

Universidade Federal da Grande Dourados

Fernanda Santana de Oliveira

Padronização do processo de secagem e de extração
de óleos essenciais em subprodutos de hortelã
(*Mentha* spp)

Dourados, MS

2023

Fernanda Santana de Oliveira

Padronização do processo de secagem e de extração
de óleos essenciais em subprodutos de hortelã
(*Mentha* spp)

Trabalho de conclusão de curso em formato
de artigo, apresentado à faculdade de
engenharia, para a obtenção do título de
bacharel em engenharia de alimentos na
Universidade Federal da Grande Dourados.

Orientadora: Prof. Dra. Eliana Janet
Sanjinez. Argandona

Dourados

2023

Padronização do processo de secagem e de extração de óleos essenciais em subprodutos de hortelã (*Mentha* spp)

Standardization of the drying and oil extraction process essentials in mint by-products (*Mentha* spp)

Fernanda Santana de Oliveira¹

Eliana Janet Sanjinez Argandona²

Resumo: Resíduos gerados na indústria alimentícia podem ser fonte de matéria-prima para a extração de compostos bioativos, evitando o descarte e obtendo um produto com maior valor agregado. Portanto, o objetivo do estudo foi determinar as condições de secagem e de extração de substâncias voláteis dos subprodutos de hortelã. Iniciando pela cinética de secagem do resíduo de hortelã em diferentes temperaturas, utilizando os modelos matemáticos de Page, Verna, Aproximação de difusão, Wang e Singh, Dois termos, Logarítmico, Lewis, Henderson e Pabis, Henderson e Pabis modificado e Page modificado, para o ajuste dos dados experimentais e avaliados segundo os coeficientes de determinação (R^2) e desvio quadrático médio (DQM). A cinética de secagem foi realizada em triplicata em desidratador com circulação de ar com velocidade média de 0,5 m/s, nas temperaturas de 50°C, 60°C e 70°C, por tempos determinados até massa constante. A análise de regressão não-linear, pelo método Quasi Newton, foi realizada através do programa Statistica 8.0, onde os valores dos parâmetros dos modelos matemáticos foram estimados em função da temperatura do ar de secagem. Em todas as condições de processo, os modelos matemáticos testados aos dados experimentais apresentaram ajustes satisfatórios aos dados da cinética de secagem, destacando-se os modelos de Page, Wang e Singh, Page modificado e Aproximação de difusão, por apresentarem melhores coeficientes estatísticos para descrever a cinética de secagem de resíduo de hortelã, com $R^2 > 0,99$ e $DQM < 0,03$. Observou-se que o aumento da temperatura do ar de secagem reduziu o tempo de secagem para atingir o seu equilíbrio termodinâmico e o teor de água final do produto. Quanto a extração das substâncias voláteis, esta foi realizada em destilador de óleos essenciais semi-industrial por hidrodestilação e por aparelho tipo Clevenger, afim de comparar os dois métodos de extração. O material extraído da hidrodestilação não apresentou separação de fases, obtendo-se um hidrolato aromático, que foi analisado por cromatografia gasosa com componentes químicos semelhantes aos do óleo essencial de folhas de hortelã, destacando-se o mentol como componente maioritário.

Palavras-chave: Modelagem matemática; resíduos de *Mentha*; extração de compostos voláteis.

¹ UFGD – Universidade Federal da Grande Dourados

² UFGD – Universidade Federal da Grande Dourados

Abstract: Waste generated in the food industry can be a source of raw material for the extraction of bioactive compounds, avoiding disposal and obtaining a product with greater added value. Therefore, the aim of the study was to determine the conditions for drying and extracting volatile substances from mint by-products. Starting with the drying kinetics of mint residue at different temperatures, using the mathematical models of Page, Verna, Diffusion approximation, Wang and Singh, Two terms, Logarithmic, Lewis, Henderson and Pabis, Modified Henderson and Pabis and Modified Page, to the adjustment of the experimental and evaluated data according to the coefficients of determination (R^2) and mean squared deviation (DQM). The drying kinetics was performed in triplicate in a dehydrator with air circulation at an average speed of 0.5 m/s, at temperatures of 50°C, 60°C and 70°C, for determined times until constant mass. The non-linear regression analysis, using the Quasi Newton method, was carried out using the Statistica 8.0 program, where the parameter values of the mathematical models were estimated as a function of the drying air temperature. In all process conditions, the mathematical models tested to the experimental data showed satisfactory adjustments to the drying kinetics data, with emphasis on the models of Page, Wang and Singh, Modified Page and Diffusion Approximation, for presenting better statistical coefficients to describe the drying kinetics of mint residue, with $R^2 > 0.99$ and $DQM < 0.03$. It was observed that increasing the temperature of the drying air reduced the drying time to reach its thermodynamic equilibrium and the final water content of the product. As for the extraction of volatile substances, this was carried out in a semi-industrial essential oil distiller by hydrodistillation and a Clevenger type apparatus, in order to compare the two extraction methods. The material extracted from the hydrodistillation did not present phase separation, obtaining an aromatic hydrolate, which was analyzed by gas chromatography with chemical components similar to those of the essential oil of mint leaves, with menthol standing out as the major component.

Keywords: Mathematical modeling; *Mentha* residue; extraction of volatile compounds.

1. Introdução

O processo de secagem é um método de retirada do excesso de água por meio da evaporação, comumente decorre da aplicação de ar quente, com transferência simultânea de massa e calor entre o ar e o produto (Silva et al., 2016). A secagem dos produtos é o processo mais utilizado para assegurar a qualidade de alguns materiais agrícolas, considerando que a diminuição da quantidade de água do material reduz a atividade biológica e as mudanças químicas e físicas que ocorrem durante o armazenamento (Resende et al., 2008). A remoção de parte da água de um produto é importante para evitar proliferação de microrganismos e manter a durabilidade e a qualidade do produto (Silveira et al., 2013).

A cinética de secagem, também compreendida como o estudo da velocidade de perda de umidade com que determinado produto perde água, é influenciada pelas propriedades intrínsecas do material, assim como pela temperatura, a umidade relativa do ar, a velocidade do ar e a geometria do material a ser seco (Silva et al., 2015). A cinética de secagem é frequentemente descrita por meio de modelos matemáticos que descrevem a variação da umidade do material ao longo do tempo. Esses modelos são importantes para prever a cinética de secagem em diferentes condições e para otimizar o processo (Reis et al., 2015). Existem vários modelos matemáticos para descrever a cinética de secagem. A escolha do modelo matemático mais adequado para descrever a cinética de secagem depende das características do material e das condições de operação.

A hortelã (*Mentha* spp) é uma herbácea da família Lamiaceae com inúmeras variedades cultivadas. Originária da Ásia, atualmente é cultivada em todo o mundo, o gênero caracteriza-se por ser uma planta medicinal e aromática com propriedades antifúngica, antisséptica, diurética e analgésica, devido a seus compostos bioativos como compostos fenólicos, fitosteróis e terpenos (Uritu et al., 2018, Nazem et al., 2019, Rocha et al., 2020)), tradicionalmente é utilizada na medicina popular para o tratamento de bronquite, náuseas, flatulência (Mahboubi, 2021). Além disso é utilizada como agente aromatizante em alimentos, bebidas, confeitaria, perfumaria, higiene bucal e medicamentos (Keifer et al., 2009), folhas de hortelã são comumente inseridas em polpas de frutas como no suco de abacaxi, tendo excelente aceitação entre os consumidores, o que representa considerável percentual na comercialização de polpas congeladas. Durante o processamento de polpa congelada de abacaxi com hortelã, só as folhas maiores são incorporadas na polpa, os talos e as folhas menores são resíduos provenientes do processo, atualmente descartados. O aproveitamento desses resíduos, pode gerar matéria prima com grande empregabilidade industrial, como óleos essenciais, que possuem alto valor comercial e uso abrangente, além de favorecer a economia de recursos, evitar o desperdício, diminuir a poluição e danos ao meio ambiente.

Os óleos essenciais podem ser utilizados nos alimentos para conferir aroma, gosto e cor (Aitboulahsen et al., 2018), além de suas propriedades antioxidantes (Bonilla et al., 2018; Freitas e Cattelan, 2018) e antimicrobianas (Dabrowska et al., 2020, Gonçalves et al., 2017). No entanto, devido serem muito instáveis, torna-se necessário preservar os compostos aromáticos de forma a impedir ou minimizar as alterações provocadas na presença de ar, luz ou quando expostos a temperaturas elevadas. Assim, condições ideais de secagem e manipulação dos produtos naturais podem colaborar para preservar os compostos bioativos. Especificamente no caso da obtenção de óleos voláteis, é necessário estabelecer as melhores condições de secagem do material e extração do óleo para aumentar o rendimento e preservar as substâncias ativas (Mattana et al., 2015, Oliveira et al., 2017).

Almejando minimizar os impactos ambientais e os custos da produção causados pelo descarte inadequado dos resíduos agroindustriais, é de grande interesse que se estabeleça a melhor condição de secagem para que posteriormente possa haver obtenção de óleo essencial, sem grandes perdas pela desidratação. Do exposto, o objetivo do estudo foi ajustar modelos matemáticos aos dados experimentais de secagem do resíduo de hortelã em diferentes temperaturas para posterior extração do óleo essencial.

2. Material e métodos

O estudo foi desenvolvido no laboratório do Grupo de Estudo em Produtos e Processos Agroindustriais do Cerrado – LabGEPPAC, na Universidade Federal da Grande Dourados – UFGD. Resíduo de hortelã (talos e folhas pequenas) do beneficiamento de polpa congelada de abacaxi/hortelã foram doados pela empresa Polpa Real, do município de Itaporã, MS. O material foi mantido em temperatura de congelamento -20°C até o momento da secagem.

2.1. Secagem

A secagem do material foi realizada em um secador convencional de leito fixo por convecção forçada do ar (figura 1). O resíduo foi cortado (talos com folhas) e disposto em camada fina em bandejas de malha de aço inoxidável (8mesh) com área retangular de 49cm². As cinéticas de secagem foram determinadas nas temperaturas de 50, 60 e 70°C, a velocidade de ar quente foi mantida constante em 0,5 m/s. A umidade relativa do ambiente foi determinada em cada ensaio.



Figura 1: Secador elétrico de leito fixo

FONTE: Autor

A perda de massa das amostras foi verificada em triplicata, pesando-se em intervalos de 10 min de secagem durante a primeira hora e a cada 15 min durante o restante do processo, até atingir o equilíbrio dinâmico com o ar de secagem (peso constante), sendo então determinada a massa seca em estufa a $105 \pm 3^\circ\text{C}$ por um período até massa constante, de acordo com a metodologia do Instituto Adolfo Lutz (IAL, 2008). Com os dados experimentais se calculou a razão de umidade (RU) das amostras, de acordo com a Equação 1.

$$RU = \frac{U - U_e}{U_i - U_e} \quad \text{Eq. (1)}$$

Onde, RU é a razão de umidade da amostra (adimensional), U_i , U e U_e são os teores de água da amostra inicial, em um determinado tempo de secagem e no equilíbrio ($\text{gH}_2\text{O.gss}^{-1}$), respectivamente.

Para descrever as cinéticas de secagem foram utilizados os modelos matemáticos de Page, Verna, Henderson, Wang e Singh, Dois termos, Logarítmico, Lewis, Henderson e Pabis, Henderson e Pabis modificado e Page modificado (Tabela 1), utilizando-se análise de regressão não linear, pelo método Quasi-Newton, com o programa computacional STATISTICA versão 8.0.

Tabela 1- Modelos matemáticos utilizados para o ajuste de dados experimentais da cinética de secagem de resíduos da hortelã.

Modelo	Equação	Referência	Eq.
Page	$RU = \exp(-k \cdot t^n)$	(Page, 1949)	(2)

Verna	$RU = a \cdot \exp(-k \cdot t) + (1 - a) \exp(-g \cdot b \cdot t)$	(Verna et al. 1985)	(3)
Wang e Sing	$RU = 1 + a \cdot t + b \cdot t^2$	Costa et al. (2015)	(4)
Dois termos	$RU = a \cdot \exp(-k_0 \cdot t) + b \cdot \exp(-k_1 \cdot t)$	Jittanit (2011)	(5)
Logarítmico	$RU = a \cdot \exp(-k \cdot t) + c$	Diógenes et al. (2013)	(6)
Lewis	$RU = \exp(-k \cdot t)$	Lewis (1921)	(7)
Henderson e Pabis	$RU = a \cdot \exp(-k \cdot t)$	Henderson e Pabis (1961)	(8)
Henderson e Pabis modificado	$RU = a \cdot \exp(-k \cdot t) + b \cdot \exp(g \cdot t) + c \cdot \exp(h \cdot t)$	(Karantos, 1999)	(9)
Page modificado	$RU = \exp(-(k \cdot t)^n)$	Arslan e Ozcan (2010)	(10)
Aproximação da difusão	$RU = a \cdot \exp(-k \cdot t) + (1 - a) \cdot \exp(-k \cdot b \cdot t)$	Faria et al. (2012)	(11)

Onde: RU - razão de umidade do produto, adimensional; a, b, k, n, g, c, h - parâmetros dos modelos; t - tempo de secagem, min.

Como critério de seleção para melhor ajuste dos modelos aos dados experimentais foram o coeficiente de determinação (R^2), e o desvio quadrático médio (DQM) calculado pelas equações 12 e 13.

$$R^2 = \left(\frac{\sum_{i=1}^n [(\theta_{oi} - \bar{\theta}_o) \cdot (\theta_{ei} - \bar{\theta}_e)]}{\sqrt{\sum_{i=1}^n (\theta_{oi} - \bar{\theta}_o)^2 \cdot \sum_{i=1}^n (\theta_{ei} - \bar{\theta}_e)^2}} \right)^2 \quad \text{Eq.(12)}$$

Sendo: R^2 – coeficiente de determinação (adimensional).

$$DQM = \left[\frac{1}{n} \sum_{i=1}^n (RU_{pred,i} - RU_{exp,i})^2 \right]^{\frac{1}{2}} \quad \text{Eq.(13)}$$

Onde: DQM - desvio quadrático médio; RU_{pred} - razão de água predita pelo modelo; RU_{exp} - razão de água experimental; n - número de observações realizadas durante o experimento.

Com os dados de teor de água (b.s.), dos resíduos de hortelã em cada tempo de desidratação, calculou-se as taxas de secagem, de acordo com a equação 14.

$$TX = \frac{X_{t+dt} - X_t}{dt} \quad \text{Eq.(14)}$$

Onde: TX – taxa de secagem; X_{t+dt} – teor de água em $t + dt$; X_t – teor de água em um tempo específico (b.s.); t – tempo de secagem.

2.2. Extração do óleo essencial

Com o objetivo de estabelecer as condições ideais para extração do óleo essencial dos resíduos secos de hortelã, foi realizada a comparação da extração do óleo essencial dos resíduos da hortelã em relação a dois métodos: destilação pelo aparato de Clevenger e destilação com equipamento extrator de óleos essenciais de grande porte.

2.2.1. Aparelho tipo Clevenger

A partir do resíduo desidratado foi extraído o óleo essencial e o hidrolato, pelo método de hidrodestilação em aparelho Clevenger (Figura 2). O resíduo seco previamente triturado (80g) foi incorporado a um balão contendo 1200 mL de água destilada, logo foi acoplado ao sistema de extração Clevenger, procedendo-se à extração das substâncias voláteis, conforme descrito por Viscardi et al. (2017).

O tempo de duração da extração foi de aproximadamente 210 minutos. O hidrolato foi coletado juntamente com o óleo essencial, a separação dos componentes foi realizada utilizando funil de separação e logo em seguida transferido para frascos *ependorf* e armazenados sob refrigeração.



Figura 2 – Processo de extração de óleo essencial por Clevenger.
FONTE: Autor

2.2.2. Destilador de óleos essenciais semi-industrial Tecnal

A extração das substâncias voláteis foi realizada também pelo método de hidrodestilação em destilador de óleos essenciais semi-industrial da Tecnal (Figura 3). O destilador foi alimentado com o material seco em diferentes proporções de massa (subproduto de hortelã) e volume de água, sendo estes: A) 250g:11L. B) 200g:8,5L e C) 150g:6,5L, com o objetivo de avaliar a melhor condição de processo para a obtenção de óleo essencial. Transcorrido o tempo de extração, todo o conteúdo do vidro coletor era recolhido, na mesma quantidade de material para cada uma das condições de processo (A, B e C). O material extraído era transferido para um balão de separação com a finalidade de coletar o hidrolato com maior conteúdo de partículas de óleo (parte superior do balão). O hidrolato recolhido foi armazenado em tubos *Eppendorf*, para posterior análise.



Figura 3: Destilador de óleos essenciais semi-industrial

FONTE: Autor

2.3. Análise cromatográfica

O perfil cromatográfico do produto obtido foi realizado no laboratório de Química da Universidade Estadual do Mato Grosso do Sul. As amostras foram preparadas fracionando 1 mL da amostra com 1 mL de hexano e após a formação de fase a fração hexanica foi retirada e analisada. A análise foi realizada usando um cromatógrafo gasoso equipado com um detector de espectrômetro de massa (GCMS-QP2010 Ultra, Shimadzu, Kyoto, Japão). Foi utilizada coluna DB-5 (30 m de comprimento, 0,25 mm de diâmetro interno, 0,25 μ m de espessura de filme), com hélio (99,999% de pureza) como gás de arraste, a uma vazão de 1,0 mL/min e um volume de injeção de 1 μ L (no modo split, 1:10). A temperatura inicial do forno foi de 50°C, com aquecimento

a 280°C a 3°C/min. A temperatura do injetor foi de 220°C e as temperaturas da linha de transferência e do detector quádruplo foram de 280 °C.

Os parâmetros de varredura de MS incluíram tensão de ionização por impacto de elétrons a 70V, uma faixa de massa de 50 a 600 Daltons e um intervalo de varredura de 0,3s. O índice de retenção foi calculado usando uma mistura de alcanos lineares (C7-C40) como referência externa. A identificação dos compostos foi obtida comparando-se os espectros de massa das amostras com os espectros disponíveis nas bibliotecas Nist21 e Wiley229, bem como com dados reportados na literatura (Adams, 2007).

3. Resultados e Discussão

3.1. Secagem

Na Tabela 2 encontram-se os parâmetros obtidos para os modelos matemáticos ajustados aos dados experimentais das cinéticas de secagem do resíduo de hortelã nas temperaturas de 50, 60 e 70°C. Os modelos com melhor ajuste foram selecionados em função do coeficiente de determinação (R^2) próximo de um e, do desvio quadrático médio (DQM), próximo de zero (Martins et al., 2014).

Todos os modelos apresentaram valores de R^2 maiores que 0,97 e valores de DQM menores que 0,06. De acordo com Araújo et al. (2017), valores de R^2 maiores que 0,98 indicam que os modelos matemáticos representam satisfatoriamente o comportamento de secagem. Diante disso, os modelos de Page, Wang e Singh, Logarítmico, Page modificado e Aproximação de difusão apresentaram os melhores ajustes aplicados na cinética de secagem do resíduo de hortelã com R^2 maior que 0,99 e DQM menor que 0,03, para a secagem realizada nas temperaturas de 50, 60 e 70°C.

De acordo com Martins et al. (2015) o parâmetro “k” representa a difusividade efetiva no processo de secagem e aumenta com o incremento da temperatura, como foi observado no presente estudo. O parâmetro “n” do modelo Page modificado e Page está relacionado com a resistência interna do material de secagem (Perez et al., 2013) e não se observou relação direta com o aumento da temperatura. Santos et al. (2017) na secagem de casca de pitaya (*Hylocereus undatus*), também não observaram influência da temperatura no parâmetro “n”. Os demais parâmetros dos modelos também não apresentaram relação direta com o aumento da temperatura.

Tabela 2- Parâmetros de modelos matemáticos ajustados à cinética de secagem do resíduo de hortelã nas temperaturas de 50, 60 e 70°C.

Modelo	Parâmetro	Temperatura		
		50°C	60°C	70°C
Lewis	k	0,026954	0,030161	0,033899

	R ²	0,978002	0,962616	0,971092
	DQM	0,047515	0,061270	0,053914
	K	0,006969	0,005381	0,008831
	n	1,363259	1,482333	1,382150
	R ²	0,998220	0,998560	0,994590
Page	DQM	0,013540	0,011990	0,024740
Page modificado	k	0,026174	0,029459	0,032653
	n	1,363804	1,483203	1,382375
	R ²	0,998221	0,998561	0,994587
	DQM	0,013539	0,01199	0,023321
Wang e Singh	a	0,019591	-0,021938	-0,024507
	b	0,000095	0,000115	0,000147
	R ²	0,995580	0,996440	0,999260
	DQM	0,019980	0,018890	0,008670
Henderson e Pabis	k	0,028481	0,032166	0,035432
	a	1,058883	1,067645	1,047945
	R ²	0,982279	0,969772	0,974544
	DQM	0,042644	0,055094	0,050597
Verna	K	0,026954	0,007640	0,065765
	a	0,036553	-4,047970	-16,862400
	g	0,026954	0,010667	0,062754
	R ²	0,978000	0,994170	0,993330
	DQM	0,043740	0,024210	0,025890
Aproximação de difusão	a	-50,415900	-20,974500	-9,393930
	b	0,983976	0,957033	0,921056
	k	0,052049	0,063695	0,066960
	R ²	0,997881	0,997042	0,993311
	DQM	0,014729	0,017252	0,025923
Logarítmico	a	1,142936	1,421818	1,306612
	K	0,022509	0,017594	0,021269
	c	-0,108083	-0,393390	-0,294579
	R ²	0,992116	0,994827	0,996862
	DQM	0,028443	0,022787	0,017784
Dois termos	a	0,529282	0,533823	0,523972
	k0	0,028462	0,032165	0,035432
	b	0,529282	0,533823	0,523973
	k1	0,028497	0,032166	0,035432
	R ²	0,982279	0,996956	0,974544
	DQM	0,042644	0,055094	0,050597
	a	0,35292	0,355879	0,34925

Henderson e Pabis modificado	k	0,028454	0,032166	0,035425
	b	0,35292	0,355879	0,34925
	k0	0,028457	0,032166	0,035423
	c	0,35292	0,355879	0,34925
	k1	0,028513	0,032165	0,035401
	R ²	0,982279	0,969772	0,974544
	DQM	0,042644	0,055094	0,050597

Onde: R², coeficiente de determinação e DQM, desvio quadrático médio.

Os modelos de maior convergência com os dados experimentais foram os modelos de Page, Page modificado, Aproximação da difusão e Wang e Singh. Porém os modelos de Page e Page modificado apresentaram maior R² (0,998) para as cinéticas de secagem a 50 e 60°C e R² de 0,994 para a cinética a 70°C. Os valores de DQM foram menores (0,0086 a 0,0199), o que indica que esses modelos são os que melhor representam a cinética de secagem de resíduo de hortelã nas condições estudadas, selecionando-os para representação das curvas de secagem (Figuras 4,5 e 6).

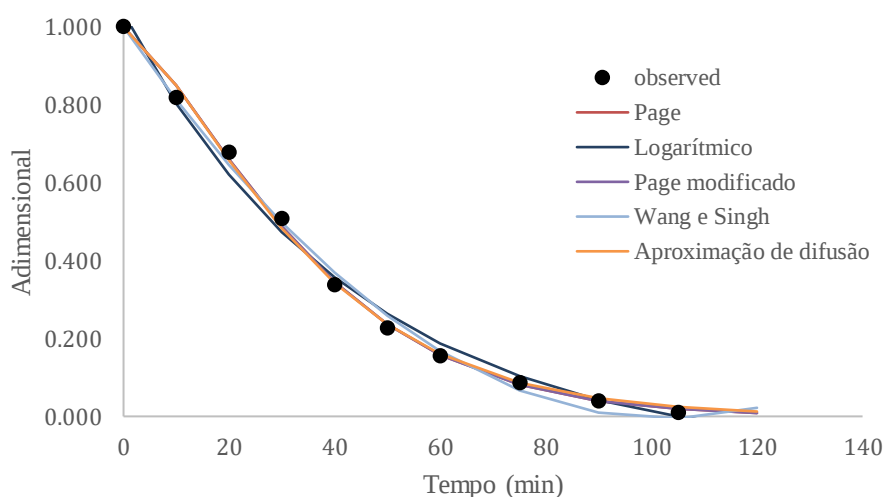


Figura 4 – Cinética de secagem em temperatura de 50°C para resíduos de hortelã e ajuste de modelos matemáticos.

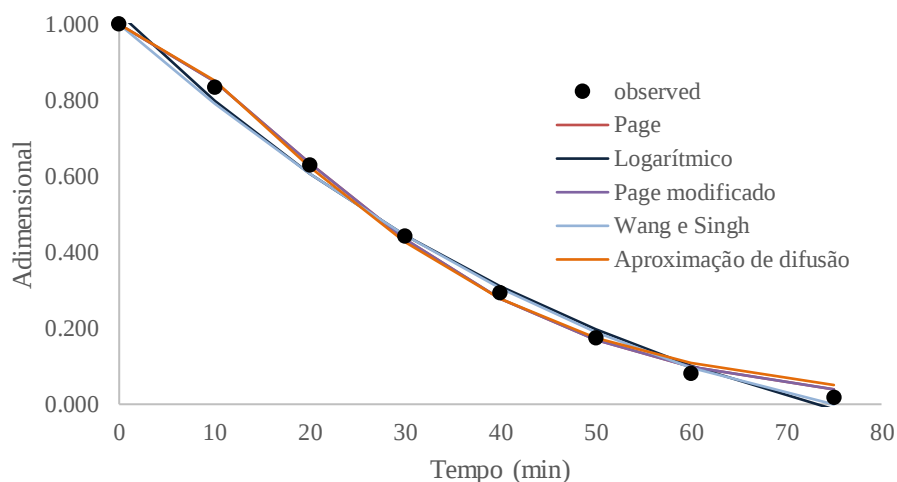


Figura 5 - Cinética de secagem em temperatura de 60°C para resíduos de hortelã e ajuste de modelos matemáticos

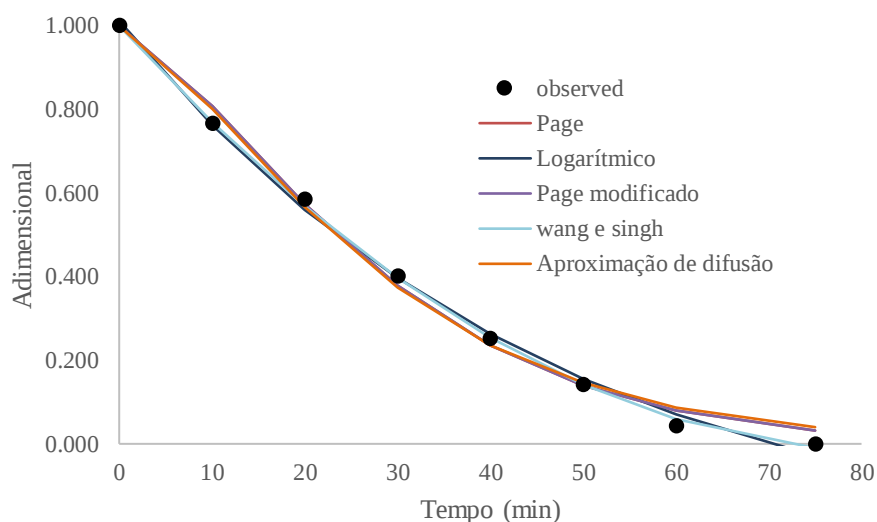


Figura 6 - Cinética de secagem em temperatura de 70°C para resíduo de hortelã e ajuste de modelos matemáticos

Na desidratação em secador convencional onde somente a velocidade de ar e a temperatura são controladas, a umidade do ar de secagem é influenciada pela umidade relativa de equilíbrio do ambiente. Quanto maior a umidade presente no ar (alta umidade relativa), menor é a taxa de secagem (Babu et al., 2018). A diminuição da taxa de secagem é também influenciada pelo encolhimento da amostra, o que promove mudanças na estrutura do material à medida que a secagem avança, culminando com o endurecimento superficial, o que aumenta a resistência à transferência de água (Wang et al., 2018; Moraes et al., 2019).

As curvas de secagem representadas na figura 7 mostram que independentemente da temperatura, a taxa de evaporação de água do material foi mais rápida no início do processo, em

função da água disponível ou fracamente ligada aos constituintes do material, diminuindo ao longo do tempo conforme se aproximava do teor de umidade de equilíbrio. Martins et al. (2014) relataram que ao final da secagem, a água encontra-se intrinsecamente ligada à amostra, necessitando de maior energia para a sua evaporação. Assim, o processo ocorre mais lentamente resultando em menores valores da taxa de secagem. Portanto, com o aumento da temperatura houve diminuição no tempo de secagem.

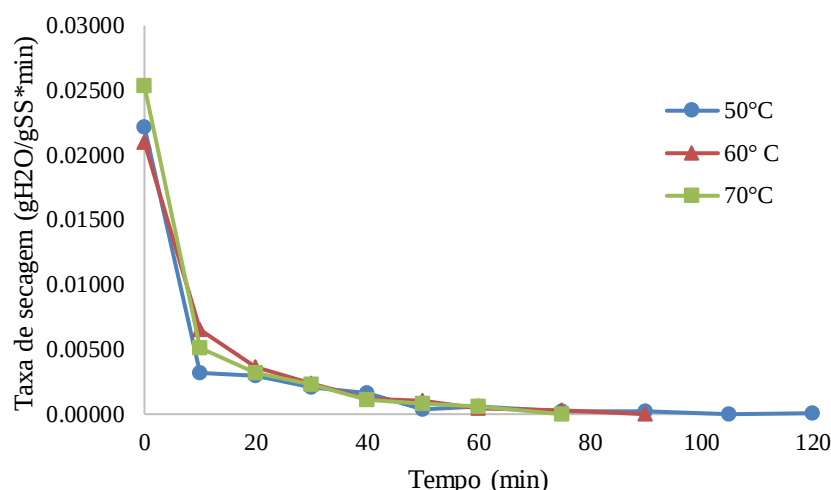


Figura 7 - Taxa de secagem em função do tempo de secagem do resíduo de hortelã em diferentes temperaturas de secagem.

3.2. Extração do óleo essencial

A Figura 8 mostra o líquido condensado (água+óleo) extraído no equipamento semi-industrial (A) e no Clevenger (B). Observa-se que não houve separação de fases (oleosa e aquosa) durante a condensação do extrato de resíduos de hortelã (folhas pequenas e talos) em ambos os métodos. Isto é, visualmente não foi observada a separação do OE da água condensada, porém o aroma característico da hortelã foi percebido na água de arraste do vapor.

Durante o processo de extração do óleo essencial, a água que arrasta os constituintes voláteis fica aromatizada, a qual é chamada de hidrolato (Rajeswara Rao et al., 2016) e, embora seja considerada um efluente da extração, pode ter diversas aplicações, como por exemplo, na elaboração de xaropes e em cosmetologia (Teske e Trentini, 1997). Segundo Franzener (2007), a utilização do hidrolato extraído de canela-de-veado, em baixas concentrações, demonstra potencial em compostos antibacterianos, antifúngicos e elicitores (moléculas que estimulam qualquer resposta de defesa nas plantas) de fitoalexinas.

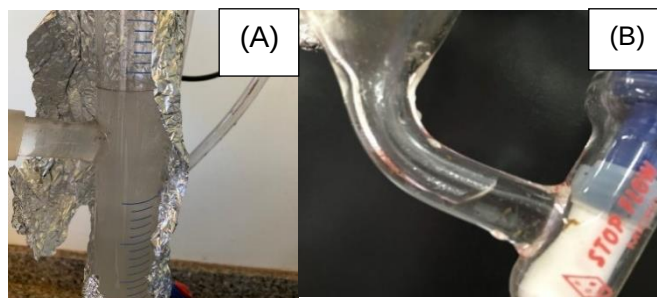


Figura 8 - Hidrolato de resíduo de hortelã obtido em destilador semi-industrial (A) e em aparelho de Clevenger (B)

FONTE: Autor

A quantidade de óleo/água condensada, foi retirada após 210 min de extração, a fim de verificar a presença de partículas de óleo essencial uma vez que não houve separação visível do óleo. De acordo com Gasparini et al (2014), o tempo de extração de óleo essencial de folhas de hortelã é de 300 minutos, justificando o tempo de extração e recolhimento de óleo/água condensada no presente estudo.

Diversos fatores como clima, composição do solo e nutrientes influenciam a composição de metabólitos secundários das plantas, geralmente constituídos de compostos fenólicos e terpenoides, presentes no óleo essencial (Gobbo-Neto e Lopes 2007). É importante identificar também qual a parte da planta que será utilizada para extração, o tipo de extração e o horário de coleta do material. Marchese (2005), classifica a classe de metabólicos secundários e define condições que relacionam a melhor época de colheita em função de fisiologias da planta; rizomas, raízes, tubérculos e bulbos precisam ser colhidos durante o inverno, após o período de máximo acúmulo, quando entram em repouso.

A época de colheita influencia na concentração das substâncias bioativas encontradas na planta e no rendimento dos óleos essenciais que possui maior taxa no período matutino (Reis & Mariot, 2000). No período da manhã, ocorre maior radiação fotossintética o que influencia diretamente na produção de terpenos presente nas plantas (Marchese, 2005). Assim, a maneira como a hortelã foi tratada durante a pré-colheita e pós-colheita, assim como a forma de armazenamento dos resíduos, podem ser fatores que justificam, em parte, a quantidade insuficiente de óleo essencial extraído, não sendo visível a separação de fases entre o OE e o hidrolato.

3.3. Análise do perfil cromatográfico

A Tabela 3 apresenta a composição química dos compostos voláteis e as principais substâncias presentes no composto óleo/água condensada obtido a partir do resíduo desidratado de hortelã; bem como, do óleo essencial comercial de *Menta piperita* relatada por Nilo (2015).

As substâncias identificadas para o resíduo de hortelã mostram que o mentol é o componente majoritário, seguido da mentona e isomentona. Segundo Dey & Harborne (1997), o composto mentol é responsável pela sensação de refrescância, sendo empregado na indústria de cosméticos, cigarros, pastilhas e na confecção de licores e em medicamentos agindo com ação curativa, analgésica e terapêutica (Merck, 1996), o que representa maior valor comercial dentro do gênero *Mentha* (Tavish e Harris, 2002).

Tabela 3- Composição química do composto óleo/água condensada obtido por hidrodestilação do resíduo desidratado de hortelã.

Componente químico	Resíduo de Hortelã (Aparelho Clevenger)	Resíduo de hortelã (Aparelho semi-industrial)	Óleo essencial comercial Nilo (2015)
Limoneno	0,32 ± 0.01	1,01±0,02	0,01 ± 0.01
Linanol	0,52 ± 0.02	2,68±0,06	0,13 ± 0.07
Mentona	2,56 ± 0.03	2,56 ±0,07	14,09 ± 1,18
Isomentona	1,67 ± 0.01	1,15 ±0,01	4,04 ± 0.61
Neo Mentol	1,63 ± 0.01	2,25±0,08	3,50 ± 1,11
Mentol	91,64 ± 0.31	79,05±0,19	44,71 ± 4,80
B- cariofileno	0,78 ± 0.02	3,56±0,09	--
Germacreno D	0,88 ± 0.01	7,74±0,11	--
Acetato de Mentila	--	--	7,12 ± 1.19
Pulegona	--	--	3,01 ± 0.71

No composto óleo/água condensada foram identificadas substâncias que fazem parte da composição do óleo essencial de hortelã e, de acordo com a literatura (Santo et al., 2020), essas substâncias têm potencial para o controle de proliferação de microrganismos. Os compostos majoritários relatados para o OE são: mentol (20–60%); seguida da mentona (14–32%); e compostos de baixos teores de pulegona a (<4%), mentofurano (1–9%) e acetato de mentila (2,8–10%) (Behn et al., 2010)

O cariofileno e germacreno D não foram relatados na composição do óleo essencial comercial porém no hidrolato foram identificados em pequenas quantidades. O cariofileno é considerado um anti-inflamatório (Pereira et al., 2022) e o Germacreno D um antibacteriano (Juteau et al., 2002; Gonzaga et al., 2003; Iacobellis et al., 2005; Chavan, Shinde e Nirmal, 2006). Isto sugere atividades biológicas que podem contribuir na agregação de valor dos resíduos de hortelã, evitando o desperdício e o descarte no ambiente.

Vários estudos com hidrolatos provenientes da extração de óleos essenciais tem mostrado atividade larvicida e fungicida (Silva et al., 2011; Rajkumar e Jebanesan., 2010; Carmo et al, 2008), esses estudos sugerem que o produto obtido da hidrodestilação dos resíduos de hortelã, apresenta potencial para o controle microbiológico e possível aplicação como antifúngico natural na conservação de alimentos e produtos alimentícios.

4. Conclusão

Os modelos de Page, Wang e Singh, Logarítmico, Page modificado e Aproximação de difusão apresentaram os melhores coeficientes estatísticos para descrever as cinéticas de secagem do resíduo de hortelã em todas as temperaturas estudadas e dentre os modelos testados. Portanto quaisquer desses modelos representa de forma eficiente a cinética de secagem do resíduo de hortelã.

Quanto a hidrodestilação dos resíduos secos de hortelã não evidenciou a separação do óleo essencial do hidrolato. Porém, o perfil cromatográfico do hidrolato apresentou substâncias semelhantes aos do óleo essencial da folha da hortelã, com predominância do componente químico mentol, com potencial de uso na alimentação, cosméticos e produtos terapêuticos, além de reduzir impactos ambientais.

5. Referências

- ADAMS, R. 2001. *Identification of essential oil components by gas chromatography/mass spectrometry*. 4ªed. Allured Publishing Corporation, Illinois.
- AITBOULAHSEN, M., ZANTAR, S. & LAGLAOUI, A. 2018. Gelatin-Based Edible Coating Combined with Mentha pulegium Essential Oil as Bioactive Packaging for StrawberryS. *Journal of Food Quality*, p. 1 - 7.
- ARAUJO, W. D., GONELI, A. L. D., CORRÊA, P. C., FILHO, C. P. H. & MARTINS, E. A. S. 2017. Modelagem matemática da secagem dos frutos de amendoim em camada delgada. *Revista Ciência Agronômica*, v. 48, n. 3, p. 448-457.
- ARSLAN, D. & OZCAR, M. M. 2010. Study the effect of sun, oven and microwave drying on quality of onion slices. *Food Science and Technology*, v. 43, n. 7, p. 1121-1127.
- BABU, A. K., KUMARESAN, G., AROUL RAJ, A. V. & VELRAJ R. 2018. Review of leaf drying: Mechanism and influencing parameters, drying methods, nutrient preservation, and mathematical models. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, v. 90, p. 536-556.
- BARROS, A. S., MORAIS, S. M., FERREIRA, P. A. T., VIEIRA, Í. G. P., CRAVEIRO, A. A., FONTENELLE, R.O.S., MENEZES, J. E. S. A., SILVA, F. W. F. & SOUZA, H. A. 2015. Chemical composition and functional properties of essential oils from Mentha species. *Industrial Crops and Products*, v. 76, p. 557 – 564.

- BEHN, H., ALBERT, A., MARX, F., NOGA, G. & ULBRICH, A. 2010. Ultraviolet-B and photosynthetically active radiation interactively affect yield and pattern of monoterpenes in leaves of peppermint (*Mentha x piperita* L.). *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, v. 58, p. 7361-7367.
- BONILLA, J., POLONI, T., LOURENÇO, R. V. & SOBRAL, P. J. A. 2018. Antioxidant potential of eugenol and ginger essential oils with gelatin/chitosan films. *Food Bioscience*, v. 23, p. 107 – 114.
- CARMO, E. S., LIMA, E.O. & SOUZA, E. L. 2008. The potential of *origanum vulgare* l. (*lamiaceae*) essential oil in inhibiting the growth of some food-related *aspergillus* species. *Brazilian Journal of Microbiology*, v. 39, n.2, p. 362-367.
- CHAVAN, M.J., SHINDE, D.B. & NIRMAL, S.A. 2006. *Major volatile constituents of Annona squamosa* L. bark. *Nat. Prod. Res.*, v.20, n.8, p.754-757.
- COSTA, L. M., RESENDE, O., GONÇALVES, D. N. & OLIVEIRA, D. E. C. 2015. Modelagem matemática da secagem de frutos de crambe em camada delgada. *Bioscience Journal*, v. 31, n. 2, p. 392-403.
- DABROWSKA, J. A., KUNICKA-STYCZYŃSKA, A. & ŚMIGIELSKI, K. B. 2020. Biological, chemical, and aroma profiles of essential oil from waste celery seeds (*Apium graveolens* L.). *Journal of Essential Oil Research*.
- DEY, P.M. & HARBORNE, J.B. 1997. *Plant biochemistry*. San Diego: Academic Press, P.554.
- DIÓGENES, A. M. G., QUEIROZ, A. J. M., FIGUEIRÊDO, R. M. F. & SANTOS, D. C. 2013. Cinética de secagem de grãos de abóbora. *Revista Caatinga*, v. 26, n. 1, p. 71-80.
- FARIA, R. Q., TEIXEIRA, I. R., DEVILLA, I. A., ASCHERI, D. P. R. & RESENDE, O. 2012. Cinética de secagem de sementes de crambe. *Revista Brasileira de Engenharia Agrícola e Ambiental*, v. 16, n. 5, p. 57-583.
- FRANZENER, G. 2007. Atividades antibacteriana, antifúngica e indutora de fitoalexinas de hidrolatos de plantas medicinais. *Semina: Ciências Agrárias*, v. 28, n. 1.
- FREITAS, I. R. & CATTELAN, M. G. 2018. Antimicrobial and antioxidante properties of essential oils in food systems, an overview. *Microbial Contamination and Food Degradation*, p. 443- 470.
- GASPARIN, P.P., ALVES, N.C.C., CHRIST, D. & COELHO, S.R.M. 2014. Qualidade de folhas e rendimento de óleo essencial em hortelã pimenta (*Mentha x Piperita* L.) submetida ao processo de secagem em secador de leito fixo. *Rev. Bras. Pl. Med.*, v.16, n.2, p.337-344.
- GOBBO-NETO, L. & LOPES, N.P. 2007. Plantas medicinais: fatores de influência no conteúdo de metabólitos secundários. *Química Nova*, v.30, n.2, p.374-381.
- GONÇALVES, N. D., PENA, F. L., SARTORATTO, A., DERLAMELINA, C., DUARTE, M. C. T., ANTUNES, A. E. C. & PRATA, A. S. 2017. Encapsulated thyme (*Thymus vulgaris*) essential oil used as a natural preservative in bakery product. *Food Research International*, v. 96, p. 154–60, 2017.

GONZAGA, W.A., WEBER, A.D., GIACOMELLI, S.R., SIMIONATTO, E., DALCOL, I.I., DESSOY, E.C. & MOREL, A.F. 2003. Composition and antibacterial activity of the essential oils from *Zanthoxylum rhoifolium*. *Planta Med.*, v.69, n.8, p.773-775.

HENDERSON, S.M. & PABIS, S. 1961. Grain drying theory. I. Temperature effect on drying coefficient. *Journal of Agriculture Engineering Research*, v. 6, p. 169-174.

IACOBELLIS, N.S., LO CANTORE, P., CAPASSO, F. & SENATORE, F. 2005. Antibacterial activity of *Cuminum cyminum* L. and *Carum carvi* L. essential oils. *J. Agric. Food Chem.*, v.53, n.1, p.57-61.

IAL. 2008. Normas analíticas, métodos químicos e físicos para análises de alimentos. 4ª ed., 1ª ed. Digital, São Paulo, IAL, p. 1020.

JITTANIT, W. 2011. Kinetics and temperature dependent moisture diffusivities of pumpkin seeds during drying. *Kasetsart Journal: Natural Science*, v. 45, n. 1, p. 147-158.

JUTEAU, F., MASOTTI, V., BESSIERE, J.M., DHERBOMEZ, M. & VIANO, J. 2002. Antibacterial and antioxidant activities of *Artemisia annua* essential oil. *Fitoterapia*, v.73, n.6, p.532-535.

KARATHANOS, V. T. 1999. Determination of Water Content of Dried Fruits by Drying Kinetics. *Journal of Food Engineering*, v. 39, p. 337-344.

LEMOES, H. P.J. & LEMOS, A. L. A. 2012. Hortelã. Diagn. Tratamento. v. 17, n. 3, p. 115-7.

LEWIS, W.K. 1921. The rate of drying of solid materials. *Journal of Industrial and Engineering Chemistry*, v. 13, p. 427-433.

MAHBOUBI, M. 2018. Óleo essencial de *Mentha spicata* L., fitoquímica e sua eficácia na flatulência. *Revista de medicina tradicional e complementar*, v. 11, n. 2, p. 75-81.

MARCHESE, J. & FIGUEIRA, G.O. 2005. Uso de tecnologia pré e pós-colheita e boas práticas agrícolas na produção de plantas medicinais e aromáticas. *Rev.bras.pl.med.*, v.7, n.3, p.86-96.

MARTINS, E. A. S., LAGE, E. Z., GONELI, A. L. D., HARTMANN FILHO, C. P. & LOPES, J. G. 2015. Cinética de secagem de folhas de timbó (*Serjania marginata* Casar). *Revista Brasileira de Engenharia Agrícola e Ambiental*, v. 19, n. 3, p. 238-244.

MARTINS, J. J. A., MARQUES, J. I., SANTOS, D. C. & ROCHA, A. P. T. 2014. Modelagem matemática da secagem de cascas de mulungu. *Bioscience Journal*. v. 30, n. 6, p. 1652-1660.

MATTANA, R. S., MAIA E ALMEIDA, C. I., OLIVEIRA, P. F. C., LIMA, L. P., HABER, L. L., MING, L. C. & MARQUES, M. O. M. 2015. Efeitos de diferentes tempos de extração no teor e composição química do óleo essencial de folhas de pariparoba (*Pothomorphe umbellata* (L.) Miq). *Revista Brasileira de Plantas Medicinais*, v.17, n.1, p.150-156.

MERCK INDEX. 1996. Whitehouse Station, NJ: Merck and Company Incorporation, 12. Ed., p.996.

MORAIS, M. F., SANTOS, J. R. O., SANTOS, M. P., SANTOS, D. C., COSTA, T. N. & LIMA, J. B. 2019. Modelagem e propriedades termodinâmicas da secagem de celulose 'bacaba'. *Revista brasileira de engenharia agrícola e ambiental*, v. 23, n. 9, p. 702-708.

NAZEM, V., SABZALIAN, M. R., SAEIDI, G. & RAHIMMALEK, M. 2019. Essential oil yield and composition and secondary metabolites in self- and open-pollinated populations of mint (*Mentha* spp.). *Industrial Crops and Products*, v. 130, p. 332 – 340.

NILO, M. C. S. S. 2015. *Composição química e atividade antioxidante da hortelã pimenta (Mentha piperita)*. Dissertação de mestrado, Universidade Federal do Estado do Rio de Janeiro.

OLIVEIRA, J. D., ALVES, D. K. M., MIRANDA, M. L. D., ALVES, J. M., XAVIER, M.N., CAZAL, C.M. & ALVES, C.C.F. 2017. Chemical composition of essential oil extracted from leaves of *Campomanesia adamantium* subjected to different hydrodistillation times. *Ciência Rural*, v. 47, n. 1, p. e20151131.

PAGE, G. E. 1949. Factors Influencing the Maximum Rate of Air-Drying Shelled Corn in Thin Layers. M.S. Thesis, Purdue University, West Lafayette.

PEREIRA, A. M. B., DENTAMARO, J. & KONECNY KOHN, L. 2022. Estudo da atividade anticariogênica de óleos essenciais brasileiros para utilização em dentifrício. *Ensaio USF*, v. 4, n. 2.

PEREZ, L. G., OLIVEIRA, F. M. N., ANDRADE, J. S. & MOREIRA FILHO, M. 2013. Cinética de secagem da polpa cupuaçu (*Theobroma grandiflorum*) pré desidratada por imersão em impregnação. *Revista Ciência Agronômica*, v. 44, n. 1, p. 1.

RAJESWARA RAO, B. R., ADINARAYANA, G., KUMAR, A. N., RAJPUT, D. K. & SYAMASUNDAR, K. V. 2016. Chemical-profile variations in essential oils isolated from lemongrass (*Cymbopogon flexuosus*) biomass and condensate wastewater by redistillation and solvent extraction techniques. *Journal of Essential Oil Research*, v. 28, n. 6, p. 557-564.

RAJKUMAR, S. & JEBANESAN, A. 2010. Chemical composition and larvicidal activity of leaf essential oil from *Clausena dentata* (Willd) M. Roem. (Rutaceae) against the chikungunya vector, *Aedes aegypti*. *Journal of Asia-Pacific Entomology*, v.13, n. 2, p. 107-109.

REIS, D. R., SANTOS, P., SILVA, F. S. & PORTO, A. G. 2015. Influence of air characteristics on drying kinetics of beak pepper. *Brazilian Journal of Food Technology*, v.18, n. 2, p. 146-154.

REIS, M.S. & MARIOT, A. 2000. Diversidade natural e aspectos agronômicos de plantas medicinais. In: SIMÕES, C.M.O. Farmacognosia da planta ao medicamento. 2º ed. Porto Alegre/ Florianópolis: UFRGS/ Ed. da UFSC. p.39-60.

RESENDE, O., CORRÊA, P.C., GONELI, A.L.D., BOTELHO, F.M. & RODRIGUES, S. 2008. Modelagem matemática do processo de secagem de duas variedades de feijão (*Phaseolus vulgaris* L.). *Revista Brasileira de Produtos Agroindustriais*, v. 10, p. 17-28.

SANTO, É. E., SOUZA, R. B., LENHARDT, E. H., TALARICO, S. T. & SILVA, M. F. 2020. Screening e avaliação antifúngica do hidrolato e do óleo essencial de *Mentha piperita*. *Revistas UFPR, visão Acadêmica*, vol. 21, n. 3.

SANTOS, F. S., FIGUEIRÊDO, R. M. F., QUEIROZ, A. J. M. & SANTOS, D. C. 2017. Drying kinetics and physical and chemical characterization of white-fleshed ‘pitaya’ peels. *Revista Brasileira de Engenharia Agrícola e Ambiental*, v. 21, n. 12, p. 872-877.

SILVA, E. D., SANTOS, G. K. N., DUTRA, K. A., BIANCO, E. M. & NAVARRO, D. M. A. F. 2011. Estudo da atividade larvicida e deterrente de oviposicao para o *Aedes aegypti* dos extratos de *Alpinia purpurata*.

SILVA, E. S., OLIVEIRA, J., MACHADO, A. V. & COSTA, R. O. 2015. Secagem de grãos e frutas: revisão bibliográfica. *Revista Brasileira de Agrotecnologia*, v. 5, n. 1, p. 19-23.

SILVA, R. B., SILVA, F. S., PORTO, A G. & ALVES, A P. 2016. Estudo da cinética de secagem de polpa de carambola. *Revista Brasileira de Tecnologia Agroindustrial*, v. 10, n. 2, p. 2069-2080.

SILVEIRA, A.C.P., PERRONE, I.T., RODRIGUES JÚNIOR, P.H. & CARVALHO, A.F. 2013. Secagem por spray: Uma revisão. *Revista do Instituto de Laticínios Cândido Tosté*, v. 68, n. 391, p. 51-58.

TESKE, M. & TRENTINI, A.M.M. 1997. Herbarium - compêndio de fitoterapia. Curitiba: Herbarium Laboratório Botânico.

URITU, C.M., MIHAI, C.T., STANCIU, G.D., DODI, G., STRATULAT, T.A., LUCA, A., CONSTANTIN, M.M.L., STEFANESCU. R., BILD, V., MELNIC, S. & TAMBA, B.I. 2018. Medicinal Plants of the Family Lamiaceae in Pain Therapy: A Review.

VERNA, L. R., BUCKLIN, R. A., ENDAN, J. B., & WRATTEN, F. T. 1985. Effects of drying air parameters on rice drying models. *Transactions of the ASAE*, v. 28, p. 296–301.