



**UNIVERSIDADE ESTADUAL PAULISTA
“JÚLIO DE MESQUITA FILHO”
Câmpus de Ilha Solteira**

PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA DOS MATERIAIS

MARCOS ANTONIO AVIBAR RUZZA

**Avaliação do rendimento e dos compostos bioativos das flores e folhas
de jambu (*Acmella oleracea*) extraídas com CO₂, 1,1,1,2-tetrafluoroetano
(R-134a) e propano**

**Ilha solteira – SP
2025**

MARCOS ANTONIO AVIBAR RUZZA

**Avaliação do rendimento e dos compostos bioativos das flores e folhas
de jambu (*Acmella oleracea*) extraídas com CO₂, 1,1,1,2-tetrafluoroetano
(R-134a) e propano**

Orientador: Prof. Dr. Leandro Ferreira Pinto

Dissertação de Mestrado apresentada à Faculdade de Engenharia - UNESP – Campus de Ilha Solteira, como parte dos requisitos necessários para obtenção do título de Mestre em Ciência dos Materiais.

**Ilha Solteira – SP
2025**

FICHA CATALOGRÁFICA
Desenvolvida pela Diretoria Técnica de Biblioteca e Documentação

R987a Ruzza, Marcos Antonio Avibar.
Avaliação do rendimento e dos compostos bioativos das flores e folhas de jambu (*Acmella oleracea*) extraídas com CO₂, 1,1,1,2-tetrafluoroetano (R-134a) e propano / Marcos Antonio Avibar Ruzza. -- Ilha Solteira: [s.n.], 2025
66 f. : il.

Dissertação (mestrado) - Universidade Estadual Paulista. Faculdade de Engenharia de Ilha Solteira. Área de conhecimento: Ciência e Engenharia e dos Materiais, 2025

Orientador: Leandro Ferreira Pinto
Inclui bibliografia

1. *Acmella oleracea*. 2. β -Amyrona. 3. Espilantol. 4. Acetato de β -amirina. 5. Propano. 6. CO₂, R-134A.

Elaborada por Raiane da Silva Santos - CRB-8/9999



UNIVERSIDADE ESTADUAL PAULISTA

Câmpus de Ilha Solteira

CERTIFICADO DE APROVAÇÃO


TÍTULO DA DISSERTAÇÃO: Avaliação do rendimento e dos compostos bioativos das flores e folhas de jambu (*Acmella oleracea*) extraídas com CO₂, 1,1,1,2-tetrafluoroetano (R-134a) e propano

AUTOR: MARCOS ANTONIO AVIBAR RUZZA


ORIENTADOR: LEANDRO FERREIRA PINTO

Aprovado como parte das exigências para obtenção do Título de Mestre em Ciência dos Materiais, área: Ciência e Engenharia dos Materiais pela Comissão Examinadora:


Prof. Dr. LEANDRO FERREIRA PINTO (Participação Presencial)
Departamento de Engenharia / UNESP / Câmpus de Rosana - FEC

Documento assinado digitalmente
 LEANDRO FERREIRA PINTO
Data: 22/12/2025 15:44:09-0300
Verifique em <https://validar.iti.gov.br>

Prof. Dr. ROGÉRIO FAVARETO (Participação Virtual) Campus
Rio Verde / Instituto Federal Goiano - IF Goiano

Documento assinado digitalmente
 ROGERIO FAVARETO
Data: 18/12/2025 15:55:58-0300
Verifique em <https://validar.iti.gov.br>

Dr. CARLOS TOSHIYUKI HIRANOBE (Participação Virtual)
Departamento de Engenharia de Energia / UNESP / Câmpus de Rosana - FEC

Documento assinado digitalmente
 CARLOS TOSHIYUKI HIRANOBE
Data: 19/12/2025 20:32:01-0300
Verifique em <https://validar.iti.gov.br>

Ilha Solteira, 08 de dezembro de 2025.

Resumo

O jambu (*Acmella oleracea*) é uma planta amazônica de interesse científico devido à presença de compostos bioativos, como espilantol, triterpenoides e ácidos graxos insaturados. Este trabalho comparou a eficiência de três fluidos pressurizados, dióxido de carbono (CO₂), 1,1,1,2-tetrafluoretano (R-134a) e propano (C₃H₈), na extração de óleo e compostos bioativos de folhas e flores de *A. oleracea*. As extrações ocorreram entre 35 e 60 °C e 8 a 20 MPa, permitindo avaliar o rendimento, o platô de extração e o perfil químico de cada fluido. O CO₂ apresentou rendimentos de 1,16 a 3,35 %, o R-134a de 1,90 a 2,35 % e o propano de 1,3 a 5,42 %, sendo este último o mais eficiente. A cinética indicou que o propano atingiu o platô mais rapidamente (≈35 min), seguido do R-134a (≈45 min) e do CO₂ (≈50 min). A análise por GC-MS revelou predominância de ácido linoleico (≈85 %) nos extratos obtidos com propano; ampla diversidade química e β-amirona (56,8 %) com CO₂; e maior seletividade para β-amirina acetato (≈70 %) com R-134a. Verificou-se que a pressão influenciou principalmente o desempenho do CO₂ e do propano, enquanto a temperatura afetou o R-134a. Os resultados demonstram o caráter complementar dos solventes e confirmam o potencial dos fluidos pressurizados como uma alternativa limpa e eficiente para obtenção de extratos vegetais, contribuindo para o aproveitamento sustentável do jambu e o fortalecimento da bioeconomia amazônica.

PALAVRAS-CHAVE: *Acmella oleracea*, β-Amyrona, Espilantol, Acetato de β-Amirina, Propano, CO₂, R-134a.

Abstract

Jambu (*Acmella oleracea*) is an Amazonian plant of scientific interest because of its bioactive compounds, such as spilanthol, triterpenoids, and unsaturated fatty acids. This study compared the efficiency of three pressurized fluids, carbon dioxide (CO₂), 1,1,1,2-tetrafluoroethane (R-134a), and propane (C₃H₈), for extracting oil and bioactive compounds from the leaves and flowers of *A. oleracea*. The extractions were conducted between 35 and 60 °C and 8 and 20 MPa, allowing for the evaluation of the yield, extraction plateau, and chemical profile for each fluid. CO₂ yielded 1.16%–3.35%, R-134a yielded 1.90%–2.35%, and propane yielded 1.3%–5.42%, with the latter being the most efficient. The kinetics showed that propane reached the plateau most quickly (≈35 min), followed by R-134a (≈45 min) and CO₂ (≈50 min). GC-MS analysis revealed the predominance of linoleic acid (≈85%) in extracts obtained with propane, broad chemical diversity and β-amyrone (56.8%) with CO₂, and greater selectivity for β-amyrin acetate (≈70%) with R-134a. It was observed that the pressure primarily influenced the performance of CO₂ and propane, whereas the temperature affected R-134a. The results demonstrate the complementary nature of the solvents and confirm the potential of pressurized fluids as a clean and efficient alternative for obtaining plant extracts, contributing to the sustainable utilization of jambu and strengthening the Amazonian bioeconomy.

KEYWORDS: *Acmella oleracea*, β Amyrone, Spilanthol, β-Amyrin acetate, Propane, CO₂, R-134a.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1. Jambu	15
Figura 2. Diagrama P x T do CO ₂	19
Figura 3. Curva de extração em três períodos.....	26
Figura 4. 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- recipiente coletor.....	34
Figura 5. Curvas cinéticas experimentais de extração de jambu utilizando CO ₂ supercrítico.	42
Figura 6. Diagrama de Pareto dos efeitos lineares na extração supercrítica de óleo de jambu com CO ₂	44
Figura 7. Superfície de resposta do rendimento de extração com CO ₂ supercrítico em função da temperatura e da pressão.....	44
Figura 8. Curvas cinéticas experimentais de extração de jambu utilizando R-134a pressurizado.....	46
Figura 9. Diagrama de Pareto dos efeitos lineares na extração de jambu com R 134a pressurizado.	47
Figura 10. Superfície de resposta do rendimento de extração com R 134a pressurizado em função da temperatura e da pressão.....	48
Figura 11. Curvas cinéticas de extração experimental de jambu utilizando propano pressurizado.	49
Figura 12. Diagrama de Pareto dos efeitos lineares para a extração de jambu utilizando propano pressurizado.....	51
Figura 13. Superfície de resposta do rendimento de extração com propano pressurizado em função da temperatura e da pressão.....	51

LISTA DE TABELAS

Tabela 1. Planejamento fatorial 3^2 (9 combinações [-1, 0, 1] e duas repetições no ponto central [0]).	38
Tabela 2. Planejamento fatorial 2^2 (4 combinações [-1, 1] e três repetições no ponto central [0]).	38
Tabela 3. Condições experimentais e rendimento de extração de jambu utilizando CO_2 supercrítico.	41
Tabela 4. Resultados da análise de variância para os extratos obtidos em delineamento fatorial 3^2 para a extração de jambu utilizando dióxido de carbono.	43
Tabela 5. Condições experimentais e rendimento de extração de jambu utilizando R 134a pressurizado.	45
Tabela 6. Resultados da ANOVA para extrações de jambu com R 134a utilizando delineamento fatorial 3^2 .	47
Tabela 7. Condições experimentais e dados de rendimento de extração para a recuperação de compostos do extrato de jambu utilizando propano pressurizado a uma taxa de fluxo constante de $2\text{-}3 \text{ mL min}^{-1}$.	49
Tabela 8. Resultados da ANOVA para extração de jambu com propano usando delineamento fatorial 2^2 .	50
Tabela 9. Perfil químico dos extratos de jambu obtidos com CO_2 supercrítico, R 134a pressurizado e propano, expresso em área relativa de pico (%).	52

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO	10
2. REVISÃO DE LITERATURA.....	13
2.1. Compostos bioativos em plantas medicinais	13
2.2. Jambu (<i>Acmella oleracea</i>)	15
2.3. Compostos bioativos do jambu	16
2.4. Fluidos pressurizados e supercríticos	18
2.5. Definição e propriedades fundamentais.....	19
2.6. Principais fluidos utilizados em tecnologia de extração	20
2.6.1. Dióxido de carbono supercrítico	20
2.6.2. R-134a pressurizado	21
2.6.3. Propano pressurizado	22
2.7. Extração com fluido pressurizado e supercrítico.....	23
2.8. Trabalhos relacionados ao jambu	26
3. OBJETIVOS	29
3.1. Objetivo geral	29
3.2. Específico.....	29
4. MATERIAL E MÉTODOS.....	30
4.1. Pré-tratamento e condicionamento das matrizes	30
4.2. Aparato e procedimento experimental	32
4.3. Planejamento experimental	37
4.4. Cálculo dos rendimentos da extração.....	38
4.5. Caracterização do óleo.....	39
5. RESULTADOS E DISCUSSÃO.....	41
5.1. Extração com CO ₂ supercrítico	41
5.2. Extração com R-134a pressurizado.....	45
5.3. Extração com propano pressurizado	48
5.4. Componentes dos extratos	52
5.5. Discussão Comparativa dos Resultados de Extração.....	54
6. CONCLUSÃO	58
7. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	59

1. INTRODUÇÃO

O jambu (*Acmella oleracea*) é uma planta da Amazônia valorizada por sua diversidade de compostos bioativos, principalmente as alquilamidas, como o espilantol, além de terpenoides e frações lipídicas [1,2]. O perfil fitoquímico do jambu, particularmente o seu teor de espilantol, evidencia o potencial da espécie para aplicação em produtos dermocosméticos, nutracêuticos e formulações tópicas [3]. Suas aplicações exploram tanto os atributos sensoriais característicos da planta quanto as propriedades anti-inflamatórias e antioxidantes já documentadas [4,5]. Essa bioatividade está alinhada às tendências de consumo que priorizam o uso de ingredientes naturais em formulações de produtos, especialmente no setor cosmético [6,7]. Para transformar esse potencial em produtos padronizados e seguros, é essencial empregar métodos de extração capazes de preservar moléculas termossensíveis e oferecer seletividade para as classes de compostos de interesse, assegurando rendimento elevado e reprodutibilidade [8].

As tecnologias baseadas em fluidos pressurizados, em especial o dióxido de carbono supercrítico, surgem como alternativas maduras e ambientalmente favoráveis em relação aos métodos de extração convencionais [7]. O dióxido de carbono em estado supercrítico destaca-se como solvente por sua capacidade de preservar compostos sensíveis ao calor e por permitir a extração seletiva em faixas de temperatura e pressão controladas. Esse comportamento se deve à possibilidade de ajuste da densidade do fluido, que possibilita selecionar compostos de maior massa molar e menor polaridade, características comuns à matriz do jambu [5]. Estudos recentes demonstraram que a extração supercrítica com dióxido de carbono melhora significativamente tanto o rendimento quanto a qualidade

dos constituintes bioativos obtidos, principalmente em pressões entre 10 e 40 MPa e temperaturas de 30 a 80 °C [2].

Solventes alternativos, como o propano e o 1,1,1,2-tetrafluoreetano (R-134a), também merecem destaque nas pesquisas sobre extração vegetal. O propano apresenta elevada afinidade por lipídios e opera sob condições mais brandas de temperatura e pressão, possibilitando extrações rápidas com menor degradação térmica e boas taxas de recuperação [8]. Já o R-134a, embora menos comum, possui baixa toxicidade e pode ser empregado em pressões moderadas, o que o torna promissor para extração de compostos sensíveis com menor impacto ambiental [4]. Estudos recentes reforçam que o uso combinado de diferentes tipos de solventes pressurizados pode proporcionar perfis composicionais complementares em extratos vegetais, ampliando a gama de aplicações possíveis [6].

Apesar dos avanços na área de extração por fluidos pressurizados, ainda são escassos os estudos que tenham comparado, em um mesmo delineamento experimental, o dióxido de carbono supercrítico, o R-134a e o propano, especialmente considerando três dimensões críticas do processo: o rendimento total, a cinética de extração e a composição química dos extratos [7,8]. Essa carência de análises comparativas limita o desenvolvimento de processos racionais de obtenção de extratos com perfis químicos distintos, como extratos multifuncionais que reúnam alquilamidas e triterpenoides, ou frações lipídicas insaturadas indicadas para formulações emolientes [2,3].

Diante dessa lacuna, a presente dissertação tem como objetivo avaliar de forma comparativa o processo de extração de *Acmella oleracea* empregando dióxido de carbono supercrítico, propano pressurizado e R-134a.

A pesquisa investigou as condições de temperatura e pressão e seus efeitos sobre o rendimento e a cinética de extração, bem como realizou a caracterização química detalhada dos extratos por cromatografia gasosa acoplada à espectrometria de massas (GC-MS). Esses resultados permitem compreender não apenas a influência das variáveis operacionais, mas também os perfis químicos específicos de cada solvente, que se mostraram complementares: o dióxido de carbono produziu extratos multifuncionais com mistura equilibrada de alquilamidas e triterpenoides, o propano promoveu a extração concentrada de lipídios e o R-134a evidenciou seletividade para compostos triterpênicos.

Este estudo busca contribuir para o avanço de processos mais eficientes e sustentáveis na obtenção de extratos vegetais. Ao integrar tecnologias avançadas de extração, como os fluidos supercríticos, a pesquisa também visa ampliar o conhecimento sobre o uso de recursos regionais no desenvolvimento de soluções inovadoras para as indústrias farmacêutica, cosmética e nutracêutica.

2. REVISÃO DE LITERATURA

2.1. Compostos bioativos em plantas medicinais

O reino vegetal representa a fonte mais diversificada de compostos químicos orgânicos conhecidos, sendo responsável pela produção da maioria das substâncias orgânicas com atividade biológica ou farmacológica. Produtos naturais são compostos químicos ou substâncias produzidas na natureza que, geralmente, possuem atividade biológica ou farmacológica relevante, constituindo a base para o desenvolvimento de grande parte dos medicamentos utilizados na medicina moderna [9].

Segundo a Agência Nacional de Vigilância Sanitária (ANVISA), plantas são denominadas medicinais quando possuem substâncias ou classes de substâncias com ação terapêutica comprovada [10]. As ações medicinais e terapêuticas são dependentes da presença de compostos bioativos conhecidos como metabólitos secundários, que são compostos orgânicos que não estão diretamente envolvidos nos processos de crescimento, desenvolvimento e reprodução dos organismos. A variedade e a complexidade dos metabólitos secundários são conseqüentes de milhões de anos de evolução, atingindo uma ampla gama de formas de proteção e resistência a fatores bióticos (herbívoros, patógenos, competidores) e abióticos (radiação UV, estresse hídrico, temperatura, salinidade) [11].

De acordo com Croteau et al. (2015) [12], uma das classificações mais amplamente aceitas divide os compostos bioativos em três grandes categorias baseadas em suas rotas biossintéticas e estruturas químicas fundamentais: terpenos ou isoprenoides (aproximadamente 25.000 tipos conhecidos), alcaloides (aproximadamente 12.000 tipos) e compostos fenólicos

(aproximadamente 8.000 tipos). Os terpenos são derivados da via do mevalonato (MVA) e da via do metil-eritritol-fosfato (MEP), sendo construídos a partir de unidades de isopreno. Os alcaloides são compostos nitrogenados básicos, geralmente heterocíclicos, biossintetizados a partir de aminoácidos, apresentando potente atividade farmacológica devido à interação com receptores e enzimas do sistema nervoso. Os compostos fenólicos são derivados principalmente da via do ácido chiquímico e da via fenilpropanoide, incluindo flavonoides, taninos e ácidos fenólicos [12].

Compostos bioativos encontrados em diversas variedades de matrizes vegetais, tais como sementes, folhas, frutos, raízes, flores e cascas, são atualmente usados nas indústrias farmacêuticas, de cosméticos e de alimentos [13]. Para a obtenção eficiente de compostos bioativos, a extração e a recuperação da matriz sólida podem ser conceitualizadas em três etapas fundamentais de transferência de massa: dessorção do soluto da matriz e sua solubilização no solvente, difusão interna do soluto através da fase sólida até a superfície das partículas, e difusão externa do soluto através do filme líquido estagnado que envolve as partículas até o seio da fase líquida móvel [14].

A quantidade e a composição do extrato dependem criticamente do tipo de solvente utilizado, tempo e temperatura de extração, método de extração empregado, razão solvente-amostra e características intrínsecas da matriz vegetal. Um bom solvente de extração deve apresentar baixa toxicidade, baixo ponto de ebulição, alta transferência de massa do soluto, facilidade na recuperação e capacidade de preservar as características estruturais e funcionais dos compostos bioativos termossensíveis [15].

2.2. Jambu (*Acmella oleracea*)

O jambu (*Acmella oleracea*), Figura 1, pertencente à família Asteraceae, é uma planta amplamente reconhecida por suas várias propriedades medicinais e nutricionais, além de sua importância econômica nas regiões tropicais e subtropicais, especialmente na Amazônia. Sua morfologia, caracterizada por um porte baixo e inflorescências amarelas, facilita sua identificação e cultivo [16].

Figura 1. Jambu



O jambu é amplamente utilizado tanto na culinária quanto na medicina tradicional, onde suas folhas e flores são empregadas em infusões para o tratamento de diversas afeções [16,17]. Essa planta é adaptável a diversos tipos de solo e condições climáticas, o que potencializa sua distribuição e cultivo em larga escala [18].

Do ponto de vista socioeconômico, o cultivo do jambu oferece benefícios significativos para as comunidades amazônicas, servindo como uma fonte de renda e promovendo a integração da conservação da biodiversidade com o

desenvolvimento regional [18]. Iniciativas voltadas para o cultivo sustentável reforçam não apenas a utilização responsável dos recursos naturais, mas também a valorização de espécies endêmicas como *Acmella oleracea* na bioeconomia [19].

Em síntese, o jambu desponta como uma planta de alta relevância científica e econômica. Suas múltiplas aplicações em cosméticos, farmacêuticos e na culinária, aliadas a um perfil fitoquímico com propriedades benéficas reconhecidas, estabelecem uma base sólida para o desenvolvimento de produtos inovadores e sustentáveis [17,20]. A continuidade da pesquisa sobre os mecanismos de ação e a razão de sua eficácia pode abrir novas fronteiras para o uso dessa planta multifuncional.

2.3. Compostos bioativos do jambu

Os óleos essenciais e compostos bioativos extraídos da planta Jambu (*Acmella oleracea*) têm se mostrado cruciais no desenvolvimento de produtos farmacêuticos e cosméticos, devido às suas notáveis propriedades terapêuticas. Os principais compostos voláteis presentes nos óleos essenciais do Jambu incluem terpenos e metabólitos secundários, como o beta-cariofileno, limoneno, mirceno e germacreno D. O beta-cariofileno é um sesquiterpeno com reconhecidas propriedades anti-inflamatórias e analgésicas, sendo frequentemente utilizado em formulações tópicas para alívio de dores musculares e articulares [21]. O limoneno, um monoterpene, exibe propriedades antioxidantes e antimicrobianas, sendo também aplicado em cosméticos, enquanto o mirceno e germacreno D são valorizados por suas atividades anti-inflamatórias [3].

Além dos terpenos, o Jambu é rico em compostos fenólicos, como o ácido cafeico e o ácido ferúlico, que se destacam pela proteção contra o estresse oxidativo, essencial na formulação de produtos antienvhecimento. Esses compostos desempenham um papel vital na neutralização de radicais livres, contribuindo para a manutenção da saúde da pele [22]. O ácido cafeico, em particular, é conhecido por seus potenciais benefícios terapêuticos, embora sua aplicação específica em cosméticos ainda exija mais estudos [23].

O espilantol, uma alcanida presente em alta concentração nas flores e folhas do Jambu, é um dos compostos bioativos mais estudados e relevantes. Este composto possui propriedades anestésicas e é amplamente utilizado na indústria cosmética em cremes antienvhecimento, além de ser investigado na farmacologia para o alívio de dores musculares e no tratamento de infecções bacterianas e fúngicas [24]. Outro grupo importante de compostos bioativos são os flavonoides, como a quercetina e o kaempferol, que possuem atividades antioxidantes, anti-inflamatórias e antimicrobianas, sendo utilizados em cosméticos para tratar acne e outras condições da pele [22].

Os ácidos graxos essenciais, como o ácido linoleico e o ácido oleico, presentes no Jambu, também desempenham um papel fundamental na saúde da pele. O ácido linoleico é conhecido por fortalecer a barreira cutânea, enquanto o ácido oleico é utilizado em produtos hidratantes que promovem a regeneração celular [25]. A combinação destes compostos bioativos destaca o Jambu como uma fonte valiosa para o desenvolvimento de produtos inovadores e sustentáveis.

A valorização do Jambu não é apenas relevante para suas aplicações industriais, mas também para o desenvolvimento socioeconômico das regiões

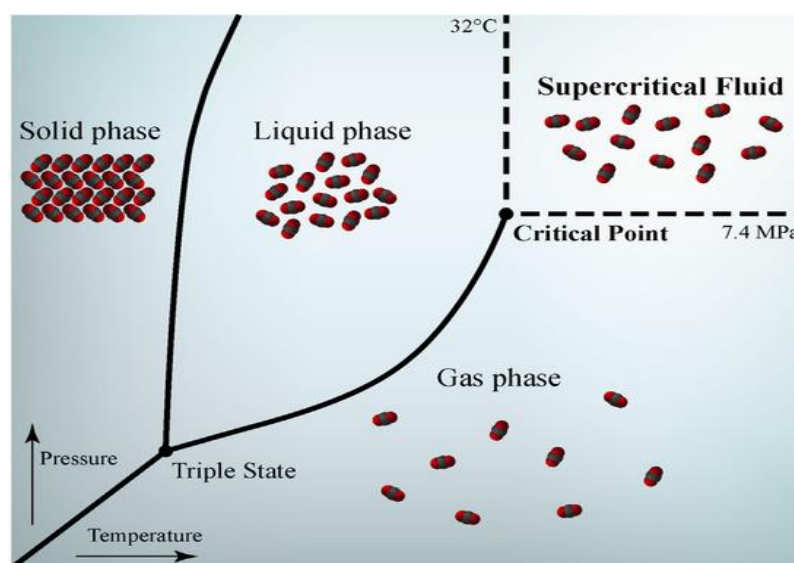
onde é plantado. O cultivo sustentável desta planta pode contribuir para a preservação da biodiversidade amazônica e abrir novas perspectivas para a aplicação de seus extratos em medicamentos, cosméticos e alimentos funcionais [26]. A pesquisa contínua sobre métodos de extração e o potencial farmacológico dos compostos do Jambu é vital para a ampliação de suas aplicações e para o suporte ao cultivo responsável desta planta [27].

Portanto, os óleos essenciais e os compostos bioativos do Jambu revelam-se como recursos naturais de grande relevância científica e industrial, com uma composição química diversificada e propriedades terapêuticas robustas, representando uma oportunidade promissora para a inovação nos setores farmacêutico e cosmético, além de um potencial significativo para a valorização econômica das comunidades locais.

2.4. Fluidos pressurizados e supercríticos

A utilização de fluidos supercríticos (FS) tem se destacado nas ciências dos alimentos e na extração de compostos bioativos devido à sua capacidade de combinar características de líquidos e gases, resultando em métodos eficientes e sustentáveis para a extração e purificação de substâncias [28].

A definição de um fluido supercrítico é a condição em que uma substância está acima de sua temperatura crítica e pressão crítica (Figura 2), levando a uma fase que não se enquadra nos tradicionais estados sólido, líquido ou gasoso [29]. Essas condições permitem que os fluidos supercríticos penetrem em estruturas sólidas, como matrizes vegetais, otimizando a extração de compostos como óleos essenciais, antioxidantes e fragrâncias, obtendo rendimento superior ao de métodos convencionais de extração [28].

Figura 2. Diagrama P x T do CO₂.

Fonte: Adaptado de Brunner (2005) [28].

2.5. Definição e propriedades fundamentais

Um fluido supercrítico apresenta uma série de propriedades que o tornam único. Entre elas, destacam-se a baixa viscosidade, a alta difusividade e a densidade ajustável por meio de variações de pressão e temperatura [30]. Essa versatilidade de ajuste é crucial para otimizar a extração de diferentes compostos bioativos, uma vez que pequenas alterações nas condições operacionais podem resultar em mudanças significativas na seletividade do solvente para substâncias de diferentes polaridades [31]. A manipulação desses parâmetros termodinâmicos é um diferencial importante, visto que permite a máxima recuperação de compostos de interesse sem a necessidade de mudança de fase, facilitando a operação e reduzindo custos [32].

Esses fluidos se tornam especialmente atraentes para a indústria, pois suas condições de operação eliminam etapas de purificação e a redução de solventes residuais, frequentemente necessárias em métodos de extração tradicionais, aumentando a eficiência econômica e a segurança do processo. A

literatura tem identificado diferentes fluidos supercríticos para extração, sendo o CO₂ o mais utilizado devido à sua eficácia e segurança ambiental, mas também há um crescente interesse por outros fluidos como propano e R-134a, que oferecem características específicas para a extração de compostos [33].

2.6. Principais fluidos utilizados em tecnologia de extração

O dióxido de carbono (CO₂) é indiscutivelmente o fluido supercrítico mais utilizado na indústria, devido às suas numerosas vantagens: é não tóxico, de baixo custo e apresenta uma pressão crítica de 7,38 MPa e temperatura crítica de 31,1 °C, tornando-o ideal para a extração de compostos bioativos que não suportam altas temperaturas [34] (Chen et al., 2022). Sua natureza apolar limita a extração de compostos polares, como polifenóis, mas isso pode ser contornado com a adição de co-solventes [31].

Além do CO₂, fluidos como R-134a e propano estão sendo cada vez mais considerados. O R-134a apresenta características que permitem uma maior seletividade para compostos polares, e sua operação em condições de pressão mais baixas pode favorecer a redução de custos [32]. O propano, por sua vez, tem sido efetivo na extração de lipídios e compostos lipofílicos, oferecendo a vantagem de operar sob pressões menores e com menos exigências em termos de equipamento, mas exigindo cuidados adicionais em razão de sua inflamabilidade [35].

2.6.1. Dióxido de carbono supercrítico

O CO₂ se destaca por sua versatilidade e eficácia na extração de uma ampla gama de compostos bioativos, particularmente aqueles que são

termicamente sensíveis. Sua inércia química, ausência de odor e sabor, e a facilidade de remoção após a extração tornam-no uma opção altamente preferida nas indústrias alimentícia, farmacêutica e cosmética [34]. A extração supercrítica com CO₂ tem se mostrado eficaz na coleta de óleos essenciais, antioxidantes naturais, pigmentos e outros compostos bioativos sem degradá-los [36].

No entanto, a natureza apolar do CO₂ torna desafiante a extração de compostos mais polares, como ácidos graxos livres e polifenóis [37]. A solução frequentemente adotada é a utilização de co-solventes que, em concentrações moderadas, alteram a polaridade do sistema, melhorando a recuperação de compostos polares [38]. No contexto específico da extração de *Acmella oleracea*, o CO₂ supercrítico apresenta potencial único para a obtenção de compostos bioativos multifuncionais, como triterpenoides e alquilamidas, onde a capacidade do CO₂ de ajustar seletivamente as condições de extração é vantajosa para maximizar a recuperação de frações desejadas, conforme as necessidades específicas de cada aplicação [39].

2.6.2. R-134a pressurizado

O 1,1,1,2-tetrafluoreetano, ou R-134a, tem mostrado crescente interesse como um solvente alternativo para a extração de produtos naturais, especialmente em aplicações que exigem maior seletividade [40]. A polaridade moderada do R-134a possibilita a extração eficiente de compostos como ácidos graxos livres e tocoferóis que não são bem dissolvidos no CO₂ [41]. A operação em pressões mais baixas aumenta a viabilidade econômica, resultando em menores custos energéticos e menores exigências para a

instalação de equipamentos [42].

Além disso, o uso do R-134a tem demonstrado altos rendimentos na extração de lipídios, como observado em estudos que comparam suas propriedades de extração com fluidos tradicionais [43]. A extração com R-134a se revelou eficaz na obtenção de compostos bioativos, apresentando resultados promissores em comparação a outros solventes [44]. Contudo, a aplicação do R-134a em extrações ainda é limitada na literatura quando comparado ao CO₂ [8]. O potencial do R-134a na extração de *Acmella oleracea* é significativo, especialmente para a recuperação seletiva de compostos de interesse farmacêutico e cosmético [45].

2.6.3. Propano pressurizado

O propano tem sido avaliado como uma alternativa viável em processos de extração, particularmente pela sua eficiência na solvatação de substâncias lipofílicas [30,40]. Operando sob pressões mais baixas, o propano apresenta vantagens operacionais, como a redução nos custos de energia e a demanda por equipamento menos robusto em comparação com o CO₂ [30,39]. Com eficiência comparável na extração de frações lipídicas, o propano é uma opção atraente para a indústria em busca de métodos de extração mais econômicos.

Entretanto, a inflamabilidade do propano exige protocolos de segurança rigorosos, o que pode ser um empecilho para sua utilização em certas aplicações industriais [46]. A investigação sobre a aplicação do propano na extração de *Acmella oleracea* justifica-se pela oportunidade de otimização na extração de frações de alta qualidade e pela oportunidade de ampliar o conhecimento sobre alternativas sustentáveis e de baixo custo em tecnologias

de extração [47].

2.7. Extração com fluido pressurizado e supercrítico

A extração com fluidos pressurizados considera os mesmos parâmetros operacionais de transferência de massa (propriedades físico-químicas do solvente/soluto, substâncias, regime de fluxo, efeito de mistura, solubilidade, afinidade química, entre outros) de um processo de extração convencional [48,49]. No entanto, devido às suas características, o fluido supercrítico (ou pressurizado) adquire uma densidade similar à de um líquido e simultaneamente uma compressibilidade próxima a de um gás [50]. Adicionalmente, o fluido em condições supercríticas possui um maior poder de solvatação que ocasiona uma alta permeação do fluido na amostra, aumentando a probabilidade de uma extração completa [51,52]. A elevada taxa de transferência de massa dos solutos no fluido, devido a maior difusividade, menor viscosidade e menor tensão superficial em relação ao solvente líquido, faz dos fluidos supercríticos um meio de processamento adequado para técnicas de extração e separação [53,54].

As motivações para o desenvolvimento da tecnologia de extração supercrítica e pressurizada residem nos seguintes fatos: (1) aumento acentuado no custo de energia das técnicas tradicionais de separação; (2) maior controle e regulamentação governamental dos solventes industriais comuns; (3) legislações de controle de poluição mais severas; e (4) aumento das exigências do desempenho dos processos de separação [55].

Uma vantagem da extração com fluido supercrítico e pressurizado é a possibilidade de fácil recuperação do solvente após o processo de extração,

apenas pelo ajuste da pressão e/ou temperatura, podendo o mesmo ser continuamente reciclado. Isto elimina uma das etapas mais dispendiosas dos processos de extração convencionais que é a separação do produto extraído do solvente orgânico [48,51,56].

A extração é realizada pelo contato contínuo do substrato sólido com o solvente supercrítico ou pressurizado. Na maioria dos casos o substrato sólido forma um leito fixo. O fluido atravessa o leito fixo e extrai os componentes do produto com os quais tem mais afinidade até o esgotamento do substrato. A extração a gás de sólidos consiste em duas etapas de processo: 1) extração; 2) separação do extrato do solvente.

Na extração supercrítica o solvente supercrítico flui através de um leito fixo de partículas sólidas e dissolve os componentes extraíveis do sólido. O solvente é alimentado no extrator e distribuído uniformemente na entrada do leito fixo. O solvente carregado de soluto é removido do extrator e levado ao separador (separação). A concentração dos compostos extraídos aumenta na direção do fluxo no fluido supercrítico e no material sólido [48,49,51,55].

As curvas de extração são determinadas pela massa de extrato ou pelo rendimento em função do tempo ou da massa de solvente utilizada [50]. O estudo das curvas de extração supercrítica permite a determinação dos parâmetros de processo como: tempo total de extração, caracterização das diferentes etapas da extração que serão posteriormente empregadas para a determinação do rendimento global de extração, determinação da solubilidade e modelagem da transferência de massa do sistema [48].

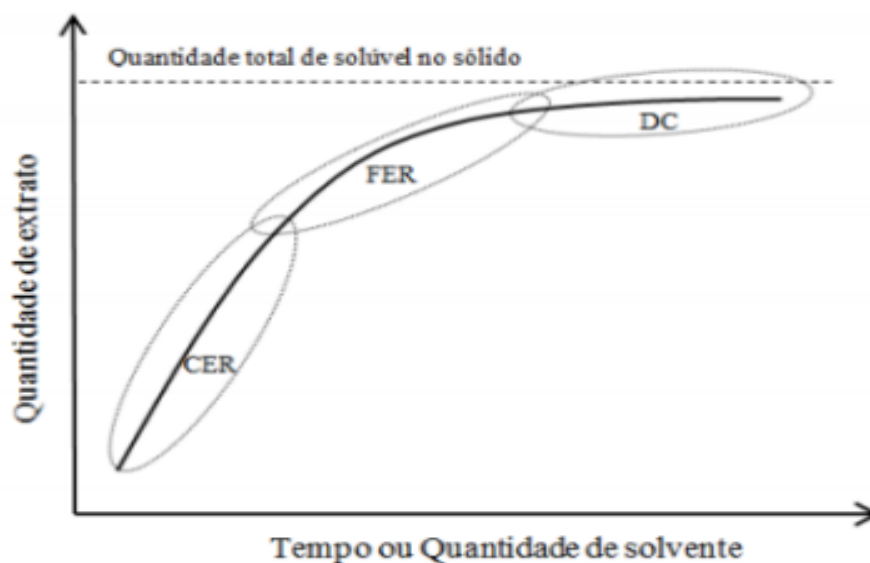
As curvas globais de extração expressam o comportamento cinético de um determinado processo de extração, onde a quantidade de extrato coletada

durante o processo é plotada em função do tempo ou da quantidade de solvente utilizada [57,58]. O estudo da curva de extração auxilia na definição do volume do extrator, da vazão requerida dos solventes para a taxa de extração desejada [59] e para obtenção de parâmetros como: tempo mínimo de extração, caracterização das etapas de extração, determinação da solubilidade e modelagem da transferência de massa do sistema [60], que fornecem informações importantes relativas ao dimensionamento industrial de uma unidade de extração com fluido supercrítico.

As curvas de extração podem ser divididas em três etapas, conforme Figura 3, controlados por diferentes mecanismos de transferência de massa [61–63]:

- i)* Período de taxa constante de extração (CER - Constant Extraction Rate Period), onde a superfície externa do sólido está completamente coberta pelo soluto, representa a extração de substratos que são de fácil acesso ao solvente. O solvente retira esta camada superficial em um processo de transferência de massa majoritariamente influenciada pelo efeito convectivo.
- ii)* Período de taxa decrescente de extração (FER - Falling Extraction Rate Period), onde aparecem falhas nas camadas superficiais de soluto que recobrem o sólido;
- iii)* Período de taxa de extração controlada pela difusão (DC - Diffusion Controlled), onde ocorre a difusão da mistura soluto/solvente no sólido, ou retirada do soluto que está na parte interna da partícula.

Figura 3. Curva de extração em três períodos



Fonte: Adaptado de Favareto [64]

A otimização do processo de extração supercrítica ou com fluidos pressurizados requer o conhecimento de dados termodinâmicos (solubilidade e seletividade) e de valores cinéticos (coeficientes de transferência de massa).

2.8. Trabalhos relacionados ao jambu

A extração supercrítica de compostos bioativos de *Acmella oleracea*, ou jambu, tem evidenciado um crescimento significativo na pesquisa e na aplicação industrial, com foco especial no espilantol, um composto notável com diversas propriedades bioativas. A técnica de extração utilizando dióxido de carbono (CO_2) é frequentemente utilizada devido à sua eficiência e sustentabilidade.

O trabalho de Barbosa et al. (2016) [65] fornece uma análise detalhada da extração supercrítica, ressaltando que a técnica pode resultar em rendimentos de espilantol que variam de 0,31% a 1,07%, dependendo das

condições de armazenamento e do método de secagem utilizado para o jambu [66]. Essa variação indica que fatores como temperatura e tempo de armazenamento são cruciais para preservar os compostos bioativos durante o processamento.

Além desse estudo, outros pesquisadores também abordaram a eficiência da extração supercrítica de espilantol. O estudo de Silva et al. (2025) [66] destacou que a extração supercrítica pode gerar um rendimento total de 9,72% do extrato, com um impressionante 25,91% de espilantol na composição do extrato [21]. Esta alta porcentagem ilustra não apenas a potencialidade do CO₂ supercrítico na recuperação de espilantol, mas também o efeito positivo de condições operacionais otimizadas, como pressão e temperatura.

Adicionalmente, um estudo conduzido por Gerbino et al. (2016) [67] obteve rendimentos de até 2,60% com CO₂ supercrítico, reforçando a eficácia dessa técnica na recuperação de compostos altamente desejáveis. Os autores também estudaram como diferentes condições de armazenamento afetam o teor de espilantol, observando que extratos de jambu mantidos sob condições ideais preservam melhor os bioativos ao longo do tempo.

A literatura também sugere novas abordagens na utilização de fluidos supercríticos alternativos. Alperth et al. (2024) [68] investigou o uso de solventes eutéticos naturais (NADES) na extração de espilantol, oferecendo uma comparação interessante com os métodos clássicos de extração (Barbosa et al., 2017) [2]. Embora os rendimentos exatos de espilantol não tenham sido quantificados neste estudo, a busca por técnicas alternativas para a extração de compostos bioativos é um campo promissor.

Recentes investigações forneceram dados adicionais sobre a eficácia do

espilantol em contextos terapêuticos, indicando o seu potencial em estudos clínicos para o tratamento de condições específicas, mas sem quantificar diretamente os rendimentos de extração [67]. Além disso, a pesquisa continuada, como sugerida por Sampaio et al. (2024) [69], indica que a manipulação de variáveis nutricionais pode afetar tanto a biomassa quanto o conteúdo de espilantol em jambu, sugerindo caminhos para otimização futura.

3. OBJETIVOS

3.1. Objetivo geral

Avaliar a eficiência da extração de óleo das folhas e flores do Jambu (*Acmella oleracea*) utilizando fluidos pressurizados (CO₂, R-134a e propano), com foco na análise comparativa de rendimentos, composição química e viabilidade técnica, visando aplicações nas indústrias farmacêutica, cosmética e nutracêutica.

3.2. Específico

- i) Determinar os rendimentos de extração de óleo das folhas e flores do Jambu utilizando os três fluidos pressurizados (CO₂, R-134a e propano), sob diferentes condições de temperatura e pressão, avaliando a influência desses parâmetros no processo.
- ii) Avaliar as cinéticas de extração para cada fluido, identificando o tempo necessário para alcançar o rendimento máximo e compreendendo a dinâmica do processo de extração.
- iii) Analisar a composição química dos óleos extraídos, com ênfase na identificação de compostos bioativos, como espilantol, flavonoides, terpenos e outros componentes de interesse industrial e terapêutico.
- iv) Comparar a eficiência dos fluidos pressurizados em termos de seletividade, rendimento e viabilidade técnica, considerando as propriedades físico-químicas de cada fluido, como polaridade, solubilidade e impacto ambiental.

- v) Contribuir para o desenvolvimento de processos mais sustentáveis e eficientes para a obtenção de extratos vegetais, promovendo a valorização de uma planta nativa e subutilizada, com potencial para aplicações de alto valor agregado nas indústrias farmacêutica, cosmética e nutracêutica.

4. MATERIAL E MÉTODOS

A abordagem experimental compreende procedimentos e testes que objetivam à obtenção otimizada de compostos ativos com potenciais terapêuticos de jambu (*Acmella oleracea*) mediante extração com dióxido de carbono (CO₂), R-134a e propano. O processo utilizado nesta pesquisa fundamenta-se em rotas já estabelecidas na literatura científica para fluidos pressurizados [70–72].

4.1. Pré-tratamento e condicionamento das matrizes

O pré-tratamento e o condicionamento das matrizes vegetais constituem etapas fundamentais para a extração, uma vez que a eficiência do processo depende diretamente da qualidade e da padronização do material de partida. Essas etapas visam garantir que o material vegetal esteja em condições adequadas para maximizar a transferência de massa durante a extração, minimizando interferências relacionadas ao teor de umidade excessivo, tamanho inadequado de partículas e degradação de compostos bioativos.

As folhas e flores de jambu (*Acmella oleracea*) foram obtidas da região do Pontal do Paranapanema, São Paulo, Brasil. Após a coleta, as amostras foram transportadas em condições adequadas para o laboratório, onde foram imediatamente processadas para evitar degradação.

As amostras foram submetidas a uma etapa inicial de limpeza para remoção de impurezas, materiais estranhos, folhas danificadas, sementes quebradas ou deterioradas, seguida de secagem em estufa com circulação forçada de ar a 60 °C por 72 horas até atingir massa constante. Este método de secagem é reconhecido por reduzir eficientemente o teor de umidade enquanto preserva compostos termossensíveis e minimiza perdas por volatilização e oxidação [73,74].

Após a secagem, o material foi moído em liquidificador de bancada com lâminas de aço inoxidável operando em pulsos de 10 segundos com intervalos de 5 segundos para evitar aquecimento excessivo do material por atrito. O material moído foi então peneirado em peneiras de aço inoxidável W.S. Tyler® para selecionar partículas com diâmetro médio de aproximadamente 1,0 mm (correspondente à abertura de malha de 16 mesh - Tyler). Esta granulometria foi selecionada porque favorece a transferência de massa reprodutível nas extrações em leito fixo, proporcionando um equilíbrio adequado entre área superficial disponível para contato com o solvente e resistência ao fluxo através do leito. Partículas muito pequenas (< 0,5 mm) podem causar compactação excessiva do leito e canalização preferencial do fluxo, enquanto partículas muito grandes (> 2 mm) reduzem a área superficial específica e aumentam as distâncias de difusão interna, prejudicando a eficiência da extração. As amostras preparadas foram armazenadas em sacos de polietileno, protegidas da luz e mantidas sob congelamento até o uso para evitar degradação e oxidação.

Após a caracterização física das matrizes vegetais (teor de umidade final e distribuição granulométrica), testes preliminares foram realizados na

unidade de extração supercrítica para avaliar a influência do tamanho das partículas no rendimento final da extração e estabelecer uma metodologia operacional padronizada. Estes testes utilizaram como referência a extração de sementes de mucuna (*Mucuna aterrima*), cujo comportamento de extração está bem documentado na literatura [70], permitindo validar o equipamento e os procedimentos experimentais através da comparação dos resultados obtidos com dados previamente publicados. Os gases utilizados neste estudo foram obtidos de diferentes fornecedores. O dióxido de carbono (99% em peso de pureza) foi obtido da Linde Gás (São Paulo, SP, Brasil), o propano (99% em peso de pureza) foi obtido da Nevada Refrigerants e o R-134a (99% em peso de pureza) foi obtido da Honeywell Genetron.

4.2. Aparato e procedimento experimental

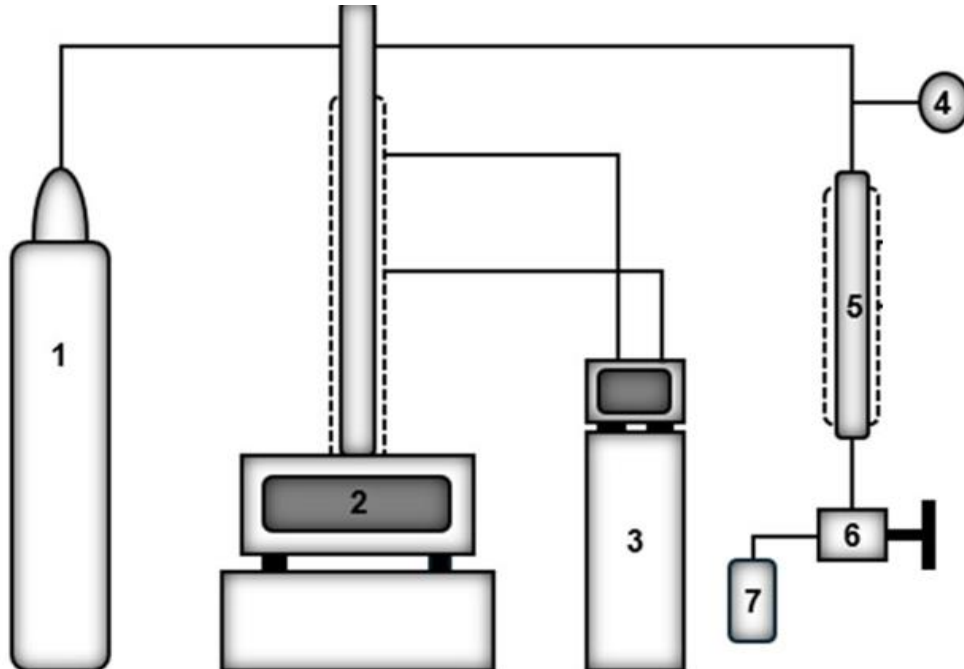
Os experimentos foram realizados em uma unidade de extração supercrítica em escala laboratorial presente no Laboratório de Tecnologia Supercrítica da UNESP, Campus Rosana. O aparato possui instrumentos para controlar variáveis importantes na extração com fluidos pressurizados e um leito fixo para condicionar a matriz vegetal.

O sistema experimental (Figura 4) é composto pelos seguintes componentes principais: (1) cilindro de gás de dióxido de carbono de alta pressão; (2) bomba seringa de alta pressão modelo ISCO 260 D (Teledyne ISCO, Lincoln, NE, EUA) com capacidade de 266 mL, faixa operacional de pressão de 0,1 a 51,7 MPa e vazão volumétrica controlável de 0,001 a 25 mL.min⁻¹, equipada com sistema de resfriamento da cabeça do pistão para garantir o recebimento de CO₂ no estado líquido do cilindro; (3) banho

termostático ultratermostatizado modelo TE-184 (Tecnal, Piracicaba, SP, Brasil) com controlador PID e precisão de $\pm 0,1$ °C, utilizado para controlar a temperatura da camisa da bomba seringa e garantir que o gás seja fornecido à pressão desejada no estado líquido; (4) extrator de aço inoxidável AISI 304 (material resistente à corrosão e adequado para aplicações alimentícias e farmacêuticas) com volume interno de aproximadamente 25 mL, diâmetro interno de 17 mm e comprimento de 200 mm, equipado com conexões tipo Swagelok de 1/8", rosqueado em ambas as extremidades e instalado verticalmente com fluxo ascendente de solvente e equipado com sistema de aquecimento em alumínio conectada a um controlador de temperatura; (5) manômetro de bourdon de alta precisão (0-60 MPa) instalado na linha de descarga da bomba para monitoramento da pressão do sistema; (6) válvula micrométrica de agulha de alta pressão (Parker Autoclave Engineers, Erie, PA, EUA) com cone de aço inoxidável para controle preciso da vazão e despressurização do sistema, envolvida por jaqueta de aquecimento em alumínio conectada a um controlador de temperatura para manter a válvula a 100 °C e prevenir condensação dos gases nas restrições e congelamento por expansão Joule-Thomson; (7) recipientes coletores de vidro âmbar com tampas rosqueadas para coleta dos extratos.

O sistema opera em modo contínuo com recirculação de gás, onde o solvente flui continuamente da bomba através do extrator e é despressurizado na válvula micrométrica, onde o gás retorna ao estado gasoso e os compostos extraídos são depositados no frasco coletor.

Figura 4. 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- recipiente coletor.



As etapas generalizadas do procedimento experimental padronizado são descritas em detalhes a seguir:

i) Preparação e carregamento do extrator: Uma massa conhecida de material vegetal preparado (aproximadamente 5,0 g, pesada em balança analítica com precisão $\pm 0,0001$ g) é inserida no extrator através da extremidade superior. O material é distribuído uniformemente ao longo do volume interno do extrator para formar um leito fixo homogêneo. O espaço vazio remanescente na célula de extração é preenchido com esferas de vidro borossilicato inertes (diâmetro 3-5 mm) que atuam como leito inerte, promovendo distribuição uniforme do fluxo de solvente

através da matriz vegetal e minimizando volumes “mortos” que poderiam comprometer a eficiência da extração.

ii) Estabilização térmica: A temperatura do extrator é controlada a partir de um sistema de aquecimento em alumínio (jaqueta térmica) conectada a um controlador de temperatura e resistências térmicas. A temperatura operacional desejada é previamente ajustada (conforme o planejamento experimental) e mantida por tempo suficiente para garantir equilíbrio térmico completo entre o extrator, o material vegetal e o meio circundante.

iii) Pressurização do sistema: Após estabilização térmica, a bomba seringa e o extrator são pressurizados simultaneamente de forma lenta e controlada até atingir a pressão operacional alvo (conforme o planejamento experimental). A pressurização simultânea é importante para minimizar gradientes de pressão entre a bomba e o extrator que poderiam causar fluxo descontrolado de solvente.

iv) Período de equilíbrio estático: Após atingir a pressão operacional alvo, o sistema é mantido em repouso (condição estática sem fluxo de solvente) por 30 minutos para permitir a estabilização completa dos gradientes de temperatura, pressão e concentração, e para garantir que o solvente supercrítico atinja saturação com os compostos mais acessíveis na superfície das partículas antes do início da extração dinâmica. Este período de equilíbrio é importante particularmente para

as primeiras frações extraídas, garantindo que a extração inicie em condições bem definidas e reproduzíveis.

v) *Extração dinâmica*: Após o período de equilíbrio, a extração dinâmica é iniciada acionando-se a bomba seringa para fornecer gás a uma vazão volumétrica constante de $2,5 \text{ mL}\cdot\text{min}^{-1}$. A vazão volumétrica é controlada automaticamente pela bomba seringa através de deslocamento linear do pistão a velocidade constante. O gás supercrítico atravessa o leito fixo de material vegetal em fluxo ascendente, dissolvendo os compostos extraíveis, e é posteriormente despressurizado na válvula micrométrica mantida a $100 \text{ }^\circ\text{C}$, onde ocorre expansão para o estado gasoso e deposição dos compostos extraídos no frasco coletor por precipitação.

vi) *Coleta fracionada dos extratos*: Os extratos são coletados em frascos de vidro âmbar previamente pesados em balança analítica em intervalos regulares de tempo para construção de curvas cinéticas de extração. Inicialmente, os intervalos de coleta são mais curtos (5 minutos para os primeiros 6 ciclos) para capturar adequadamente a cinética rápida da fase inicial de extração (período CER), sendo subsequentemente aumentados (10 minutos para os ciclos seguintes) na fase de taxa decrescente. Cada frasco é imediatamente pesado após a coleta para determinação da massa de extrato acumulada em função do tempo.

vii) *Finalização do processo*: O processo de extração é finalizado quando os perfis cinéticos atingem estado de equilíbrio (platô), indicando que a massa coletada não mais se altera significativamente entre frações consecutivas. Neste ponto, considera-se que praticamente todo o material extraível foi removido ou que a taxa de extração se tornou economicamente inviável para continuação do processo. Ao final, o sistema é despressurizado lentamente, o extrator é aberto e o material sólido residual (refinado) pode ser opcionalmente coletado para análises complementares (determinação do teor de óleo residual, análises morfológicas).

4.3. Planejamento experimental

As extrações com os gases CO₂ e R-134a foram realizadas para pressões entre 18 e 28 MPa, temperaturas entre 35 e 60 °C e vazão de gás 2,5 mL.min⁻¹ (medida nas condições da bomba) em todos os experimentos, a partir de um planejamento fatorial 3² com duplicata no ponto central (Tabela 1). Esta vazão foi selecionada com base em testes preliminares e trabalhos anteriores do grupo, representando um compromisso adequado entre tempo total de extração (evitando processos excessivamente longos), consumo de solvente (minimizando custos operacionais) e eficiência de extração (garantindo tempo de contato suficiente para transferência de massa adequada).

Os resultados foram submetidos à análise de variância (ANOVA) a 5% de significância, pelo teste de Tukey e os principais efeitos e interações foram calculados utilizando Design expert, Software, versão 12 [75]. Os principais

efeitos e interações foram calculados pelo Statistica Software versão 8.0 [76], que avaliou o efeito de variáveis independentes na resposta.

Tabela 1. Planejamento fatorial 3^2 (9 combinações [-1, 0, 1] e duas repetições no ponto central [0]).

Fatores	Símbolos	Unidades	Níveis		
			-1	0	+1
Temperatura	T	°C	35	47,5	60
Pressão	P	MPa	8	12	16

Fonte: Elaborado pelo autor

As extrações com o gás propano foram realizadas para pressões entre 8 e 16 MPa, temperaturas entre 35 °C e 60 °C e vazão de gás $2,5 \text{ mL}\cdot\text{min}^{-1}$, a partir de um planejamento fatorial 2^2 com triplicata no ponto central (Tabela 2).

Tabela 2. Planejamento fatorial 2^2 (4 combinações [-1, 1] e três repetições no ponto central [0]).

Fatores	Símbolos	Unidades	Níveis		
			-1	0	+1
Temperatura	T	°C	35	47,5	60
Pressão	P	MPa	8	12	16

Fonte: Elaborado pelo autor.

4.4. Cálculo dos rendimentos da extração

O teor de umidade do jambu foi determinado gravimetricamente por uma balança analítica e calculado como uma razão entre a diferença entre a massa inicial do jambu antes da estufa e a massa final pela massa inicial, conforme a Equação 1.

$$Umidade (\%) = \frac{M_{inicial} - M_{final}}{M_{inicial}} \times 100 \quad \text{Equação (1)}$$

Onde M_i é a massa inicial do jambu pesado antes da estufa e o M_f é a massa final do jambu após a pesagem estabilizar.

O rendimento da extração foi determinado gravimetricamente por balança analítica e calculado como uma razão entre a massa total extraída e a massa inicial da matriz vegetal no extrator (base seca), conforme a Equação 2.

$$Rendimento (\%) = \frac{M_{\acute{o}leo-extraído}}{M_{amostra}} \times 100 \quad \text{Equação (2)}$$

Onde $M_{\acute{o}leo-extraído}$ é o valor pesado do óleo extraído e $M_{amostra}$ é o valor pesado da amostra.

4.5. Caracterização do óleo

Os extratos foram preparados mediante derivatização da fração lipídica para formar ésteres metílicos de ácidos graxos (FAMES) e analisados por cromatografia gasosa acoplada à espectrometria de massas (GC-MS) em uma única corrida por amostra. A partir da mesma aquisição cromatográfica, obteve-se simultaneamente o perfil de FAMES, reportado como equivalentes de ácidos graxos, e a triagem qualitativa de outras classes detectáveis.

As análises foram realizadas por cromatografia gasosa acoplada à espectrometria de massas (GC-MS) usando um cromatógrafo a gás acoplado a um espectrômetro de massas (GCMS - QP2010 Plus, Shimadzu, Kyoto,

Japão). O sistema apresenta um amostrador automático AOC - 20i (Shimadzu) e uma coluna capilar de 5% fenil-95% dimetilpolisiloxano (DB-5MS) com dimensões de 50 m × 0,25 mm × 0,25 µm (espessura do filme). O programa de temperatura iniciou a 40 °C, com uma rampa de 2 °C min⁻¹ até 200 °C, seguida de 10 °C min⁻¹ até 300 °C, com um patamar final de 15 min. As temperaturas do injetor, interface e fonte de íons foram ajustadas para 250, 300 e 280 °C, respectivamente. Hélio (99,999%) foi utilizado como gás de arraste a 0,8 mL min⁻¹. As injeções foram realizadas com 1 µL a uma concentração de 1000 µg mL⁻¹, em triplicata, no modo split com razão de 1:50. A aquisição e o processamento de dados foram conduzidos usando o software GC-MS Postrun Analysis (v2.53, Shimadzu), com referência às bibliotecas espectrais NIST14.lb e NIST14.lbs.

A identificação foi realizada mediante buscas automatizadas nas bibliotecas NIST com índice de similaridade mínimo de 85% e inspeção de fragmentos diagnósticos. Os resultados são apresentados como porcentagens da área relativa dentro de cada extrato. A fração lipídica é reportada como equivalentes de ácidos graxos, uma vez que a detecção foi realizada em derivados de ésteres metílicos. Detalhes adicionais dos métodos analíticos utilizados podem ser encontrados em estudos anteriores [72,77].

5. RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.1. Extração com CO₂ supercrítico

Os rendimentos de extração obtidos utilizando CO₂ supercrítico variaram de 1,16% a 3,35%, dependendo da pressão e da temperatura (Tabela 3). Os maiores rendimentos com CO₂ (3,2–3,35%) foram observados a 28 MPa em todas as temperaturas, refletindo a forte dependência da capacidade de solvatação com a densidade em pressões elevadas.

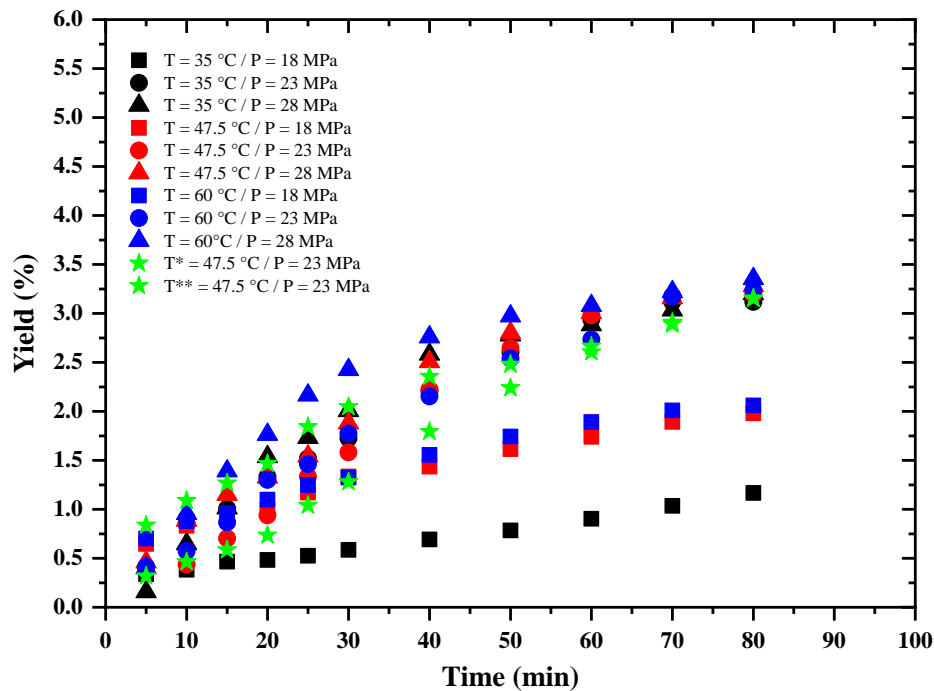
Tabela 3. Condições experimentais e rendimento de extração de jambu utilizando CO₂ supercrítico.

Experimento	Temperatura (°C)	Pressão (MPa)	Rendimento (% m/m)
1	35	18	1,2
2	35	23	3,1
3	35	28	3,2
4	47,5	18	2,0
5	47,5	23	3,2
6	47,5	28	3,3
7	60	18	2,1
8	60	23	3,2
9	60	28	3,3
10	47,5	23	3,1
11	47,5	23	3,1

Fonte: Elaborado pelo autor.

As curvas cinéticas de extração (Figura 5) apresentaram duas etapas distintas: uma fase inicial rápida, dominada pela transferência de massa de compostos solúveis presentes na superfície, seguida por um regime mais lento controlado por difusão, atingindo um platô aproximadamente aos 50 minutos.

Figura 5. Curvas cinéticas experimentais de extração de jambu utilizando CO₂ supercrítico.



Fonte: Elaborado pelo autor.

A relação quantitativa entre o rendimento de extração (Y), a temperatura (T) e a pressão (P) foi descrita com precisão por um modelo polinomial quadrático (Equação 3).

$$\text{Rendimento (\%)} = 3.20 + 0.1967T + 0.7717P - 0.6329P^2 \quad \text{Equação (3)}$$

O modelo quadrático (Equação 3) explicou 97,72 % ($R^2 = 0,9772$) da variância do rendimento, confirmando sua confiabilidade preditiva. O resumo da ANOVA (Tabela 4) confirmou a significância estatística da pressão ($p < 0,0001$) e da temperatura ($p = 0,0266$) no rendimento, com o termo de interação próximo à significância ($p = 0,0601$).

Tabela 4. Resultados da análise de variância para os extratos obtidos em delineamento fatorial 3^2 para a extração de jambu utilizando dióxido de carbono.

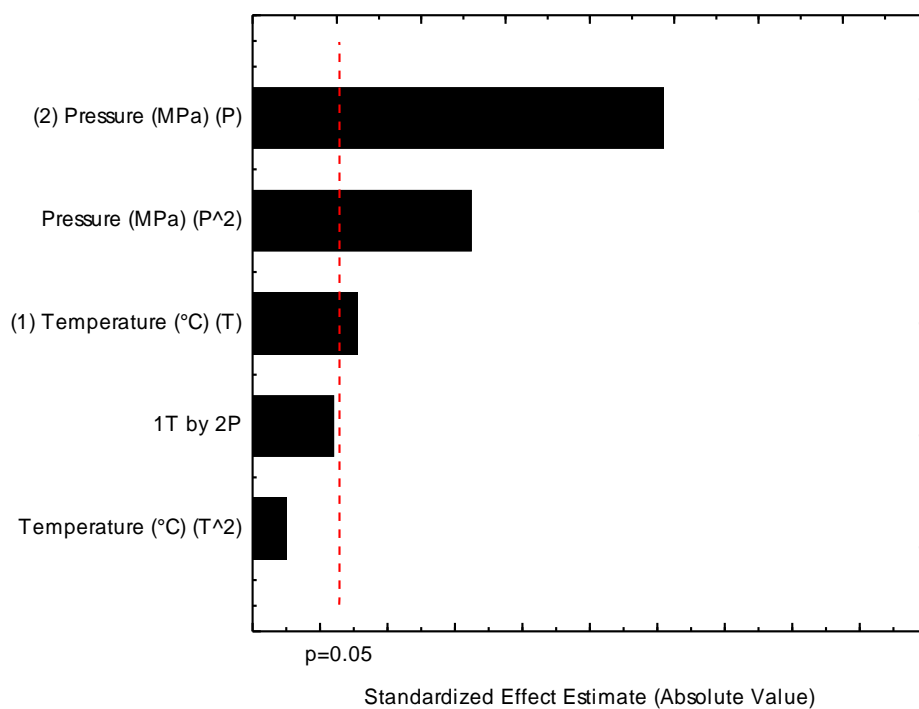
Termos	Soma dos quadrados	Graus de liberdade	Quadrado médio	F-valor	p-valor	R ²
Modelo	5,15	5	1,03	42,92	0,0004	
T	0,2321	1	0,2321	9,66	0,0266	
P	3,57	1	3,57	148,76	< 0,0001	
T x P	0,1406	1	0,1406	5,86	0,0601	
T ²	0,0243	1	0,0243	1,01	0,3608	0,9772
P ²	1,01	1	1,01	42,25	0,0013	
Residual	0,1201	5	0,0240			
Cor Total	5,27	10				

T = temperatura; P = pressão,

Fonte: Elaborado pelo autor.

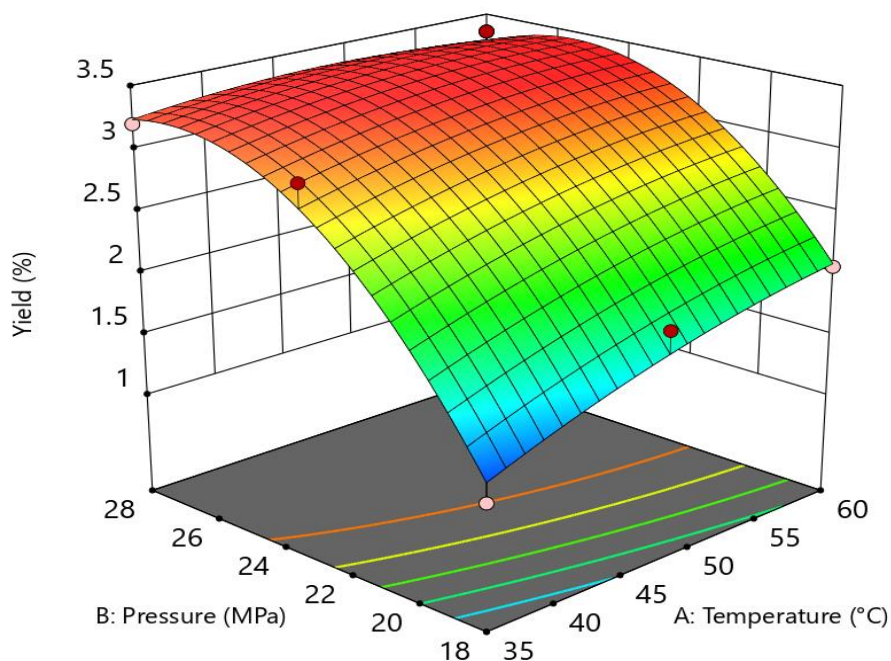
O diagrama de Pareto (Figura 6) confirmou que a pressão é o principal efeito linear, seguido da temperatura. A superfície de resposta (Figura 7) revelou uma curvatura indicando um equilíbrio ótimo entre a densidade (favorecida pela pressão) e a difusividade (aumentada pela temperatura). O tempo de platô, aproximadamente 50 minutos, foi o mais longo entre os três fluidos, o que é consistente com a maior viscosidade do CO₂ em comparação ao propano, resultando em maior resistência difusional nas etapas finais de extração.

Figura 6. Diagrama de Pareto dos efeitos lineares na extração supercrítica de óleo de jambu com CO₂.



Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 7. Superfície de resposta do rendimento de extração com CO₂ supercrítico em função da temperatura e da pressão.



Fonte: Elaborado pelo autor.

5.2. Extração com R-134a pressurizado

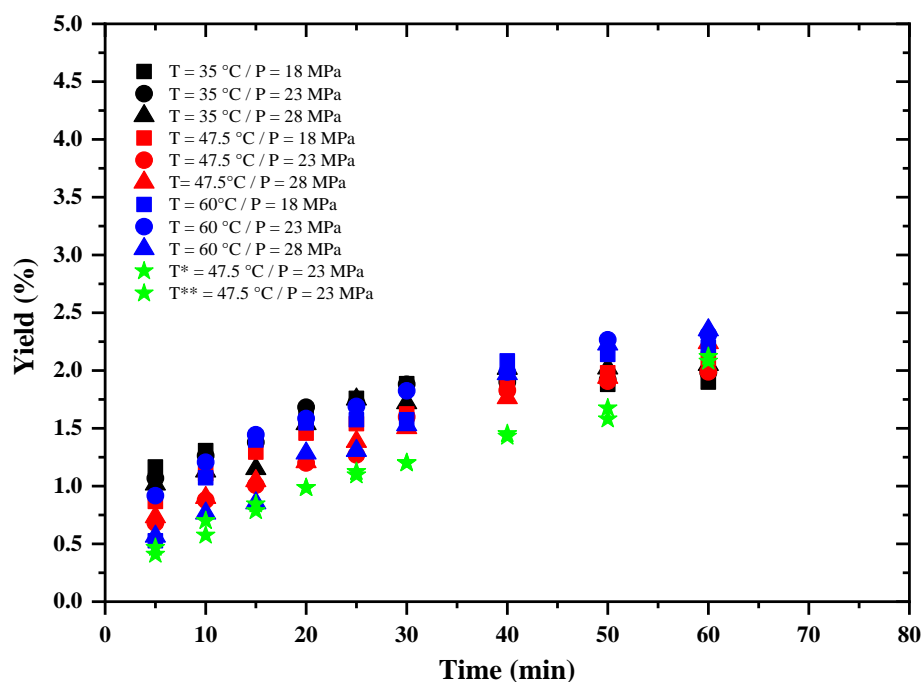
Os rendimentos obtidos com R-134a pressurizado variaram de 1,90 % a 2,35 %, sendo os maiores rendimentos alcançados a 60 °C e pressões entre 23 e 28 MPa (Tabela 5). Os platôs de extração ocorreram entre 35 e 40 min, conforme ilustrado nas curvas cinéticas (Figura 8).

Tabela 5. Condições experimentais e rendimento de extração de jambu utilizando R-134a pressurizado.

Ensaio	Temperatura (°C)	Pressão (MPa)	Rendimento (% m/m)
1	35	18	1,9
2	35	23	2,0
3	35	28	2,0
4	47,5	18	2,1
5	47,5	23	2,0
6	47,5	28	2,2
7	60	18	2,2
8	60	23	2,3
9	60	28	2,3
10	47,5	23	2,1
11	47,5	23	2,1

Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 8. Curvas cinéticas experimentais de extração de jambu utilizando R-134a pressurizado.



Fonte: Elaborado pelo autor.

O modelo linear (Equação 4, $R^2 = 0,9631$) identificou a temperatura como a principal variável de influência ($p < 0,0001$), seguida pela pressão, também significativa ($p = 0,0016$), embora secundária (Tabela 6). O gráfico de Pareto (Figura 9) evidencia a predominância da temperatura, e a superfície de resposta (Figura 10) mostra tendência crescente do rendimento com o aumento simultâneo da temperatura e da pressão.

$$\text{Rendimento (\%)} = 2.13 + 0.1631T + 0.0649P \quad \text{Equação (4)}$$

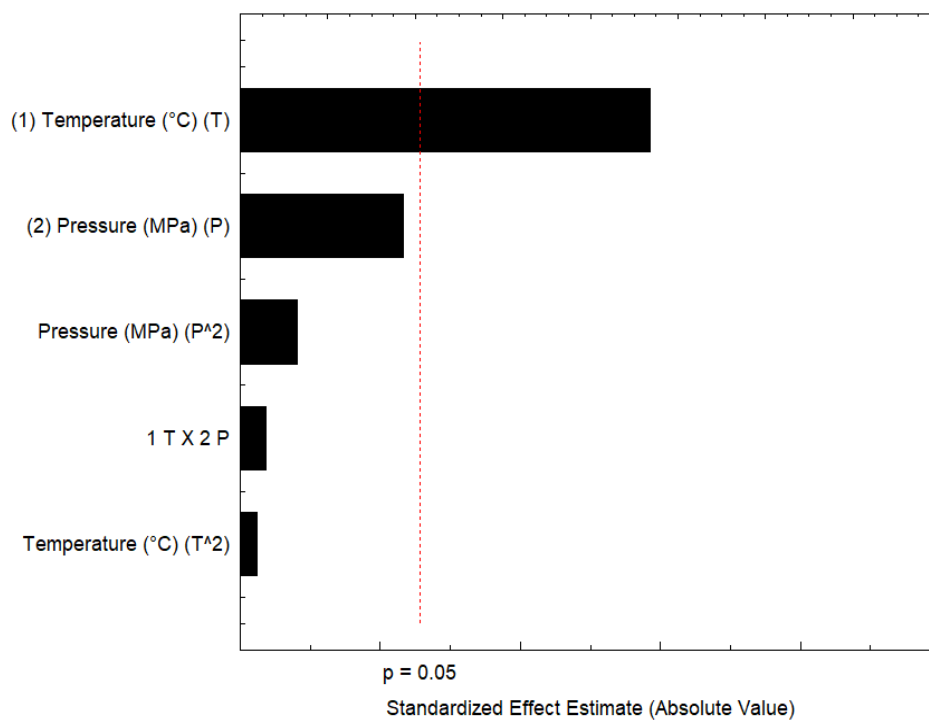
Tabela 6. Resultados da ANOVA para extrações de jambu com R 134a utilizando delineamento fatorial 3².

Termos	Soma dos quadrados	Graus de liberdade	Quadrado médio	F-valor	p-valor	R ²
Model	0,1856	3	0,0619	60,88	< 0,0001	
T	0,1597	1	0,1597	157,17	< 0,0001	
P	0,0253	1	0,0253	24,88	0,0016	
T×P	0,0006	1	0,0006	0,6010	0,4636	0,9631
Residual	0,0071	7	0,0010			
Cor Total	0,1927	10				

T = temperatura; P = pressão.

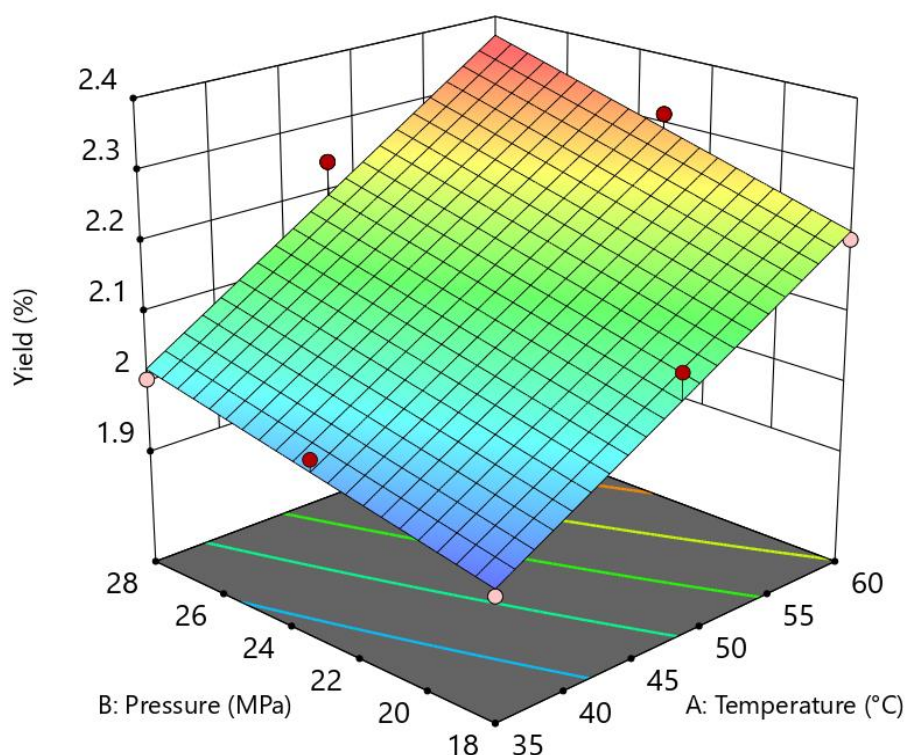
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 9. Diagrama de Pareto dos efeitos lineares na extração de jambu com R 134a pressurizado.



Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 10. Superfície de resposta do rendimento de extração com R 134a pressurizado em função da temperatura e da pressão.



Fonte: Elaborado pelo autor.

Esses dados refletem a menor densidade do R-134a em relação ao CO_2 nas mesmas pressões, tornando o aumento térmico da mobilidade molecular mais influente que o ganho de densidade induzido por pressão [42]. O tempo de platô, em torno de 45 min, foi intermediário, condizente com a baixa viscosidade que favorece a difusão inicial, mas limita a solvatação na etapa final da extração.

5.3. Extração com propano pressurizado

Os rendimentos com propano variaram de 1,3 % a 5,42 % (Tabela 7). Os maiores valores, até 5,42 % a 60 °C e 16 MPa, foram atingidos com o menor tempo de platô (30–35 min) como ilustrado na (Figura11). O aumento

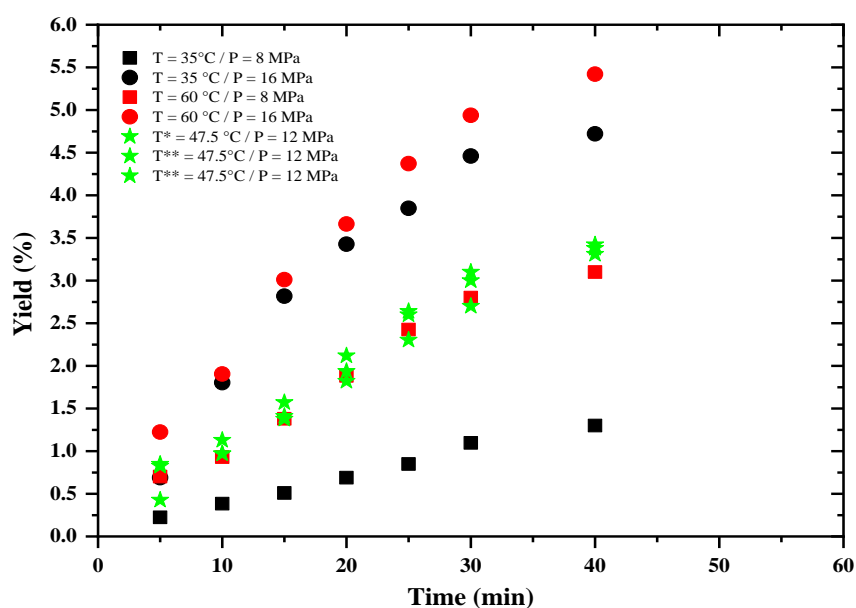
simultâneo de pressão e temperatura resultou em ganho consistente de rendimento. As condições de 47,5 °C e 12 MPa no ponto central apresentaram boa reprodutibilidade, com rendimentos entre 3,31% e 3,42%.

Tabela 7. Condições experimentais e dados de rendimento de extração para a recuperação de compostos do extrato de jambu utilizando propano pressurizado a uma taxa de fluxo constante de 2-3 mL min⁻¹.

Ensaio	Temperatura (°C)	Pressão (MPa)	Rendimento (% m/m)
1	35	8	1,3
3	35	16	4,72
2	60	8	3,1
4	60	16	5,42
5	47,5	12	3,42
6	47,5	12	3,31
7	47,5	12	3,38

Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 11. Curvas cinéticas de extração experimental de jambu utilizando propano pressurizado.



Fonte: Elaborado pelo autor.

O modelo linear (Equação 5, $R^2 = 0,9661$) mostrou que tanto temperatura quanto pressão foram estatisticamente significativas ($p < 0,05$), sendo a pressão o fator de maior influência (Tabela 8, Figura 12).

$$\text{Rendimento (\%)} = 3.57 + 0.6250 T + 1.44 P \quad (\text{Equação 5})$$

A alta densidade do propano em pressões moderadas (8–16 MPa), combinada com sua baixa viscosidade e forte afinidade por lipídios apolares, permite rápida difusão interna e eficiente solvatação de ácidos graxos insaturados [40,45,78]. A superfície de resposta (Figura 13) confirma tendência linear positiva em toda a faixa operacional, sem indicação de saturação.

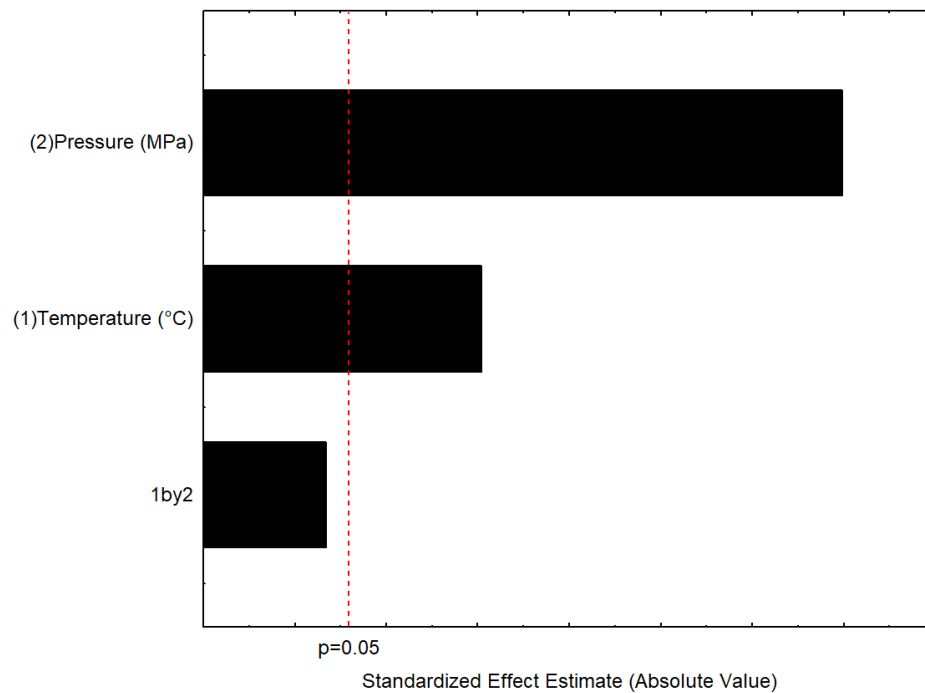
Tabela 8. Resultados da ANOVA para extração de jambu com propano usando delineamento fatorial 2^2 .

Termos	Soma dos quadrados	Graus de liberdade	Quadrado médio	F-valor	p-valor	R^2
Model	9,80	2	4,49	57,03	0,0011	0,9661
T	1,56	1	1,56	18,19	0,0130	
P	8,24	1	8,24	95,87	0,0006	
T×P	0,3437	4	0,0859			
Residual	10,14	6				
Cor Total	9,80	2	4,49	57,03	0,0011	

T = temperatura; P = pressão.

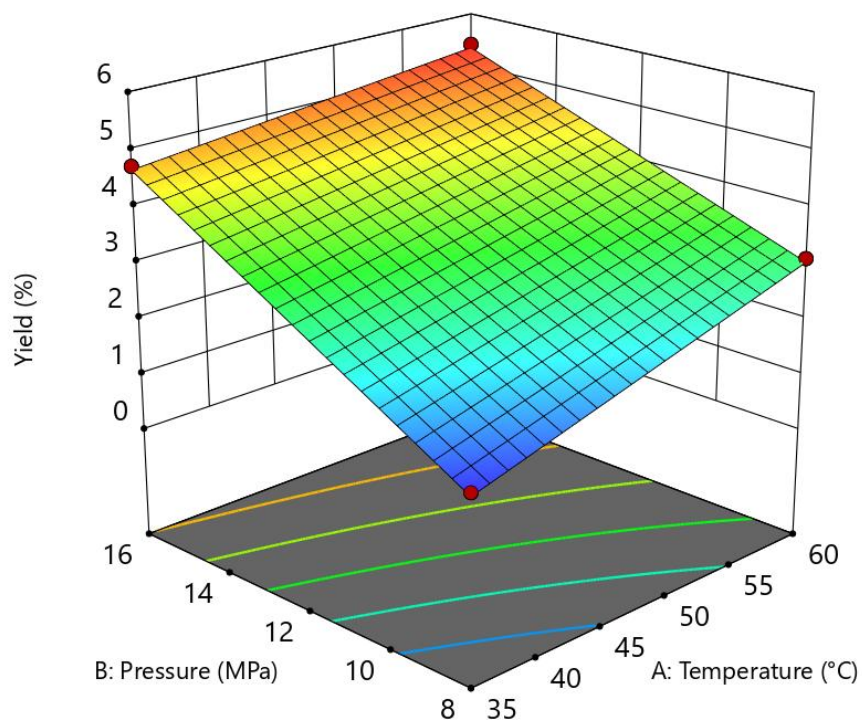
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 12. Diagrama de Pareto dos efeitos lineares para a extração de jambu utilizando propano pressurizado.



Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 13. Superfície de resposta do rendimento de extração com propano pressurizado em função da temperatura e da pressão.



Fonte: Elaborado pelo autor.

5.4. Componentes dos extratos

A composição química dos extratos de jambu variou de acordo com o fluido utilizado (Tabela 9), resultando em três perfis complementares. Para a fração lipídica, os resultados são apresentados como equivalentes de ácidos graxos, uma vez que a identificação por CG-EM foi realizada após derivatização para ésteres metílicos. Compostos pertencentes a outras classes químicas, como triterpenoides e alcanidas, foram relatados em suas formas nativas.

Tabela 9. Perfil químico dos extratos de jambu obtidos com CO₂ supercrítico, R 134a pressurizado e propano, expresso em área relativa de pico (%).

Composto	Classe Química	Área de Pico (%)
CO₂		
Fitol	Álcool diterpênico	1,5
Tetrapentacontano (n-C ₅₄ , alcano linear)	Alcano de cadeia muito longa	2,0
Ácido esteárico (C18:0)	Ácido graxo saturado	2,7
Espilantol (N-isobutil-(2E,6Z,8E)-decatrienamida)	Alcamida	4,7
Ácido palmítico (C16:0)	Ácido graxo saturado	7,5
Ácido linoleico (C18:2)	Ácido graxo poli-insaturado	24,8
β-Amirona	Cetona triterpênica	56,8
R-134a		
Fitol	Álcool diterpênico	0,9
Tetrapentacontano (n-C ₅₄ , alcano linear)	Alcano de cadeia muito longa	3,4
Ácido palmítico (C16:0)	Ácido graxo saturado	3,6
Ácido oleico (C18:1)	Ácido graxo monoinsaturado	10,2
Ácido linoleico (C18:2)	Ácido graxo poli-insaturado	11,9
β-Amirina acetato	Éster triterpenoide	70,0
Propano		
Ácido oleico (C18:1)	Ácido graxo monoinsaturado	15,2
Ácido linoleico (C18:2)	Ácido graxo poli-insaturado	84,9

Fonte: Elaborado pelo autor.

Um perfil mais amplo foi observado no extrato obtido com CO₂ supercrítico. O triterpenoide β-amirona foi o componente majoritário, representando 56,8 % da área relativa, acompanhado por uma fração lipídica composta principalmente por ácido linoleico (24,8 %) e ácido palmítico (7,5 %). Alcamidas, incluindo espilantol (4,7 %), também foram detectadas, além de constituintes minoritários como fitol e alcanos de cadeia muito longa.

Em contrapartida, o extrato obtido com R-134a apresentou composição mais estreita. O éster triterpenoide β-amirina acetato representou 70,0 % da área relativa, enquanto a fração lipídica apareceu em proporções menores, com ácido linoleico (11,9 %), ácido oleico (10,2 %) e ácido palmítico (3,6 %). Constituintes de baixa abundância também foram identificados, incluindo fitol (0,9 %) e um alcano linear de cadeia longa (n-C₅₄) (3,4 %).

Um corte essencialmente lipídico foi obtido no extrato produzido com propano pressurizado. Nestas condições analíticas, o ácido linoleico e o ácido oleico alcançaram 84,9 % e 15,2 %, respectivamente, sem detecção ou com presença mínima de triterpenoides, alcamidas ou outros marcadores fora da classe lipídica.

De maneira geral, os dados indicam três assinaturas composicionais distintas em função do fluido empregado. No CO₂, predominou um triterpenoide, acompanhado de lipídios C18 e alcamidas. No R-134a, observou-se enriquecimento proporcional em um éster triterpenoide, com menor coextração de outras classes. No propano, verificou-se predominância de ácidos graxos insaturados C18. As porcentagens completas e os constituintes minoritários estão listados na Tabela 9.

5.5. Discussão Comparativa dos Resultados de Extração

Uma análise comparativa abrangente dos resultados obtidos com CO₂ supercrítico, R-134a pressurizado e propano revelou diferenças significativas em eficiência de extração, comportamento cinético e seletividade quanto às classes fitoquímicas.

O CO₂ supercrítico apresentou rendimento de até 3,35 %, com amplo espectro de extração incluindo alcanoides e triterpenos [7], em especial epilantol e β-amirona, confirmados por CG-EM (Tabela 3 e Figura 5). Esse desempenho é sustentado pela alta capacidade de solvatação associada à densidade elevada sob pressões de 18 a 28 MPa [5]. O modelo quadrático (Equação 3) explicou cerca de 98 % da variância dos rendimentos, e a ANOVA indicou a pressão como variável dominante, seguida de efeito significativo da temperatura e interação relevante (Tabela 4, Figuras 6 e 7). A superfície de resposta evidenciou equilíbrio entre a difusividade aprimorada e a redução da densidade do solvente com o aumento da temperatura em altas pressões, aspecto essencial para a otimização do processo [79].

Em contraste, o R-134a pressurizado, operado em faixa de pressão semelhante à do CO₂, resultou em menores rendimentos (até 2,35 %), porém aumentou a seletividade para o éster triterpenoide β-amirina acetato (~70 %), composto de interesse farmacêutico. Sua densidade inferior à do CO₂ nas mesmas condições limita a solvatação de solutos menos acessíveis. Ao mesmo tempo, a baixa viscosidade e a polaridade efetiva moderada favorecem a extração de componentes de menor diversidade química [7]. O modelo linear (Equação 4) ajustou adequadamente os rendimentos, com a temperatura exercendo a maior influência (Tabela 6, Figuras 9 e 10). A predominância

térmica observada na análise de Pareto condiz com as propriedades físicas do R-134a, que, devido à sua menor densidade, depende mais do aumento de temperatura para intensificar a transferência de massa [80]. O perfil obtido destacou-se pela concentração em triterpenoides, especialmente β -amirina acetato, e pela baixa coextração de outras classes [81]. Na prática, esse tipo de extrato oferece uma fração mais específica, centrada em um marcador definido, o que é vantajoso para padronização de produtos, embora represente um menor rendimento global.

O maior rendimento foi obtido com o propano, atingindo 5,42 % sob condições moderadas (16 MPa e 60 °C) (Tabela 7), provavelmente devido à natureza apolar do solvente e à alta capacidade de solvatação de componentes lipofílicos (Tabela 8) [82,83]. A densidade do propano é suficiente para manter altas taxas de transferência de massa, com menor resistência ao escoamento no leito fixo [84]. Um modelo linear simples (Equação 5) explicou 96,61 % da variabilidade do rendimento. A eficiência do propano na extração de frações predominantemente lipídicas insaturadas (especialmente ácido linoleico C18:2, ~85 %) está de acordo com seu caráter apolar e com as pressões moderadas de operação [85].

Os diagramas de Pareto (Figuras 6, 9 e 12) demonstram de forma sistemática a influência estatisticamente significativa das variáveis de processo sobre o rendimento: a pressão predomina nas extrações com CO₂ e propano, enquanto a temperatura tem papel principal nas extrações com R-134a. Isso reflete as diferenças físicas entre os solventes, já que as densidades de CO₂ e propano aumentam acentuadamente com a pressão, promovendo maior

solubilidade, ao passo que a menor densidade do R-134a torna a temperatura mais relevante para aumentar sua capacidade de solvatação [86,87].

Os modelos estatísticos confirmam essas tendências. Os ajustes apresentaram elevados coeficientes de determinação para os três fluidos, com R^2 de 0,9772 para CO_2 , 0,9631 para R-134a e 0,9661 para propano.

As variáveis principais, temperatura e pressão, foram significativas dentro das faixas avaliadas, conforme mostrado pelos resultados das ANOVAs nas Tabelas 4, 6 e 8, reforçando a sensibilidade do processo a variações na densidade e na mobilidade do solvente [88].

Para o CO_2 , a pressão exerce efeito mais pronunciado devido ao impacto direto sobre sua densidade supercrítica [86,87]. Para o propano, a resposta é rápida e sustentada por ganhos simultâneos em difusão e solvatação [82,89]. Já para o R-134a, a resposta é limitada pela menor densidade, com aumento moderado de rendimento mesmo sob maiores pressões [84,90]. Do ponto de vista mecanístico, o propano opera com solvatação dominada por lipídios e difusão facilitada, encurtando o tempo até o platô e maximizando o corte insaturado [82]. O CO_2 requer maiores densidades para atingir extração mais profunda, prolongando a fase controlada por difusão, ampliando o espectro composicional e recuperando triterpenoides como a β -amirona [91]. O R-134a combina difusão inicial eficiente com baixa capacidade de solvatação entre classes, resultando em composição mais estreita e tempo de platô intermediário [38,42,84,92].

Três cenários se destacam em termos de aplicação ou tomada de decisão. Quando o objetivo é a obtenção de um óleo insaturado simples, com alto rendimento e ciclo curto, o propano é o solvente mais indicado dentro da

faixa testada [40,78,93,94]. Quando se busca preservar a assinatura química completa do jambu em um único ingrediente, combinando lipídios e triterpenoides com β -amirona como principal marcador, o CO_2 oferece a maior diversidade composicional, embora exija tempos mais longos de extração e maiores pressões [95]. Quando o propósito é obter um extrato centrado em triterpenoides para padronização, o R-134a proporciona uma fração mais concentrada em β -amirina acetato, ainda que com menor rendimento global [42,92].

Essa síntese, apoiada nas curvas cinéticas, rendimentos e composição relativa apresentados na Tabela 9, evidencia os compromissos entre seletividade, produtividade e tempo de processo. Ajustes finos de pressão e temperatura permitem modular a densidade e a mobilidade do solvente, abrindo possibilidades de otimização conforme o objetivo do produto, seja para maximizar o rendimento, reduzir o tempo de processo ou obter extratos de composição específica [86].

6. CONCLUSÃO

O presente estudo comprovou que as propriedades físico-químicas dos fluidos pressurizados exercem influência decisiva sobre o rendimento, a seletividade e a cinética de extração dos compostos oleosos do jambu (*Acmella oleracea*). Observou-se que o propano foi o fluido mais eficiente, alcançando maiores rendimentos (até 5,42 %) e atingindo o platô de extração em cerca de 35 a 40 min, características que o tornam ideal para a extração de compostos apolares, como ácidos graxos e terpenos. O dióxido de carbono (CO₂), embora apresente rendimentos mais modestos em condições moderadas, demonstrou seletividade superior para a obtenção de extratos complexos, ricos em β-amirona e outros triterpenoides. O 1,1,1,2-tetrafluoretano (R-134a), com comportamento intermediário, destacou-se pela seletividade para β-amirina acetato, apresentando potencial em aplicações específicas que demandam frações mais puras.

Os resultados confirmam as hipóteses formuladas e evidenciam o papel determinante da escolha do fluido e das condições operacionais sobre a eficiência e composição dos extratos. Além disso, o uso de fluidos pressurizados demonstrou ser uma alternativa limpa e ambientalmente favorável aos solventes orgânicos convencionais, atendendo às exigências de processos sustentáveis e economicamente viáveis.

Dessa forma, este trabalho contribui para a valorização do jambu como biomassa amazônica de alto valor agregado e amplia as perspectivas para seu aproveitamento nas indústrias farmacêutica, cosmética e nutracêutica. Futuros estudos devem explorar a influência de co-solventes e o refinamento de parâmetros de pressão e temperatura a fim de otimizar a seletividade e o aproveitamento dos compostos bioativos extraídos.

7. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. Dallazen, J.L.; Maria-Ferreira, D.; da Luz, B.B.; Nascimento, A.M.; Cipriani, T.R.; de Souza, L.M.; Felipe, L.P.G.; Silva, B.J.G.; Nassini, R.; de Paula Werner, M.F. Pharmacological Potential of Alkylamides from *Acmella Oleracea* Flowers and Synthetic Isobutylalkyl Amide to Treat Inflammatory Pain. *Inflammopharmacology* **2020**, *28*, 175–186, doi:10.1007/s10787-019-00601-9.
2. Barbosa, A.F.; Pereira, C.D.S.S.; Mendes, M.F.; De Carvalho Junior, R.N.; De Carvalho, M.G.; Maia, J.G.S.; Sabaa-Srur, A.U.O. Spilanthal Content in the Extract Obtained by Supercritical CO₂ at Different Storage Times of *Acmella Oleracea* L. *J Food Process Eng* **2017**, *40*, doi:10.1111/jfpe.12441.
3. Spinozzi, E.; Ferrati, M.; Baldassarri, C.; Cappellacci, L.; Marmugi, M.; Caselli, A.; Benelli, G.; Maggi, F.; Petrelli, R. A Review of the Chemistry and Biological Activities of *Acmella Oleracea* (“Jambù”, Asteraceae), with a View to the Development of Bioinsecticides and Acaricides. *Plants* **2022**, *11*, 2721, doi:10.3390/plants11202721.
4. Guo, T.; Wan, C.; Huang, F. Extraction of Rapeseed Cake Oil Using Subcritical R134a/Butane: Process Optimization and Quality Evaluation. *Food Sci Nutr* **2019**, *7*, 3570–3580, doi:10.1002/fsn3.1209.
5. Herrero, M.; Mendiola, J.A.; Cifuentes, A.; Ibáñez, E. Supercritical Fluid Extraction: Recent Advances and Applications. *J Chromatogr A* **2010**, *1217*, 2495–2511, doi:10.1016/j.chroma.2009.12.019.
6. Ferreira, A.C.; Lopes, G.; Filho, A.C.; Postau, N.; Belisário, C.; Paim, L.L.; Cardozo-Filho, L.; da Silva, C.; Ferreira-Pinto, L.; Favareto, R. Assessment of Yield, Flavonoid and Phytosterol Contents, and Fatty Acid Composition of Baru Almond Oil (*Dipteryx Alata* Vogel) by Supercritical CO₂ Extraction. *Processes* **2024**, *12*, 1729, doi:10.3390/pr12081729.
7. Reverchon, E.; De Marco, I. Supercritical Fluid Extraction and Fractionation of Natural Matter. *J Supercrit Fluids* **2006**, *38*, 146–166, doi:10.1016/j.supflu.2006.03.020.
8. Mustapa, A.N.; Manan, Z.A.; Mohd Azizi, C.Y.; Nik Norulaini, N.A.; Omar, A.K.M. Effects of Parameters on Yield for Sub-Critical R134a Extraction of Palm Oil. *J Food Eng* **2009**, *95*, 606–616, doi:10.1016/j.jfoodeng.2009.06.025.
9. Lucas, D.M.; Still, P.C.; Pérez, L.B.; Grever, M.R.; Kinghorn, A.D. Potential of Plant-Derived Natural Products in the Treatment of Leukemia and Lymphoma. *Curr Drug Targets* **2010**, *11*, 812–822.
10. Brasil. Ministério da Saúde: Agência Nacional de Vigilância Sanitária Resolução – RDC N° 10, de 09 de Março, Brasília, 2010.

11. Moura-Costa, G.F.; Nocchi, S.R.; Ceole, L.F.; Mello, J.C.P. De; Nakamura, C.V.; Dias Filho, B.P.; Temponi, L.G.; Ueda-Nakamura, T. Antimicrobial Activity of Plants Used as Medicinals on an Indigenous Reserve in Rio Das Cobras, Paraná, Brazil. *J Ethnopharmacol* **2012**, *143*, 631–638, doi:10.1016/j.jep.2012.07.016.
12. R.Croteau; Kutchan, T.M.; Lewis, N.G. Natural Products (Secondary Metabolites). In *Biochemistry and Molecular Biology of Plants*; Buchanan B., Gruissem W., J.R., Ed.; Rockville: American Society of Plant Physiologists, 2015; pp. 1250–1318 ISBN 978-0-470-71421-8.
13. Herrero, M.; Castro-Puyana, M.; Mendiola, J.A.; Ibañez, E. Compressed Fluids for the Extraction of Bioactive Compounds. *TrAC Trends in Analytical Chemistry* **2013**, *43*, 67–83, doi:10.1016/j.trac.2012.12.008.
14. Pandey, A.; Tripathi, S. Concept of Standardization, Extraction and Pre Phytochemical Screening Strategies for Herbal Drug. *J Pharmacogn Phytochem* **2014**, *2*, 115–119.
15. Masango, P. Cleaner Production of Essential Oils by Steam Distillation. *J Clean Prod* **2005**, *13*, 833–839, doi:10.1016/j.jclepro.2004.02.039.
16. Sarmento, E.C.S.; De Oliveira, F.S.; Dos Santos, B.R.V.; Torres, S.B.; Benedito, C.P.; Dutra, A.S. Water Deficit on Germination and Vigour in Seeds of the Jambu. *Bioscience Journal* **2019**, *35*, 1013–1021, doi:10.14393/BJ-v35n4a2019-42202.
17. Yamane, L.T.; de Paula, E.; Jorge, M.P.; de Freitas-Blanco, V.S.; Junior, Í.M.; Figueira, G.M.; Anholetto, L.A.; de Oliveira, P.R.; Rodrigues, R.A.F. *Acmella Oleracea* and *Achyrocline Satureioides* as Sources of Natural Products in Topical Wound Care. *Evidence-Based Complementary and Alternative Medicine* **2016**, *2016*, doi:10.1155/2016/3606820.
18. Moura, J. da S.; Gemaque, E. de M.; Bahule, C.E.; Martins, L.H. da S.; Chisté, R.C.; Lopes, A.S. Bioactive Compounds of Jambu (*Acmella Oleracea* (L.) R. K. Jansen) as Potential Components of Biodegradable Food Packing: A Review. *Sustainability* **2023**, *15*, 15231, doi:10.3390/su152115231.
19. Melo, J.D.G.; Tosato, M.G.; Slapnik, A.M. do E.S.; de Oliveira, I.R.; Raniero, L. Synthesis and Characterization of Stealth Liposomes for *Acmella Oleracea* L . Encapsulation. *ChemistrySelect* **2025**, *10*, doi:10.1002/slct.202502248.
20. Abdul Malik, M.M.; Shuid, A.N.; Ridzuan, N.R.A.; Naina Mohamed, I.; Mohd Ramli, E.S.; Shuid, A.N.; Abdul Rahim, R. A Systematic Review of the Potential of *Acmella* Genus Plants for the Treatment of Musculoskeletal Disorders. *Int J Mol Sci* **2025**, *26*, 6493, doi:10.3390/ijms26136493.
21. Santana de Freitas-Blanco, V.; Franz-Montan, M.; Groppo, F.C.; de Carvalho, J.E.; Figueira, G.M.; Serpe, L.; Oliveira Sousa, I.M.; Guilherme

- Damasio, V.A.; Yamane, L.T.; de Paula, E.; et al. Development and Evaluation of a Novel Mucoadhesive Film Containing Acmella Oleracea Extract for Oral Mucosa Topical Anesthesia. *PLoS One* **2016**, *11*, e0162850, doi:10.1371/journal.pone.0162850.
22. Ferrara, V.; Zonfrillo, B.; Bellumori, M.; Innocenti, M.; Micheli, L.; Maggini, V.; Venturi, D.; Gallo, E.; Bogani, P.; Di Cesare Mannelli, L.; et al. Neuroprotective Potential of Acmella Oleracea Aerial Parts and Root Extracts: The Role of Phenols and Alkylamides Against Neuropathic Pain. *Nutrients* **2025**, *17*, 2588, doi:10.3390/nu17162588.
 23. Sun, W.; Shahrajabian, M.H. Therapeutic Potential of Phenolic Compounds in Medicinal Plants—Natural Health Products for Human Health. *Molecules* **2023**, *28*, 1845, doi:10.3390/molecules28041845.
 24. Aviz, W.L.C. de; Lima Junior, J.A. de; Silva, A.L.P. da; Oliveira, P.D. de; Gama, C.M.P. PRODUCTIVITY OF IRRIGATED JAMBU UNDER SOIL-WATER STRESSES AND NITROGEN DOSES. *Engenharia Agrícola* **2020**, *40*, 16–23, doi:10.1590/1809-4430-eng.agric.v40n1p16-23/2020.
 25. Stojanović, N.M.; Randelović, P.J.; Simonović, M.; Radić, M.; Todorović, S.; Corrigan, M.; Harkin, A.; Boylan, F. Essential Oil Constituents as Anti-Inflammatory and Neuroprotective Agents: An Insight through Microglia Modulation. *Int J Mol Sci* **2024**, *25*, 5168, doi:10.3390/ijms25105168.
 26. Ferrati, M.; Bartolini, B.; Lupidi, G.; Freddi, L.; Bolletta, V.; Cespi, M.; Giovannetti, R.; Zannotti, M.; Petrelli, R.; Maggi, F.; et al. Assessment of the N-Alkylamide Content and Volatile Profiles in Two Cultivars of Acmella Oleracea (L.) R.K. Jansen Grown in Aquaponics. *Plants* **2025**, *14*, 1401, doi:10.3390/plants14091401.
 27. Fusco, A.; Perrone, M.; Ricciardi, F.; Morace, A.M.; Bonsale, R.; Teweldemedhin, M.M.; Di Martino, E.; Limongelli, R.; Papa, A.; Maione, S.; et al. Combining Acmella Oleracea and Boswellia Serrata Extracts: A Novel Pharmacological Approach in Inflammatory Vestibulodynia. *Front Pharmacol* **2024**, *15*, doi:10.3389/fphar.2024.1508107.
 28. Brunner, G. Supercritical Fluids: Technology and Application to Food Processing. *J Food Eng* **2005**, *67*, 21–33, doi:10.1016/j.jfoodeng.2004.05.060.
 29. Trentini, C.P.; Fonseca, J.M.; Cardozo-Filho, L.; Reis, R.R.; Sampaio, S.C.; da Silva, C. Assessment of Continuous Catalyst-Free Production of Ethyl Esters from Grease Trap Waste. *J Supercrit Fluids* **2018**, *136*, 157–163, doi:10.1016/j.supflu.2018.02.018.
 30. Silva, M.O.; Camacho, F.P.; Ferreira-Pinto, L.; Giufrida, W.M.; Vieira, A.M.S.; Visentine, J.V.; Vedoy, D.R.L.; Cardozo-Filho, L. Extraction and Phase Behaviour of *Moringa Oleifera* Seed Oil Using Compressed Propane. *Can J Chem Eng* **2016**, *94*, 2195–2201, doi:10.1002/cjce.22614.

31. Sabadin Piva, G.; Weschenfelder, T.A.; Franceschi, E.; Cansian, R.L.; Paroul, N.; Steffens, C. Flaxseed (*Linum Usitatissimum*) Oil Extraction Using Different Solvents. *Food Technol Biotechnol* **2018**, *56*, doi:10.17113/ftb.56.03.18.5318.
32. García-Risco, M.R.; Mouhid, L.; Salas-Pérez, L.; López-Padilla, A.; Santoyo, S.; Jaime, L.; Ramírez de Molina, A.; Reglero, G.; Fornari, T. Biological Activities of Asteraceae (*Achillea Millefolium* and *Calendula Officinalis*) and Lamiaceae (*Melissa Officinalis* and *Origanum Majorana*) Plant Extracts. *Plant Foods for Human Nutrition* **2017**, *72*, 96–102, doi:10.1007/s11130-016-0596-8.
33. Shishikura, A.; Fujimoto, K.; Suzuki, T.; Arai, K. Improved Lipase-catalyzed Incorporation of Long-chain Fatty Acids into Medium-chain Triglycerides Assisted by Supercritical Carbon Dioxide Extraction. *J Am Oil Chem Soc* **1994**, *71*, 961–967, doi:10.1007/BF02542262.
34. Chen, L.; Xue, S.; Dai, B.; Zhao, H. Effects of Coix Seed Oil on High Fat Diet-Induced Obesity and Dyslipidemia. *Foods* **2022**, *11*, 3267, doi:10.3390/foods11203267.
35. Li, Y.; Ghasemi Naghdi, F.; Garg, S.; Adarme-Vega, T.; Thurecht, K.J.; Ghafor, W.; Tannock, S.; Schenk, P.M. A Comparative Study: The Impact of Different Lipid Extraction Methods on Current Microalgal Lipid Research. *Microb Cell Fact* **2014**, *13*, 14, doi:10.1186/1475-2859-13-14.
36. Md Zaidul, I.; Nik Norulaini, N.; Mohd Omar, A. Separation/Fractionation of Triglycerides in Terms of Fatty Acid Constituents in Palm Kernel Oil Using Supercritical CO₂. *J Sci Food Agric* **2006**, *86*, 1138–1145, doi:10.1002/jsfa.2479.
37. Gharaibeh, A.A.; Voorhees, K.J. Characterization of Lipid Fatty Acids in Whole-Cell Microorganisms Using in Situ Supercritical Fluid Derivatization/Extraction and Gas Chromatography/Mass Spectrometry. *Anal Chem* **1996**, *68*, 2805–2810, doi:10.1021/ac9600767.
38. Pardo, F.; Zarca, G.; Urriaga, A. Separation of Refrigerant Gas Mixtures Containing R32, R134a, and R1234yf through Poly(Ether-Block-Amide) Membranes. *ACS Sustain Chem Eng* **2020**, *8*, 2548–2556, doi:10.1021/acssuschemeng.9b07195.
39. Rincón, J.; Cañizares, P.; García, M.T.; Gracia, I. Regeneration of Used Lubricant Oil by Propane Extraction. *Ind Eng Chem Res* **2003**, *42*, 4867–4873, doi:10.1021/ie030013w.
40. Khairutdinov, V.F.; Akhmetzyanov, T.R.; Gabitov, F.R.; Zaripov, Z.I.; Farakhov, M.I.; Mukhutdinov, A. V.; Gumerov, F.M. Disposal of Oil Sludge with the Use of Liquid and Supercritical Fluid Extraction Processes with Propane-Butane Extractant. *Contemporary Engineering Sciences* **2016**, *9*, 163–174, doi:10.12988/ces.2016.512311.
41. Lagalante, A.F.; Clarke, A.M.; Bruno, T.J. Modeling the Water-R134a

- Partition Coefficients of Organic Solutes Using a Linear Solvation Energy Relationship. *J Phys Chem B* **1998**, *102*, 8889–8892, doi:10.1021/jp9827431.
42. Simões, P.C.; Catchpole, O.J. Fractionation of Lipid Mixtures by Subcritical R134a in a Packed Column. *Ind Eng Chem Res* **2002**, *41*, 267–276, doi:10.1021/ie010551d.
 43. Arishi, A.M.; Shiflett, M.B. Azeotropic Refrigerant Mixture R-513A Separation Using Extractive Distillation with Ionic Liquids Entrainers. *Ind Eng Chem Res* **2023**, *62*, 19862–19872, doi:10.1021/acs.iecr.3c03245.
 44. Eldridge, R.B. Oil Contaminant Removal from Drill Cuttings by Supercritical Extraction. *Ind Eng Chem Res* **1996**, *35*, 1901–1905, doi:10.1021/ie950765t.
 45. Gumerov, F.M.; Farakhov, M.I.; Khayrutdinov, V.F.; Gabitov, F.R.; Zaripov, Z.I.; Khabriyev, I.Sh.; Akhmetzyanov, T.R. Impregnation of Crushed Stone with Bitumenous Compounds Using Propane/Butane Impregnation Process Carried out in Supercritical Fluid Conditions. *Am J Analyt Chem* **2014**, *05*, 945–956, doi:10.4236/ajac.2014.514102.
 46. Saul, S.; Corr, S.; Micklefield, J. Biotransformations in Low-Boiling Hydrofluorocarbon Solvents. *Angewandte Chemie International Edition* **2004**, *43*, 5519–5523, doi:10.1002/anie.200460082.
 47. Lu, J.; Feng, X.; Han, Y.; Xue, C. Optimization of Subcritical Fluid Extraction of Carotenoids and Chlorophyll a from *Laminaria Japonica* Aresch by Response Surface Methodology. *J Sci Food Agric* **2014**, *94*, 139–145, doi:10.1002/jsfa.6224.
 48. Lemos, C.O.T.; Garcia, V.A.D.S.; Gonçalves, R.M.; Leal, I.C.R.; Siqueira, V.L.D.; Filho, L.C.; Cabral, V.F. Supercritical Extraction of Neolignans from Piper Regnelli Var. Pallescens. *J Supercrit Fluids* **2012**, *71*, 64–70, doi:10.1016/j.supflu.2012.07.003.
 49. Gonçalves, R.M.; Lemos, C.O.T.; Leal, I.C.R.; Nakamura, C.V.; Cortez, D.A.G.; da Silva, E.A.; Cabral, V.F.; Cardozo-Filho, L. Comparing Conventional and Supercritical Extraction of (-)-Mammea A/BB and the Antioxidant Activity of Calophyllum Brasiliense Extracts. *Molecules* **2013**, *18*, 6215–6229, doi:10.3390/molecules18066215.
 50. Brunner, G. Supercritical Fluids: Technology and Application to Food Processing. *J Food Eng* **2005**, *67*, 21–33, doi:10.1016/j.jfoodeng.2004.05.060.
 51. da Silva, I.C.M.; dos Santos, W.L.; Leal, I.C.R.; Zoghbi, M. das G.B.; Feirhmann, A.C.; Cabral, V.F.; Macedo, E.N.; Cardozo-Filho, L. Extraction of Essential Oil from *Cyperus Articulatus* L. Var. *Articulatus* (Priprioca) with Pressurized CO₂. *J Supercrit Fluids* **2014**, *88*, 134–141, doi:10.1016/j.supflu.2014.02.001.

52. Giufrida, W.M.; Pinto, L.F.; Zanette, A.F.; Voll, F.A.P.; Kunita, M.H.; Cabral, V.F.; Cardozo-Filho, L. Liquid–Vapor Equilibrium Data of CO₂+dichloromethane+medroxyprogesterone System. *Fluid Phase Equilib* **2014**, *362*, 307–312, doi:10.1016/j.fluid.2013.10.037.
53. Sihvonen, M. Advances in Supercritical Carbon Dioxide Technologies. *Trends Food Sci Technol* **1999**, *10*, 217–222, doi:10.1016/S0924-2244(99)00049-7.
54. Raventós, M.; Duarte, S.; Alarcón, R. Application and Possibilities of Supercritical CO₂ Extraction in Food Processing Industry: An Overview. *Food Science and Technology International* **2002**, *8*, 269–284, doi:10.1106/108201302029451.
55. Garcia, V.A.D.S.; Cabral, V.F.; Zanoelo, É.F.; da Silva, C.; Filho, L.C. Extraction of Mucuna Seed Oil Using Supercritical Carbon Dioxide to Increase the Concentration of L-Dopa in the Defatted Meal. *J Supercrit Fluids* **2012**, *69*, 75–81, doi:10.1016/j.supflu.2012.05.007.
56. Pederssetti, M.M.; Palú, F.; da Silva, E.A.; Rohling, J.H.; Cardozo-Filho, L.; Dariva, C. Extraction of Canola Seed (*Brassica Napus*) Oil Using Compressed Propane and Supercritical Carbon Dioxide. *J Food Eng* **2011**, *102*, 189–196, doi:10.1016/j.jfoodeng.2010.08.018.
57. Lucinewton Silva de Moura Obtenção Supercrítica Do Extrato de Funcho ((*Foeniculum Vulgare*): Determinação Das Isothermas de Rendimento Global, de Parâmetros Cinéticos, Do Equilíbrio de Fases, Universidade Estadual de Campinas, 2004.
58. Condori, S.Q. Determinação de Parametros de Processos Nas Diferentes Etapas Da Extração Supercritica de Produtos Naturais: *Artemisia Annu*, *Cordia Verbenacea*, *Ocimum Selloi* e *Foeniculum Vulgare*, Universidade Estadual de Campinas, 2005.
59. Fernando Antonio Cabral Uso de Equações de Estado Cúbicas Para Estimativas de Solubilidade de Óleos Essenciais e de Seus Componentes Em Dióxido de Carbono, Universidade Estadual de Campinas, 1993.
60. Albuquerque, C.L.C.; Meireles, M.A.A. Defatting of Annatto Seeds Using Supercritical Carbon Dioxide as a Pretreatment for the Production of Bixin: Experimental, Modeling and Economic Evaluation of the Process. *J Supercrit Fluids* **2012**, *66*, 86–95, doi:10.1016/j.supflu.2012.01.004.
61. Mezzomo, N.; Mileo, B.R.; Friedrich, M.T.; Martínez, J.; Ferreira, S.R.S. Supercritical Fluid Extraction of Peach (*Prunus Persica*) Almond Oil: Process Yield and Extract Composition. *Bioresour Technol* **2010**, *101*, 5622–5632, doi:10.1016/j.biortech.2010.02.020.
62. Sovová, H. Rate of the Vegetable Oil Extraction with Supercritical CO₂—I. Modelling of Extraction Curves. *Chem Eng Sci* **1994**, *49*, 409–414, doi:10.1016/0009-2509(94)87012-8.

63. ACOSTA, D.E. Reaproveitamento de Resíduos de Itaúba (*Mezilaurus Itauba*) Por Meio de Extração Com CO₂ Em Estado Supercrítico, Universidade Federal de Santa Catarina - UFSC, 2013.
64. Rogério Favareto Extração de compostos bioativos utilizando CO₂ supercrítico de espécies do cerrado. Tese, Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia Goiano – Campus Rio Verde, 2016.
65. Barbosa, A.F.; Mendes, M.F.; Sabaa-Srur, A.U.O.; De Carvalho, M.G.; Pereira, C.D.S.S.; Maia, J.G.S.; De Carvalho Junior, R.N. Spilanthol Content in the Extract Obtained by Supercritical CO₂ at Different Storage Times of *Acmella Oleracea* L. *J Food Process Eng* **2016**, *40*, e12441, doi:10.1111/jfpe.12441.
66. de Souza e Silva, A.P.; Pires, F.C.S.; Ferreira, M.C.R.; Siqueira, L.M.M.; Ortiz de Menezes, E.G.; de Carvalho, M.E.F.; Nascimento, L.A.S. do; Santos, A.S.; Hamoy, A.O.; Hamoy, M.; et al. Antiarrhythmic Effects of Supercritical Extract of *Acmella Oleracea* in Rats: Electrophysiological Evidence and Cardioprotective Potential. *Plants* **2025**, *14*, 2848, doi:10.3390/plants14182848.
67. Gerbino, A.; Schena, G.; Milano, S.; Milella, L.; Barbosa, A.F.; Armentano, F.; Procino, G.; Svelto, M.; Carmosino, M. Spilanthol from *Acmella Oleracea* Lowers the Intracellular Levels of cAMP Impairing NKCC2 Phosphorylation and Water Channel AQP2 Membrane Expression in Mouse Kidney. *PLoS One* **2016**, *11*, e0156021, doi:10.1371/journal.pone.0156021.
68. Alperth, F.; Erhart, S.; Kunert, O.; Bucar, F. Simple Green Purification of Spilanthol from Natural Deep Eutectic Solvent and Ethanolic *Acmella Oleracea* (L.) R.K. Jansen Extracts Using Solid-Phase Extraction. *Separations* **2024**, *11*, 251, doi:10.3390/separations11080251.
69. Sampaio, I.M.G.; Guimarães, M. de A.; Lemos Neto, H. de S.; Maia, C. de L.; Viana, C. dos S.; Gusmão, S.A.L. de Recipientes e Densidades de Semeadura Combinadas Com o Tempo Na Produção de Mudas de Jambu. *Revista de Ciências Agrárias* **2019**, *62*, doi:10.22491/rca.2019.2996.
70. Garcia, V.A.D.S.; Cabral, V.F.; Zanoelo, É.F.; da Silva, C.; Filho, L.C. Extraction of *Mucuna* Seed Oil Using Supercritical Carbon Dioxide to Increase the Concentration of L-Dopa in the Defatted Meal. *J Supercrit Fluids* **2012**, *69*, 75–81, doi:10.1016/j.supflu.2012.05.007.
71. Lemos, C.O.T.; Garcia, V.A.D.S.; Gonçalves, R.M.; Leal, I.C.R.; Siqueira, V.L.D.; Filho, L.C.; Cabral, V.F. Supercritical Extraction of Neolignans from *Piper Regnelli* Var. *Pallescens*. *J Supercrit Fluids* **2012**, *71*, 64–70, doi:10.1016/j.supflu.2012.07.003.
72. Corrêa, G.; Souza, M.R. dos R.; Nascimento, E.S.; Rodrigues Bjerck, T.; Goncalves, J.E.; Moritz, C.M.F.; Sakai, O.A.; Silva, E.A. da; Santos, R.J.

- dos; da Silva, E.A.; et al. Supercritical CO₂ Extraction of Natural Compounds from Capuchin (*Tropaeolum Majus*) Leaves and Seeds. *Processes* **2024**, *12*, 1566, doi:10.3390/pr12081566.
73. Nurhaslina, C.R.; Andi Bacho, S.; Mustapa, A.N. Review on Drying Methods for Herbal Plants. *Mater Today Proc* **2022**, *63*, S122–S139, doi:10.1016/j.matpr.2022.02.052.
74. Freschet, G.T.; Pagès, L.; Iversen, C.M.; Comas, L.H.; Rewald, B.; Roumet, C.; Klimešová, J.; Zadworny, M.; Poorter, H.; Postma, J.A.; et al. A Starting Guide to Root Ecology: Strengthening Ecological Concepts and Standardising Root Classification, Sampling, Processing and Trait Measurements. *New Phytologist* **2021**, *232*, 973–1122, doi:10.1111/nph.17572.
75. Stat-Ease, I. Design Expert Software Version 7.1.3 2008.
76. StatSoft, I. Statistica: Data Analysis Software System Version 8.0 2008.
77. Mateus, L.S.; Dutra, J.M.; Favareto, R.; da Silva, E.A.; Ferreira Pinto, L.; da Silva, C.; Cardozo-Filho, L. Optimization Studies and Compositional Oil Analysis of Pequi (*Caryocar Brasiliense* Cambess) Almonds by Supercritical CO₂ Extraction. *Molecules* **2023**, *28*, 1030, doi:10.3390/molecules28031030.
78. Jesus, A.A.; Almeida, L.C.; Silva, E.A.; Filho, L.C.; Egues, S.M.S.; Franceschi, E.; Fortuny, M.; Santos, A.F.; Araujo, J.; Sousa, E.M.B.D.; et al. Extraction of Palm Oil Using Propane, Ethanol and Its Mixtures as Compressed Solvent. *J Supercrit Fluids* **2013**, *81*, 245–253, doi:10.1016/j.supflu.2013.06.011.
79. Anderson, K.E.; Siepmann, J.I. Solubility in Supercritical Carbon Dioxide: Importance of the Poynting Correction and Entrainer Effects. *J Phys Chem B* **2008**, *112*, 11374–11380, doi:10.1021/jp802374c.
80. Williams, J.R.; Clifford, A.A. *Supercritical Fluid Methods and Protocols*; Humana Press: New Jersey, 2000; Vol. 13; ISBN 1-59259-030-6.
81. Latief, M.; Muhaimin, M.; Tarigan, I.; Amanda, H.; Yulianti, N. Isolation and Characterization of Ethyl Acetate Fraction from *Abroma Augusta* L as an Anti-Inflammatory Agent. *Makara J Sci* **2021**, *25*, doi:10.7454/mss.v25i2.1173.
82. Temelli, F. Perspectives on Supercritical Fluid Processing of Fats and Oils. *J Supercrit Fluids* **2008**, *47*, 583–590, doi:10.1016/j.supflu.2008.10.014.
83. Uquiche, E.; Huerta, E.; Sandoval, A.; Del Valle, J.M. Effect of Boldo (*Peumus Boldus* M.) Pretreatment on Kinetics of Supercritical CO₂ Extraction of Essential Oil. *J Food Eng* **2011**, *109*, 230–237, doi:10.1016/j.jfoodeng.2011.10.013.

84. Khaw, K.-Y.; Shaw, P.N.; Parat, M.-O.; Falconer, J.R. Solvent Supercritical Fluid Technologies to Extract Bioactive Compounds from Natural Sources: A Review. *Molecules* **2017**, *22*, 1186, doi:10.3390/molecules22071186.
85. De Melo, M.M.R.; Silvestre, A.J.D.; Silva, C.M. Supercritical Fluid Extraction of Vegetable Matrices: Applications, Trends and Future Perspectives of a Convincing Green Technology. *J Supercrit Fluids* **2014**, *92*, 115–176, doi:10.1016/j.supflu.2014.04.007.
86. Brunner, G. Applications of Supercritical Fluids. *Annu Rev Chem Biomol Eng* **2010**, *1*, 321–342, doi:10.1146/annurev-chembioeng-073009-101311.
87. Reverchon, E.; De Marco, I. Supercritical Fluid Extraction and Fractionation of Natural Matter. *J Supercrit Fluids* **2006**, *38*, 146–166, doi:10.1016/j.supflu.2006.03.020.
88. Santo, A.T.D.E.; Siqueira, L.M.; Almeida, R.N.; Vargas, R.M.F.; Franceschini, G.D.N.; Kunde, M.A.; Cappellari, A.R.; Morrone, F.B.; Cassel, E. Decaffeination of Yerba Mate by Supercritical Fluid Extraction: Improvement, Mathematical Modelling and Infusion Analysis. *J Supercrit Fluids* **2020**, *168*, 105096, doi:10.1016/j.supflu.2020.105096.
89. Ramírez, P.; García-Risco, M.R.; Santoyo, S.; Señoráns, F.J.; Ibáñez, E.; Reglero, G. Isolation of Functional Ingredients from Rosemary by Preparative-Supercritical Fluid Chromatography (Prep-SFC). *J Pharm Biomed Anal* **2006**, *41*, 1606–1613, doi:10.1016/j.jpba.2006.02.001.
90. Azevedo, A.B.A.D.; Kieckbusch, T.G.; Mazzafera, P.; Mohamed, R.S.; Melo, S.A.B.V. De Extraction of Caffeine, Chlorogenic Acids and Lipids from Green Coffee Beans Using Supercritical Carbon Dioxide and Co-Solvents. *Brazilian Journal of Chemical Engineering* **2008**, *25*, 543–552, doi:10.1590/s0104-66322008000300012.
91. King, J.W. Modern Supercritical Fluid Technology for Food Applications. *Annu Rev Food Sci Technol* **2014**, *5*, 215–238, doi:10.1146/annurev-food-030713-092447.
92. Guo, T.; Huang, F.; Wan, C. Extraction of Rapeseed Cake Oil Using Subcritical R134a/Butane: Process Optimization and Quality Evaluation. *Food Science & Nutrition* **2019**, *7*, 3570–3580, doi:10.1002/fsn3.1209.
93. Sparks, D.; Zappi, M.; Blackwell, D.; Fleming, T.; Hernandez, R. Extraction of Rice Brain Oil Using Supercritical Carbon Dioxide and Propane. *J Am Oil Chem Soc* **2006**, *83*, 885, doi:10.1007/s11746-006-5042-x.
94. Trentini, C.P.; Cardozo-Filho, L.; Silva, C. Da; Cuco, R.P. Extraction of Macauba Kernel Oil Using Supercritical Carbon Dioxide and Compressed Propane. *Can J Chem Eng* **2018**, *97*, 785–792, doi:10.1002/cjce.23236.

95. Herrero, M.; Mendiola, J.A.; Cifuentes, A.; Ibáñez, E. Supercritical Fluid Extraction: Recent Advances and Applications. *J Chromatogr A* **2009**, *1217*, 2495–2511, doi:10.1016/j.chroma.2009.12.019.