

PREPARO DE AMOSTRAS E MÉTODOS PARA A DETERMINAÇÃO DO TEOR DE ÓLEO ESSENCIAL DE FRUTOS DE LIMOEIRO¹

HÉLIO GRASSI FILHO^{2*}, BRUNA BADRA PENTEADO³, CARLOS HENRIQUE DOS SANTOS⁴

RESUMO - Objetivou-se avaliar alternativas de preparo da amostra e os métodos quantitativos para a determinação do teor de óleo em frutos de limão. Os tratamentos foram avaliados por meio do delineamento estatístico inteiramente casualizado, em esquema fatorial 2x2x6, com quatro repetições, sendo duas variedades-copa de limoeiro verdadeiro ('Siciliano' e 'Eureka'), dois métodos analíticos para a determinação do teor de óleo (Scott e Clevenger) e seis formas de preparo dos frutos para análise (análise do fruto inteiro; frutos cortados na longitudinal e análise de 1/4; frutos cortados na longitudinal e análise de 1/2; frutos cortados ao meio e análise da parte superior; frutos cortados ao meio e análise da parte inferior; e análise de 2/8 do fruto). O método denominado de Clevenger foi o mais eficiente na determinação do teor de óleo essencial, e as formas de preparo de amostras 1/2 inferior, 1/2 superior, 1/4 longitudinal e 1/2 longitudinal dos frutos proporcionaram valores superiores de óleo essencial.

Termos para indexação: *Citrus limon*, limão, óleo essencial.

SAMPLES PREPARATION FORM AND METHODS OF ANALYSIS FOR DETERMINATION OF ESSENTIAL OIL CONTENT ON LEMON FRUITS

ABSTRACT - The aim of this research was to evaluate the samples preparation form and methods of analysis to determinate the essential oil content in 'Siciliano' and 'Eureka' lemon fruits. The better sample form was determined using the fresh and mature fruit, as following: analysis of full fruits, fruits cut in longitudinal way and analysis of 1/4 of this one, fruits cut in longitudinal way and analysis of the half, fruits cut in the middle and superior part analysis, fruits cut in the middle and inferior part analysis and 2/8 of fruits analysis. The treatments were evaluated by a completely randomized experimental design, in a factorial scheme 2x2x6, with four replications. It was concluded that the Clevenger method was more efficient on the determination of the oil content, and the fruits cut in the 1/2 inferior, 1/2 superior, 1/4 longitudinal and 1/2 longitudinal way provided superior values of essential oil content.

Index terms: *Citru limon*, lemon, essential oil.

A produção de limão, além de destinar-se para o consumo *in natura* e para indústria de suco, destina-se para extração do óleo essencial contido na casca dos frutos. Este óleo é comumente utilizado por indústrias de bebidas de refrigerantes, como também para fabricação de cosméticos, essências aromáticas e na culinária, entre outros.

Os frutos cítricos apresentam três partes morfológicamente diferentes: o epicarpo, o mesocarpo e o pericarpo. O epicarpo é a porção colorida da casca, conhecida como flavedo, e contém os carotenóides que diferenciam a cor da casca de laranja, tangerina, limão e outros. As glândulas de óleo estão presentes no flavedo e são as estruturas elevadas das cascas dos frutos que contêm o óleo essencial característico de cada cultivar (Ting & Rouseff, 1994).

O mercado é exigente quanto à qualidade da casca do limão, uma vez que esta característica é refletida diretamente na indústria, que requer rendimento na extração de óleo essencial. Entretanto, a necessidade de valorização da determinação do conteúdo de óleo total na casca de frutos cítricos surgiu com o início de sua industrialização (Almeida, 1995).

A determinação do teor de óleo essencial para frutos de limão é um assunto importante, mas que, até o momento, mereceu pouca atenção da comunidade científica, talvez pela pequena fatia do mercado de frutos cítricos destinados à extração de óleo essencial, ou pela dificuldade de se trabalhar com espécies cítricas que apresentam de 3 a 4 florescimentos por ano.

Assim sendo, este trabalho teve como objetivo avaliar os métodos quantitativos para a determinação do teor de óleo em frutos de limão, determinar quais as melhores formas de preparo de amostras destes frutos e a associação destes fatores com a produtividade.

A Fazenda Morrinhos está localizada a 25 km ao sudoeste de Botucatu, cujas coordenadas geográficas são: 22°58' de latitude sul e 48°36' de longitude oeste, encontrando-se a uma altitude média de 745 metros.

Os tratamentos foram avaliados por meio do delineamento

estatístico inteiramente casualizado, em esquema fatorial 2x2x6, com quatro repetições (Pimentel Gomes, 1990), sendo duas variedades-copa de limoeiro verdadeiro ('Siciliano' e 'Eureka'), dois métodos analíticos para a determinação do teor de óleo (Scott e Clevenger) e seis formas de preparo dos frutos para análise (análise do fruto inteiro; frutos cortados na longitudinal e análise de 1/4; frutos cortados na longitudinal e análise de 1/2; frutos cortados ao meio e análise da parte superior; frutos cortados ao meio e análise da parte inferior; e análise de 2/8 do fruto).

Os frutos foram coletados, no mês de julho, nos talhões São Francisco 41 e 61 (SF-41 e SF-61), que possuem plantadas as variedades-copa 'Siciliano' e 'Eureka', respectivamente. De cada tratamento, foram selecionados 16 frutos.

O teor de óleo essencial formado na casca foi determinado com base no 'Método de Scott' e no 'Método de Clevenger', que se encontram descritos por: Association of Official Analytical Chemists (Aoac, 1990), Shiota & Ito (1991) e Melendreras (1991).

Para a determinação da produção de óleo/hectare, utilizou-se a produção de frutos por hectare dos talhões SF-41 e SF-61, de 33,52 e 28,0 toneladas/hectare, multiplicados, respectivamente, pelos valores obtidos pelas determinações de óleo dos respectivos tratamentos.

A comparação entre as médias dos tratamentos foi realizada pelo teste de Tukey, ao nível de significância de 5%.

A Figura 1 mostra que houve diferença estatística, ao nível de 1% de probabilidade, pelo teste de Tukey, entre os métodos de determinação de óleo. O método Clevenger extraiu 11,28% mais óleo que o Scott, destacando-se também que ambos produziram de 5,13 e 4,61 kg de óleo por tonelada de fruto, respectivamente.

Os frutos de limão 'Siciliano' apresentaram maiores teores de óleo do que os de limão 'Eureka' (Figura 2). A produção das plantas de limão 'Siciliano' e 'Eureka' foi de 5,16 e 4,58 kg de óleo por tonelada de fruto, respectivamente.

Segundo Bartholomew & Sinclair (1951), deve-se esclarecer que, embora haja diferença na eficiência dos processos de extração de

¹ (Trabalho 011/2004). Recebido: 22/01/2004. Aceito para publicação: 09/03/2005.

² Prof. Adjunto - Depto. de RN/ Área de Ciência do Solo, FCA/UNESP, 18.603-970, Botucatu-SP. E-mail: heliograssi@fca.unesp.br/*Pesquisador Científico: bolsista do CNPq.

³ Graduanda em Agronomia, Bolsista de Iniciação Científica - CNPq, FCA/UNESP, Botucatu-SP. E-mail: bbpenteado@fca.unesp.br.

⁴ Pós-Doutorando - Depto. de RN/Área de Ciência do Solo, FCA/UNESP, 18.603-970, Botucatu-SP. E-mail: chenrique@fca.unesp.br.

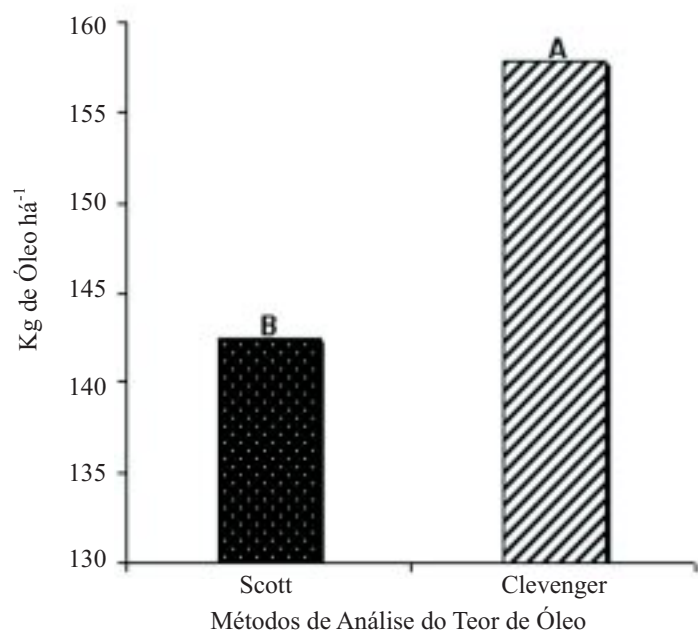


FIGURA 1 - Produção de óleo ha⁻¹ em função dos métodos de análise CV = 4,80% e dms = 2,93.

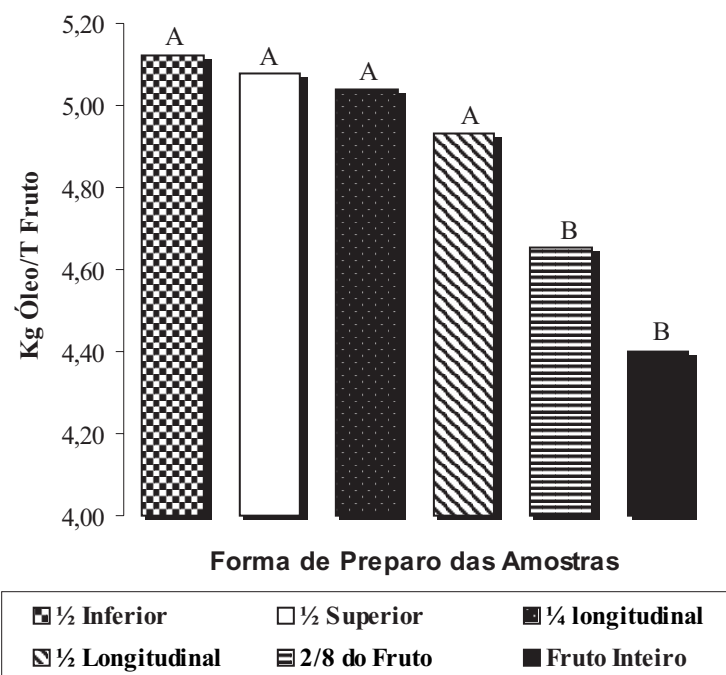


FIGURA 3 - Produção de óleo essencial por tonelada de fruto em função das formas de preparo de amostras de frutos. CV = 4,80% e dms = 2,93.

mistura e diluição do óleo no suco. Talvez, no caso das amostras fatiadas, exista uma relação mais favorável entre ambos, permitindo bom rendimento na determinação quando comparado com o fruto inteiro.

Com relação à diferenciação entre o teor de óleo obtido nas amostras fatiadas 1/2 Superior, 1/2 Inferior, 1/2 Longitudinal e 1/4 Longitudinal comparado com as fatias de 2/8 do fruto, destaca-se que pode haver perda de óleo no preparo das amostras. Provavelmente, quanto menor o número de fatias nos frutos, menor a chance de causar rompimento das glândulas de óleo durante o corte, e menor a perda deste antes de se realizar a determinação.

Para uma avaliação mais criteriosa, a metodologia de análise deve considerar que as glândulas não se distribuem de maneira homogênea no fruto. A região peduncular, por exemplo, apresenta maior número de glândulas que a apical, além do que, a relação entre o número de glândulas e a superfície e a espessura da casca não se apresenta uniforme por todo o fruto (Bartholomew & Sinclair, 1951). Associado a estes fatores, deve-se considerar também que a distribuição das glândulas nos frutos pode variar entre as variedades-copa de limoeiro.

Nestas condições, pode-se concluir que o método denominado de Clevenger foi o mais eficiente na determinação de óleo essencial e que as formas de preparo de amostras 1/2 inferior, 1/2 superior, 1/4 longitudinal e 1/2 longitudinal dos frutos proporcionaram valores maiores de óleo essencial do que a análise do fruto inteiro ou a análise de 2/8 do fruto.

REFERÊNCIAS

- ALMEIDA, E.L.P. Limão Siciliano: mais uma opção para o citricultor. *Laranja*, Cordeirópolis, v.16, n.2, p.335-339, 1995.
- ALVES, F.L. **Características físicas, químicas e físico-químicas de frutos de cultivares de limão (*Citrus limon* Burm.)**. 1986. 201f. Dissertação (Mestrado em Produção Vegetal - Área de Horticultura) - Faculdade de Ciências Agrônômicas, Universidade Estadual Paulista, Botucatu, 1986.
- ASSOCIATION OF OFFICIAL ANALYTICAL CHEMISTS. **Official methods of analysis**. 15th ed. Washington, 1990. v.2, 1.278p.
- BARTHOLOMEW, E.T.; SINCLAIR, W.B. **The lemon fruit: its composition, physiology and products**. Berkeley: University of California, 1951. 163p.

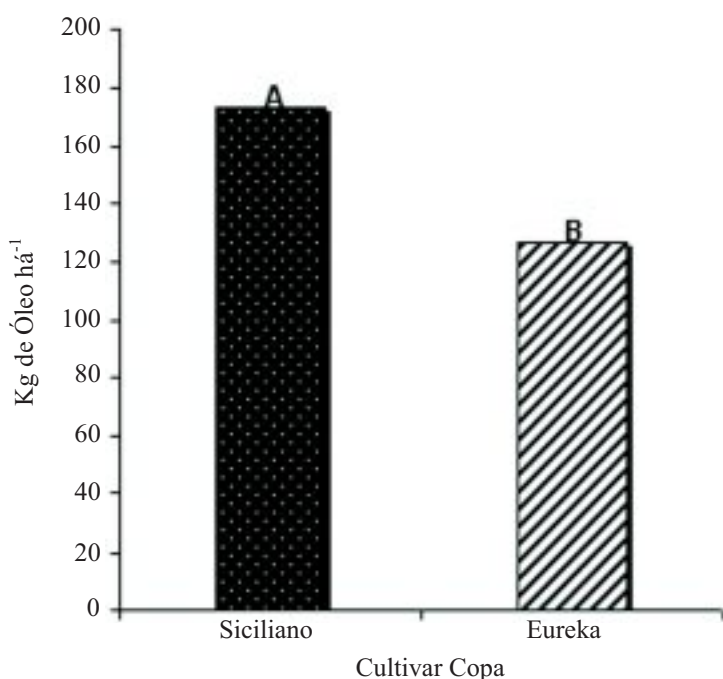


FIGURA 2 - Produção de óleo ha⁻¹ em função da variedade copa. CV = 4,80% e dms = 2,93.

óleo, o rendimento do produto pode ser influenciado pela coloração, espessura da casca e localização das glândulas na casca dos frutos. Para Laencina Sanches et al. (1988), o rendimento também pode estar associado ao material genético e à diferença na resposta destes materiais às condições ambientais, entre outros.

A diferença de rendimento de teor de óleo essencial entre os limoeiros também foi constatada por Alves (1986) e Bartholomew & Sinclair (1951). Segundo estes autores, dos frutos do limoeiro 'Eureka', foi possível extrair 4,31 kg de óleo por tonelada de fruto, enquanto para o 'Lisboa' o rendimento foi de 4,58 e o 'Villafranca' de 4,85 kg de óleo por tonelada/fruto.

De acordo com a Figura 3, as formas de preparo das amostras, 1/2 Superior, 1/2 Inferior, 1/2 Longitudinal e 1/4 Longitudinal, para as duas metodologias de análise, são semelhantes entre si e maiores que as duas últimas, ou seja, 2/8 do fruto e fruto inteiro, de acordo com o teste de Tukey, ao nível de 5% de probabilidade. A diferenciação entre as amostras fatiadas com o fruto inteiro pode estar correlacionada com o efeito de

- LAENCINA SANCHES, J.; MELENDRERAS, F.C.; FLORES, J. et al. Characteristics and essential oil of leaves, flowers and fruits of lemon-tree flowers and fruits of lemon-tree cultivars. In: **International citrus congress**, 4., 1984, São Paulo. *Proceedings...* São Paulo:ISCC, 1988. p. 11.
- MELENDRERAS, F.A. Influencia de diferentes métodos aplicados al fruto sobre el rendimiento en aceite esencial de limón. **Agrochimica**, Pisa, n. 4, v. 35, p. 305-313, 1991.
- PIMENTEL GOMES, F. **Curso de estatística experimental**. 13. ed. Piracicaba: ESALQ-USP, 1990. 468 p.
- SHIOTA, H.; ITOO, S. The characteristics of the peel oil obtained from shima-mikan (*Citrus Kinokuni* Hort. ex Tanaka). **Flavour and Fragrance Journal**, Chichester, v.6, p.57-62, 1991.
- TING, S.V.; ROUSEFF, R.L. **Citrus fruits and their products: analysis and technology**. New York: Marcel Dekker, 1994. 293p.