °C e 280 bar. Esse comportamento sugere que, na faixa operacional estudadas, a redução da temperatura favoreceu a capacidade de solvatação do CO₂, contribuindo para o aumento da recuperação da fração oleosa.

O gráfico de Pareto apresentado na Figura 5 mostra a magnitude dos efeitos das variáveis estudadas sobre o rendimento.

Figura 6 - Gráfico de Pareto dos efeitos padronizados para a extração utilizando CO₂ supercrítico.



Fonte: Próprio autor.

Verifica-se que a pressão apresentou o maior efeito padronizado, seguida da temperatura, enquanto a interação entre as variáveis apresentou contribuição reduzida. Em conjunto, os resultados indicam que a obtenção de maiores rendimentos está associada à utilização de elevadas pressões e temperaturas mais baixas, dentro da faixa experimental avaliada.

5.2 Extração utilizando R-134a pressurizado

5.2.1 Rendimentos globais de extração

Os rendimentos obtidos para a extração da fração oleosa das sementes de *Mucuna pruriens* utilizando R-134a pressurizado são apresentados na Tabela 5.

Tabela 5 - Condições experimentais e rendimentos obtidos para a extração utilizando R-134a pressurizado.

Experimento	Temperatura (°C)	Pressão (bar)	Tempo (min)	Rendimento (%)
1	40	200	60	3,97
2	40	280	60	4,12
3	60	200	60	4,02
4	60	280	60	4,80
5	50	240	60	4,33
6	50	240	60	4,21
7	50	240	60	4,42

Os rendimentos variaram entre 3,97 e 4,80%, sendo superiores aos observados para o CO₂ supercrítico. O maior rendimento foi obtido na condição de 60 °C e 280 bar (Experimento 4), enquanto o menor valor foi observado a 40 °C e 200 bar (Experimento 1). Os ensaios realizados no ponto central apresentaram rendimentos de 4,33, 4,21 e 4,42%, resultando em valor médio de 4,32%, evidenciando boa repetibilidade experimental.

Diferentemente do comportamento observado para o CO₂, verificou-se aumento dos rendimentos com a elevação simultânea da temperatura e da pressão. O incremento da pressão de 200 para 280 bar promoveu aumento dos rendimentos nas duas temperaturas avaliadas com efeitos significativos, enquanto a elevação da temperatura de 40 para 60 °C também resultou em maiores valores de recuperação da fração oleosa.

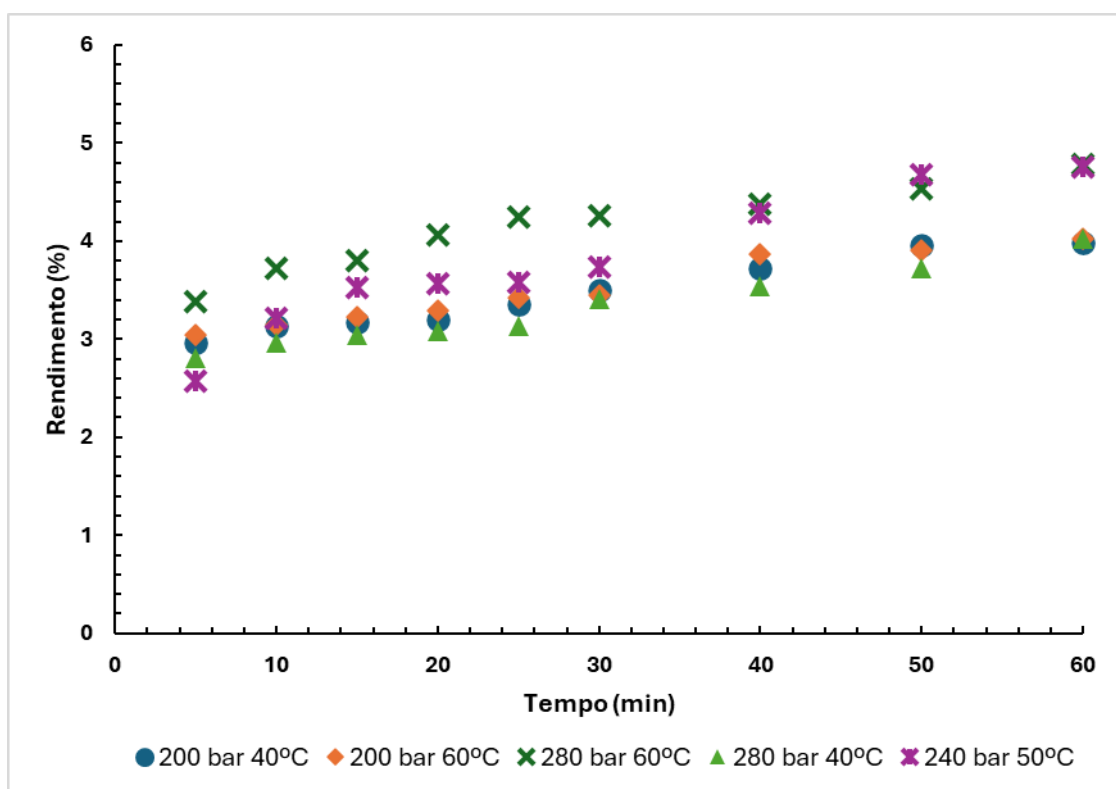
Resultados semelhantes foram reportados por Mustapa et al. (2009) durante a extração de óleo de palma utilizando R-134a subcrítico, onde o aumento da temperatura e da pressão promoveu incremento da solubilidade dos compostos lipídicos e, conseqüentemente, dos

rendimentos de extração. Esse comportamento evidencia a forte dependência do processo em relação às condições operacionais empregadas.

5.2.2 Curvas cinéticas de extração

As curvas cinéticas obtidas para os experimentos conduzidos com R-134a pressurizado são apresentadas na Figura 7.

Figura 7 - Curvas cinéticas de extração da fração oleosa de *Mucuna pruriens* utilizando R-134a pressurizado.



Observa-se comportamento semelhante ao verificado para o CO₂ supercrítico, caracterizado por elevada taxa de extração nos estágios iniciais do processo, seguida por redução gradual da velocidade de recuperação dos compostos extraíveis. Esse perfil é típico de processos de extração sólido-fluido e está associado à rápida remoção dos compostos mais acessíveis ao solvente durante os primeiros minutos de operação.

Entretanto, em todas as condições avaliadas, os rendimentos acumulados obtidos com R-134a foram superiores aos observados para o CO₂. A condição de 60 °C e 280 bar

apresentou os maiores valores ao longo de praticamente toda a extração, confirmando o efeito positivo dessas variáveis sobre a recuperação da fração oleosa.

Além disso, observa-se que as curvas tendem à estabilização após 50 minutos de operação, indicando que grande parte da fração já havia sido removida da matriz vegetal. Esse comportamento sugere que períodos adicionais de extração promoveriam ganhos de rendimento.

5.2.3 Análise estatística da extração utilizando R-134a pressurizado

Os resultados da análise de variância (ANOVA) para os experimentos conduzidos com R-134a são apresentados na Tabela 6.

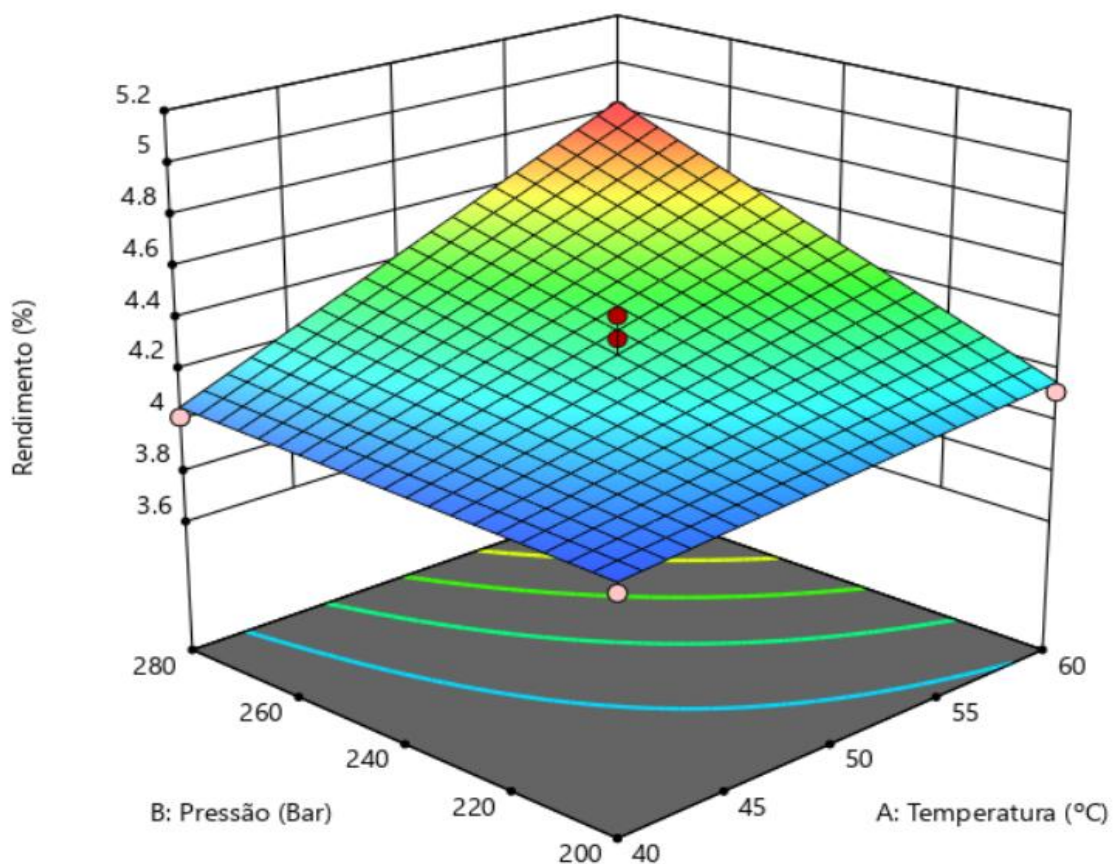
Tabela 6 - Análise de variância (ANOVA) para os rendimentos obtidos utilizando R-134a pressurizado.

Termos	Somas dos quadrados	Graus de liberdade	Quadrados médios	F-valor	p-valor	R²
Modelo	0,4487	3	0,1496	12,17	0,0347	0,9241
T	0,2162	1	0,2162	17,59	0,0247	
P	0,1332	1	0,1332	10,84	0,0460	
T x P	0,0992	1	0,0992	8,07	0,0656	
Pure Error	0,0222	2	0,0111			
Cor Total	0,4487	3	0,1496	12,17	0,0347	
T = Temperatura; P = Pressão						

O modelo apresentou significância estatística ao nível de 95% de confiança ($p = 0,0347$), com coeficiente de determinação (R^2) de 0,9241, indicando que 92,41% da variabilidade dos resultados pode ser explicada pelas variáveis avaliadas. Tanto a temperatura ($p = 0,0247$) quanto a pressão ($p = 0,0460$) apresentaram influência significativa sobre o rendimento de extração, enquanto a interação entre as variáveis não foi significativa ($p > 0,05$).

O gráfico de superfície de resposta apresentada na Figura 7 evidencia aumento contínuo do rendimento com a elevação simultânea da temperatura e da pressão.

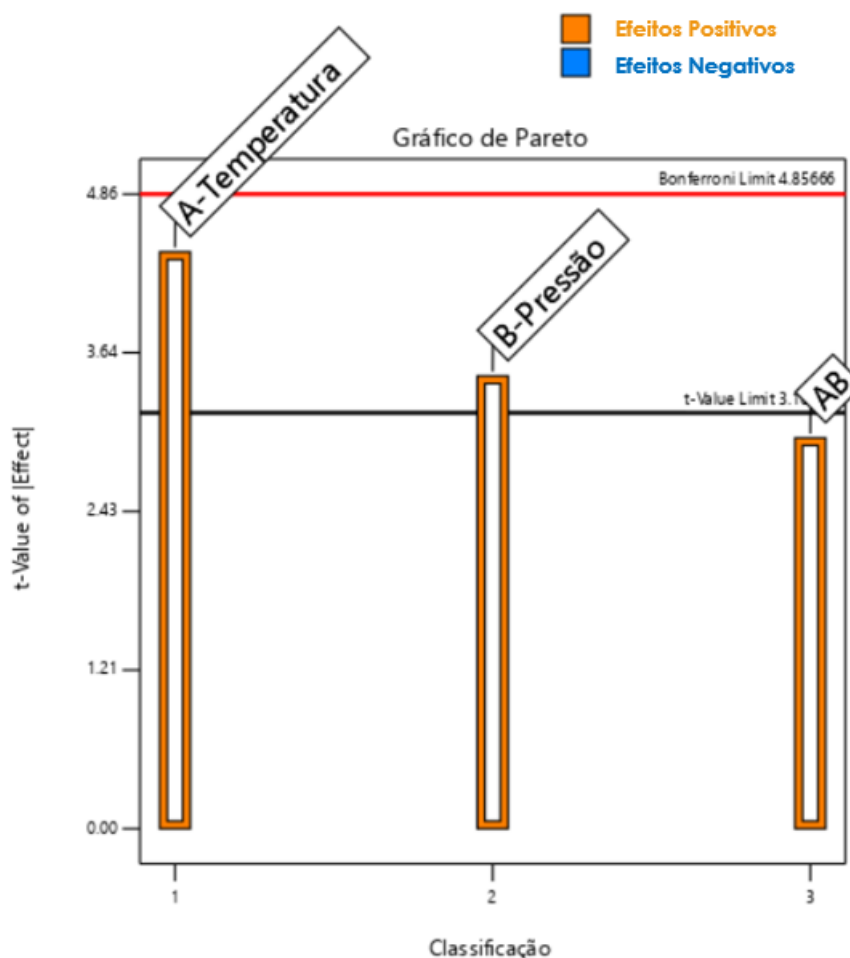
Figura 8 – Gráfico de Superfície de resposta para o rendimento da extração utilizando R-134a pressurizado.



Os maiores rendimentos foram observados na região correspondente às maiores pressões e temperaturas avaliadas, corroborando os resultados experimentais apresentados anteriormente. Esse comportamento demonstra que ambas as variáveis contribuem positivamente para a eficiência do processo utilizando R-134a.

O gráfico de Pareto apresentado na Figura 8 confirma a influência significativa da temperatura e da pressão sobre a variável resposta.

Figura 9 - Gráfico de Pareto dos efeitos padronizados para a extração utilizando R-134a pressurizado.



Observa-se que a temperatura apresentou o maior efeito padronizado, seguida pela pressão, indicando que o controle térmico desempenha papel fundamental na maximização dos rendimentos utilizando esse solvente. Em conjunto, os resultados experimentais e estatísticos indicam que a condição mais favorável para a extração da fração oleosa das sementes de mucuna utilizando R-134a pressurizado foi obtida a 60 °C e 280 bar, condição na qual foi observado o maior rendimento experimental do estudo (4,80%).

5.3 Comparação entre CO₂ supercrítico e R-134a pressurizado

A comparação dos rendimentos obtidos utilizando CO₂ supercrítico e R-134a pressurizado evidencia diferenças significativas entre os solventes avaliados. Enquanto os experimentos conduzidos com CO₂ apresentaram rendimentos entre 1,64 e 2,67%, os ensaios realizados com R-134a produziram rendimentos entre 3,97 e 4,80% (Tabelas 2 e 4). Dessa

forma, independentemente da condição operacional empregada, o R-134a apresentou desempenho superior na recuperação da fração oleosa das sementes de *Mucuna pruriens*.

Comparando-se os maiores rendimentos obtidos para cada solvente, verifica-se que a condição ótima utilizando R-134a (4,80%) resultou em valor aproximadamente 80% superior ao observado para o CO₂ supercrítico (2,67%). Esse resultado sugere maior afinidade do R-134a pelos compostos presentes na fração oleosa da mucuna, favorecendo sua solubilização e recuperação durante o processo de extração.

As diferenças observadas podem ser atribuídas às propriedades físico-químicas dos solventes. Segundo Turner et al. (2006), o R-134a apresenta maior massa molar e maior polarizabilidade molecular quando comparado ao dióxido de carbono, características que influenciam diretamente sua capacidade de interação com compostos orgânicos presentes em óleos vegetais. Consequentemente, determinados compostos lipofílicos podem apresentar maior solubilidade em R-134a do que em CO₂ supercrítico.

Outro aspecto relevante refere-se ao comportamento das variáveis operacionais. Para o CO₂ supercrítico, a elevação da temperatura promoveu redução dos rendimentos, indicando predominância do efeito associado à diminuição da densidade do solvente. Em contrapartida, para o R-134a observou-se aumento dos rendimentos com a elevação simultânea da temperatura e da pressão, evidenciando mecanismos de extração distintos entre os sistemas avaliados.

A análise estatística reforça essa diferença de comportamento. Nos experimentos utilizando CO₂, apenas a temperatura apresentou efeito significativo sobre a resposta estudada, enquanto para o R-134a tanto a temperatura quanto a pressão foram estatisticamente significativas. Esses resultados indicam que o processo utilizando R-134a apresenta maior sensibilidade às condições operacionais, possibilitando maior controle do rendimento por meio do ajuste das variáveis de processo.

As curvas cinéticas de extração também evidenciam diferenças importantes entre os solventes. Embora ambos os sistemas tenham apresentado comportamento típico de extração sólido-fluido, caracterizado por rápida recuperação inicial seguida de aproximação gradual ao equilíbrio, os rendimentos acumulados utilizando R-134a permaneceram superiores ao longo de todo o processo. Esse comportamento sugere maior eficiência do solvente na remoção dos compostos presentes na matriz vegetal.

Resultados semelhantes têm sido reportados na literatura para processos envolvendo fluidos refrigerantes pressurizados. Mustapa et al. (2009), estudando a extração de óleo de palma utilizando R-134a, observaram rendimentos superiores aos obtidos por métodos

convencionais e forte influência das condições operacionais sobre a recuperação da fração lipídica. De forma semelhante, Guo et al. (2019) verificaram elevada eficiência de sistemas contendo R-134a na recuperação de compostos oleosos de matrizes vegetais.

Em relação aos estudos envolvendo mucuna, Garcia et al. (2012) demonstraram a viabilidade da utilização de CO₂ supercrítico para recuperação da fração oleosa das sementes. Os resultados obtidos no presente trabalho complementam essas observações ao demonstrar que o R-134a pressurizado pode representar uma alternativa promissora para a extração dessa matriz, apresentando rendimentos superiores aos obtidos com CO₂ nas condições avaliadas.

De maneira geral, os resultados obtidos indicam que ambos os solventes são capazes de promover a extração da fração oleosa das sementes de *Mucuna pruriens*. Entretanto, dentro da faixa experimental investigada, o R-134a pressurizado apresentou maior eficiência de extração, produzindo rendimentos superiores e maior sensibilidade às variáveis operacionais avaliadas.

6. CONCLUSÕES

O presente trabalho avaliou a extração da fração oleosa das sementes de *Mucuna pruriens* utilizando dióxido de carbono (CO₂) supercrítico e R-134a pressurizado, investigando a influência da temperatura e da pressão sobre o rendimento do processo.

Os resultados obtidos demonstraram que ambos os solventes foram capazes de promover a recuperação da fração oleosa da matriz vegetal estudada. Para o CO₂ supercrítico, os rendimentos variaram entre 1,64 e 2,67%, sendo o maior valor obtido na condição de 40 °C e 280 bar. A análise estatística indicou que a temperatura exerceu influência significativa sobre o rendimento do processo, enquanto a pressão e a interação entre as variáveis não apresentaram significância estatística dentro da faixa operacional investigada.

Para o R-134a pressurizado, os rendimentos variaram entre 3,97 e 4,80%, sendo o maior valor obtido a 60 °C e 280 bar. Diferentemente do observado para o CO₂, tanto a temperatura quanto a pressão apresentaram influência significativa sobre a eficiência da extração. Os resultados evidenciaram aumento dos rendimentos com a elevação simultânea dessas variáveis.

A comparação entre os solventes demonstrou que o R-134a apresentou desempenho superior ao CO₂ em todas as condições avaliadas. O maior rendimento obtido utilizando R-134a foi aproximadamente 80% superior ao maior rendimento observado para o CO₂ supercrítico, indicando maior eficiência na recuperação da fração oleosa das sementes de mucuna.

As curvas cinéticas mostraram comportamento típico de processos de extração sólido-fluido, caracterizado por rápida recuperação dos compostos extraíveis nos estágios iniciais do processo, seguida por redução gradual da taxa de extração até a aproximação do equilíbrio.

De modo geral, os resultados obtidos demonstram a viabilidade da utilização de fluidos pressurizados para a recuperação da fração oleosa das sementes de *Mucuna pruriens*. Dentro das condições investigadas, o R-134a pressurizado apresentou os melhores desempenhos de extração, constituindo uma alternativa promissora para aplicação em processos de obtenção de extratos lipídicos dessa matriz vegetal.

Como perspectivas para trabalhos futuros, recomenda-se a caracterização química dos extratos obtidos, a avaliação da composição em ácidos graxos e compostos bioativos, bem como a investigação de outras condições operacionais e solventes pressurizados visando ampliar o conhecimento sobre o potencial de aproveitamento da mucuna.

7. REFERÊNCIAS

BERNARDES, Nícolas Ramos. **Extração do óleo do caroço de azeitona verde, caroço de manga e semente de cereja, com CO₂ supercrítico**: um estudo do potencial para biocombustíveis. 2024. Trabalho de Conclusão de Curso (Bacharelado em Engenharia de Energia) – Faculdade de Engenharia e Ciências, Câmpus de Rosana, Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho” (UNESP), Rosana, SP, 2024.

BRUNNER, G. **Gas extraction**: an introduction to fundamentals of supercritical fluids and the application to separation processes. Darmstadt: Steinkopff; New York: Springer, 1994.

CHAÑI-PAUCAR, L. O.; OSORIO-TOBÓN, J. F.; JOHNER, J. C. F.; MEIRELES, M. A. A. A comparative and economic study of the extraction of oil from Baru (*Dipteryx alata*) seeds by supercritical CO₂ with and without mechanical pressing. **Heliyon**, v. 7, n. 1, e05971, 2021. DOI: 10.1016/j.heliyon.2021.e05971.

CHIKAGWA-MALUNGA, S. K.; ADESOGAN, A. T.; SALAWU, M. B.; SZABO, N. J.; LITTELL, R. C.; KIM, S. C.; PHATAK, S. C. Nutritional characterization of *Mucuna pruriens*: I. In vitro ruminal fluid fermentability of *Mucuna pruriens*, *Mucuna* L-DOPA and soybean meal incubated with or without L-DOPA. **Animal Feed Science and Technology**, v. 148, n. 1, p. 51–67, 2009. DOI: 10.1016/j.anifeedsci.2008.03.005.

EZEAGU, I. E.; MAZIYA-DIXON, B.; TARAWALI, G. Seed characteristics and nutrient and antinutrient composition of 12 *Mucuna* accessions from Nigeria. **Tropical and Subtropical Agroecosystems**, v. 1, n. 2–3, p. 129–139, 2003.

EZEAGU, I. E.; GOPALAKRISHNA, A. G.; KHATOON, S. Fatty acid composition of oil from three *Mucuna* bean varieties from Nigeria: a short report. **Polish Journal of Food and Nutrition Sciences**, v. 14/55, n. 2, p. 151–152, 2005.

GARCIA, V. A. S.; CABRAL, V. F.; ZANOELO, E. F.; SILVA, C.; CARDOZO-FILHO, L. Extraction of *Mucuna* seed oil using supercritical carbon dioxide to increase the concentration of L-Dopa in the defatted meal. **The Journal of Supercritical Fluids**, v. 69, p. 75–81, 2012. DOI: 10.1016/j.supflu.2012.05.007.

GUO, T.; WAN, C.; HUANG, F. Extraction of rapeseed cake oil using subcritical R134a/butane: process optimization and quality evaluation. **Food Science & Nutrition**, v. 7, n. 11, p. 3570–3580, 2019. DOI: 10.1002/fsn3.1209.

KALIDASS, C.; MAHAPATRA, A. K. Evaluation of the proximate and phytochemical composition of an underexploited legume *Mucuna pruriens* var. *utilis*. **International Food Research Journal**, v. 21, n. 1, p. 303–308, 2014.

KUMAR, P.; SAHA, S. An updated review on taxonomy, phytochemistry, pharmacology and toxicology of *Mucuna pruriens*. **Journal of Pharmacognosy and Phytochemistry**, v. 2, n. 1, p. 306–314, 2013.

LOPES, Guilherme de Souza. **Estudo cinético da extração supercrítica com CO₂ do óleo da semente de amendoim**. 2022. Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação em Engenharia de Energia) – Universidade Estadual Paulista (UNESP), Campus Experimental de Rosana, Rosana, SP, 2022.

MUKHOPADHYAY, M. **Natural extracts using supercritical carbon dioxide**. Boca Raton: CRC Press, 2000.

MUSTAPA, A. N.; MANAN, Z. A.; AZIZI, C. Y. M.; SETIANTO, W. B.; OMAR, A. K. M. Effects of parameters on yield for sub-critical R134a extraction of palm oil. **Journal of Food Engineering**, v. 95, n. 4, p. 606–616, 2009.

PATHANIA, R.; CHATTERJEE, M.; SINGH, S.; ARORA, S.; KUMAR, A. An assessment of potential nutritive and medicinal properties of *Mucuna pruriens*: a natural food legume. **3 Biotech**, v. 10, 261, 2020. DOI: 10.1007/s13205-020-02253-x.

RAKOTOMAMONJY, Pierre et al. Exploring the Nutritional Potential, Adaptive Traits, and Resilience of Four *Mucuna Pruriens* Varieties against Malnutrition in Southern Madagascar amidst the Challenges of Global Climate Change. Budapest International Research in Exact Sciences (BirEx) **Journal**, Budapest, v. 7, n. 1, p. 1-14, jan. 2025. DOI: <https://doi.org/10.33258/birex.v7i1.8014>.

RAPINEL, V.; RAKOTOMANOMANA, N.; VALLAGEAS, A.; CRAVOTTO, G.; CHATAIGNER, I.; CHEMAT, F. Potentialities of using liquefied gases as alternative solvents to substitute hexane for the extraction of aromas from fresh and dry natural products. **Comptes Rendus Chimie**, v. 21, n. 6, p. 590–605, 2018. DOI: 10.1016/j.crci.2018.04.006.

REVERCHON, E.; DE MARCO, I. Supercritical fluid extraction and fractionation of natural matter. **The Journal of Supercritical Fluids**, v. 38, n. 2, p. 146–166, 2006. DOI: 10.1016/j.supflu.2006.03.020.

SATHIYANARAYANAN, L.; ARULMOZHI, S. *Mucuna pruriens* Linn.: a comprehensive review. **Pharmacognosy Reviews**, v. 1, n. 1, p. 157–162, 2007.

SOVOVÁ, H. Rate of the vegetable oil extraction with supercritical CO₂—I. Modelling of extraction curves. **Chemical Engineering Science**, v. 49, n. 3, p. 409–414, 1994. DOI: 10.1016/0009-2509(94)87012-8.

SOVOVÁ, H. Steps of supercritical fluid extraction of natural products and their characteristic times. **The Journal of Supercritical Fluids**, v. 66, p. 73–79, 2012. DOI: 10.1016/j.supflu.2011.11.004.

TURNER, C.; KING, J. W.; MATHIAS, P. M. 1,1,1,2-Tetrafluoroethane: from refrigerant and propellant to solvent. **Green Chemistry**, v. 8, n. 3, p. 203–212, 2006.