



UNIVERSIDADE FEDERAL DE UBERLÂNDIA
FACULDADE DE ENGENHARIA QUÍMICA
CURSO DE GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA QUÍMICA



HENRIQUE GONÇALVES NOGUEIRA

EXTRAÇÃO POR MICRO-ONDAS E SUAS APLICAÇÕES

Uberlândia – MG
Setembro, 2025



UNIVERSIDADE FEDERAL DE UBERLÂNDIA
FACULDADE DE ENGENHARIA QUÍMICA
CURSO DE GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA QUÍMICA



HENRIQUE GONÇALVES NOGUEIRA

EXTRAÇÃO POR MICRO-ONDAS E SUAS APLICAÇÕES

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado à Faculdade de Engenharia Química da Universidade Federal de Uberlândia como parte dos requisitos necessários para a aprovação na disciplina Trabalho de Conclusão do Curso.

Orientadora: Prof.^a Dra. Marina Seixas Pereira

Uberlândia – MG
Setembro, 2025

HENRIQUE GONÇALVES NOGUEIRA

EXTRAÇÃO POR MICRO-ONDAS E SUAS APLICAÇÕES

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado à Faculdade de Engenharia Química da Universidade Federal de Uberlândia como parte dos requisitos necessários para a aprovação na disciplina Trabalho de Conclusão do Curso.

Uberlândia, 26 de setembro de 2025

Banca examinadora:

Prof.^a Dra. Marina Seixas Pereira

Orientadora – FEQUI/UFU

Prof. Dr. Marcos Antônio de Souza Barrozo

FEQUI/UFU

Dr. Vinícius Pimenta Barbosa

Pós-Doutorando PPGEQ/UFU

AGRADECIMENTOS

Inicialmente, gostaria de agradecer pela companhia de todas as pessoas as quais eu conheci e me relacionei durante essa jornada de graduação. As experiências compartilhadas comigo me fizeram evoluir e me tornar uma pessoa melhor.

Em especial, expresso minha gratidão aos meus amigos mais próximos que conheci em Uberlândia no curso de Engenharia Química: Pedro Martelli, Gabriel Martins, João Pedro Sarzedas, Miguel Carneiro, Luís Henrique Andrade, Thiago Melo, Javier Telis, Guilherme Aguiar, Lucca Bacchiegga, Nicole Salvador, Ana Júlia Dib, Felipe Borges, Bárbara de Jesus, Mateus Ávila, Milla Cordeiro, Giovanna Zanetti e Naira Pinheiro.

Aos meus pais, Emerson e Edneia, obrigado pelo apoio fornecido ao longo desses anos longe de casa, foi o que me serviu de combustível para conseguir concluir meus objetivos e persistir focando perante os desafios.

À minha irmã, Marcella, agradeço por estar presente e disponível para me ouvir durante esse período de tempo e poder ser uma ótima companhia e amiga.

À minha família em Uberlândia, e em especial aos meus avós paternos, Eurípedes e Anamaris, demonstro minha gratidão por terem me acolhido em seu lar durante esses últimos três anos e possibilitado uma vivência agradável.

À minha orientadora, Marina Seixas, sou grato por ter me auxiliado na realização deste trabalho por meio da organização de ideias e do esclarecimento de dúvidas de forma paciente e sempre com disposição.

Aos convidados que compõem a banca examinadora, Prof. Dr. Marcos Antônio de Souza Barrozo e Dr. Vinícius Pimenta Barbosa, pelo tempo disposto.

Finalmente, agradeço a todos que me ajudaram e que contribuíram na realização deste trabalho de alguma forma. Meu sincero muito obrigado!

RESUMO

Recentemente, a obtenção de compostos bioativos tornou-se um dos principais focos das indústrias alimentícias, farmacêuticas e de cosméticos. A extração dessas substâncias foi realizada ao longo dos anos por meio de métodos tradicionais que muitas vezes impactavam negativamente o meio ambiente e a saúde humana. Desse modo, houve o surgimento de técnicas modernas que apresentam maior sustentabilidade com maior eficiência. Assim, este trabalho objetiva demonstrar o mecanismo de funcionamento e a evolução da técnica de extração assistida por micro-ondas (EAM), a qual é considerada uma tecnologia verde, desde as primeiras utilizações de micro-ondas em laboratórios até os dias atuais. Dessa maneira, mediante uma revisão bibliográfica com base em artigos científicos presentes na literatura em bancos de dados como “Science Direct”, “Google acadêmico”, “ACS Publications” e “SciELO”, foi-se feito a cronologia a partir de experimentos realizados ao longo do tempo, juntamente de suas aplicações para diversas matrizes. Além disso, o presente trabalho busca demonstrar, através de resultados obtidos em diversos estudos, como as micro-ondas promovem uma extração de forma mais rápida, eficiente e sustentável em comparação às técnicas convencionais. Esta pesquisa também relata como a extração por micro-ondas apresenta diferentes versões, como Extração *Soxhlet* com Auxílio de Micro-ondas Focadas, Extração Assistida por Micro-ondas sem Solvente, Extração Assistida por Micro-ondas a Vácuo e Extração Assistida por Micro-ondas sob Proteção de Nitrogênio, juntamente das técnicas híbridas com micro-ondas EAMU (Extração Assistida por Micro-ondas e Ultrassom) e HAM (Hidrodestilação Assistida por Micro-ondas). O avanço tecnológico de solventes permitiu o surgimento de *deep eutetic solvents* (DES) e Líquidos Iônicos (LIs), os quais foram aplicados para a melhoria da EAM. Além disso, o desenvolvimento de *machine learning* (ML) e inteligência artificial (IA) possibilitou determinar eficazmente o ponto ótimo, com redução de gastos com maior rendimento, além de permitir a predição de simulações do processo com variação de parâmetros. A partir dos resultados obtidos pela extração por micro-ondas e suas aplicações em diferentes matrizes, observa-se que a técnica descrita neste trabalho apresenta um menor tempo de operação para altas eficiências, consequentemente a geração de resíduos sólidos e vapores tóxicos é reduzida devido ao menor consumo de solvente no processo. Diante disso, conclui-se que a metodologia EAM se desenvolveu ao longo das décadas e destacou-se como uma técnica que acelera o procedimento de extração com baixo impacto ambiental.

PALAVRAS-CHAVE: extração; micro-ondas; eficiência; cronologia; impacto ambiental.

ABSTRACT

Recently, the obtaining of bioactive compounds has become one of the main focuses of the food, pharmaceutical, and cosmetic industries. The extraction of these substances, traditionally carried out over the years, often had negative impacts on the environment and human health. In this context, modern techniques have emerged, offering greater sustainability and efficiency. This work aims to demonstrate the operating mechanism and the evolution of microwave-assisted extraction (MAE), considered a green technology, from the first uses of microwaves in laboratories to the present day. Through a bibliographic review based on scientific articles from databases such as *Science Direct*, *Google Scholar*, *ACS Publications*, and *SciELO*, a chronology of experiments carried out over time was elaborated, along with their applications in different matrices. In addition, this study demonstrates, through results obtained in several works, how microwaves promote faster, more efficient, and more sustainable extraction compared to conventional techniques. It also discusses the different versions of MAE, such as *Focused Microwave-Assisted Soxhlet Extraction* (FMASE), *Solvent-Free Microwave Extraction* (SFME), *Vacuum Microwave-Assisted Extraction* (VMAE), and *Nitrogen-Protected Microwave-Assisted Extraction* (NPMAE), as well as hybrid techniques such as UMAE (*Ultrasound-Microwave Assisted Extraction*) and MAHD (*Microwave-Assisted Hydrodistillation*). The technological advancement of solvents enabled the emergence of *deep eutectic solvents* (DES) and *ionic liquids* (IL), which have been applied to improve MAE. Furthermore, the development of *machine learning* (ML) and *artificial intelligence* (AI) has made it possible to effectively determine the optimal point of operation, reducing costs, increasing yields, and allowing the prediction of process simulations under varying parameters. Based on the results obtained from microwave extraction and its applications in different matrices, it is observed that this technique offers shorter operation times with high efficiency. Consequently, the generation of solid waste and toxic vapors is reduced due to lower solvent consumption. Therefore, it is concluded that MAE has developed over the decades and has stood out as a technique that accelerates the extraction process with low environmental impact.

KEYWORDS: extraction; microwave; efficiency; chronology; environmental impact.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Forno de micro-ondas Radarange.....	11
Figura 2 - Tipos de sistema EAM.	14
Figura 3 - Aparato experimental de EAM para alecrim pimenta.....	17
Figura 4 - Aparato experimental com Soxwave 100.....	19
Figura 5 - Aparato experimental ESAMF.....	20
Figura 6 - Aparato experimental EAMS.	22
Figura 7 - Técnica de EAMU.....	24
Figura 8 - Aparato experimental EAMV.....	25
Figura 9 - Aparato experimental EAMPN.	26
Figura 10 - Aparato experimental EAM em fluxo contínuo.	32

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Comparaçao dos m <etilde>todos de extraçao para o experimento de 1986.....</etilde>	16
Tabela 2 - Óleos essenciais obtidos nos dois processos.....	16
Tabela 3 - Resultados obtidos por LSBoost/RF e LSBoost/KNN-NN.	30

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	10
2	OBJETIVOS.....	11
2.1	OBJETIVO GERAL.....	11
2.2	OBJETIVOS ESPECÍFICOS.....	12
3	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	12
3.1	MECANISMO DE FUNCIONAMENTO DA EAM E SEUS PRINCÍPIOS.....	12
3.2	EVOLUÇÃO DA TÉCNICA DE EXTRAÇÃO POR MICRO-ONDAS.....	14
3.2.1	DÉCADA DE 1970: PIONEIRISMO LABORATORIAL DE MICRO-ONDAS	14
3.2.2	DÉCADA DE 1980: ORIGEM DA EXTRAÇÃO POR MICRO-ONDAS	15
3.2.3	DÉCADA DE 1990: SUSTENTABILIDADE DA EAM	17
3.2.4	DÉCADA DE 2000: CONSOLIDAÇÃO DO MÉTODO EAM	21
3.2.5	DÉCADA DE 2010: USO DE SOLVENTES MODERNOS EM EAM.....	27
3.2.6	PERÍODO DE 2020-2025: COVID-19, AVANÇO DA INTELIGÊNCIA ARTIFICIAL E <i>SCALE-UP</i> INDUSTRIAL	29
4	CONCLUSÕES.....	32
	REFÉRENCIAS BIBLIOGRÁFICAS	34

1 INTRODUÇÃO

Recentemente, a extração de componentes bioativos, provenientes de matéria-prima natural, tornou-se um dos principais focos das indústrias dos setores alimentício, farmacêutico e de cosméticos. Essas substâncias foram integradas na fabricação de produtos que influenciam positivamente a saúde humana e promovem o bem estar geral devido a suas propriedades antioxidantes, anti-inflamatórias, antimicrobianas, anticancerígenas e neuroprotetoras. Assim, com base nessas características, é possível desenvolver e comercializar remédios, pomadas e alimentos que auxiliam na redução da inflamação, melhoria do sistema imune, alívio de dor, inibição do crescimento de células cancerígenas e combate ao envelhecimento. Vale destacar alguns exemplos de compostos bioativos: betacaroteno, berberina, alicina, ácido salicílico, fisetina, equinácea purpúrea e betaína (BHADANGE; CARPENTER; SAHARAN, 2024).

Ao longo dos séculos, conforme Mungwari et al. (2024), diversas técnicas de extração foram criadas de acordo com os contextos históricos e recursos tecnológicos disponíveis de cada época. Assim, os métodos convencionais distinguem-se por serem mais fáceis, baratos e simples de serem executados, dentre eles pode-se destacar: maceração, hidrodestilação, infusão, extração por *Soxhlet*, prensagem a frio e destilação a vapor. Entretanto, com o avanço da tecnologia nas últimas décadas, foi possível desenvolver técnicas modernas que possibilitaram maior rendimento, menor tempo de operação e menor impacto ambiental, já que não se gera resíduos tóxicos provenientes do uso de solventes orgânicos. Dessa forma, esses métodos, mesmo que apresentem maior custo em seu investimento inicial, estão cada vez mais substituindo as técnicas tradicionais em produções em larga escala nas indústrias. Dentre as abordagens modernas, destacam-se a extração por micro-ondas, fluído supercrítico e por ultrassom.

As radiações abaixo do infravermelho, com comprimento de 1 milímetro a 1 metro, em uma faixa de frequência de 300 MHz até 300 GHz são consideradas micro-ondas, logo a energia gerada dentro desse intervalo é não ionizante. Assim, devido a essa característica, não há alteração na estrutura molecular dos compostos que entram em contato com essas ondas. Dessa forma, o aquecimento de materiais realizado por meio desse mecanismo ocorre pela absorção direta da energia eletromagnética, devido à rotação de dipolos e pela migração de íons. Esse processo é influenciado pela constante dielétrica e pela frequência de relaxação do material. Dessa maneira, quanto maior for a constante dielétrica do objeto de estudo analisado, maior será a energia armazenada (SHARMA et al., 2022).

A primeira aparição de um dispositivo baseado em micro-ondas ocorreu durante o contexto da Segunda Guerra Mundial e se chamava magnétron. Esse aparelho, criado por cientistas britânicos, foi desenvolvido com o intuito de detectar aeronaves inimigas por meio de RADAR (*Radio Detection And Ranging*). Assim, ao final da guerra, o cientista Percy Spencer conduziu pequenos experimentos que evidenciaram o potencial de aquecimento de alimentos por micro-ondas. Desse modo, em 1947, surgiu o primeiro forno de micro-ondas, chamado de *Radarange*, representado na Figura 1, destinado ao uso comercial devido seu alto custo e elevado porte. Posteriormente, na década de 1960, com uma redução no tamanho e peso desse dispositivo, seu uso doméstico tornou-se viável, logo popularizou-se nas décadas seguintes, tanto em residências quanto em laboratórios (MANZOLILLO, 2002).

Figura 1 - Forno de micro-ondas *Radarange*.



Fonte: Ackerman (2016).

2 OBJETIVOS

2.1 OBJETIVO GERAL

O objetivo geral deste trabalho é demonstrar o funcionamento e a evolução da técnica de extração por micro-ondas (*Microwave-Assisted extraction*) desde sua origem, bem como

analisar e demonstrar as diferentes aplicações dessa metodologia ao extrair bioativos de matérias-primas variadas e impurezas de resíduos sólidos.

2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Comparar a técnica de extração assistida por micro-ondas (EAM) em relação aos métodos convencionais e modernos;
- Analisar as vantagens de adoção da técnica de EAM e suas variações;
- Descrever melhorias de técnicas de extração combinadas com micro-ondas;
- Examinar o desenvolvimento da técnica e suas melhorias ao longo dos anos;

3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

3.1 MECANISMO DE FUNCIONAMENTO DA EAM E SEUS PRINCÍPIOS

A EAM utiliza as micro-ondas com a finalidade de se obter uma fonte de aquecimento para o processo. Esse recurso é obtido por conta da natureza eletromagnética da irradiação gerada, uma vez que os mecanismos de rotação de dipolo e condução iônica são responsáveis por aquecer o sistema. Dessa forma, o primeiro método citado, o qual consiste em gerar um campo elétrico que interaja e alinhe as moléculas da matriz (objeto de estudo). Posteriormente, ao desfazer-se o campo elétrico, as moléculas se desorganizam novamente e a energia gerada, por conta do período de tempo de ordenação, é liberada como calor no meio. Vale ressaltar que a frequência das micro-ondas não pode ser elevada e nem muito baixa, uma vez que o dipolo não pode se reorganizar rapidamente e nem muito lento. Em relação ao segundo mecanismo, o aquecimento dele é gerado por fricção causada pela interação dos íons dissolvidos em um solvente durante a aplicação de um campo eletromagnético (TSUKUI e REZENDE, 2014).

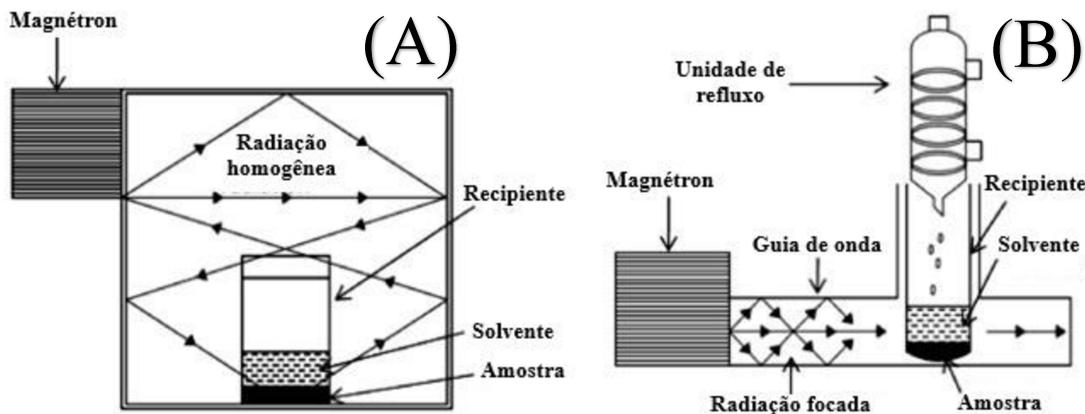
A partir dos mecanismos descritos acima, a radiação eletromagnética é transformada em energia térmica. Posteriormente, a extração por micro-ondas ocorre em três etapas: dessorção,

a qual consiste em retirar os compostos de interesse dos sítios ativos da matriz de estudo; difusão interna, que se baseia na entrada de solvente dentro da biomassa analisada; difusão externa que consiste na liberação dos extratos, pela ruptura das células da matéria-prima, para o solvente (KUMAR e GOMEZ, 2024). É válido destacar que o aquecimento proveniente da irradiação das micro-ondas é seletivo, uma vez que os compostos dependem do valor de sua constante dielétrica (capacidade de absorção da energia eletromagnética) e de sua perda dielétrica (potencial de conversão de energia elétrica para calor), sendo que esses dois parâmetros influenciam no fator de dissipação da substância (ESKILSSON e BJÖRKLUND, 2001).

A extração por micro-ondas é influenciada diretamente pelo tipo de solvente utilizado, uma vez que a substância empregada deve ter alta seletividade para os compostos de interesse da matriz e também capacidade de aquecer facilmente o meio pela energia eletromagnética absorvida. O tempo de extração é outro parâmetro que afeta diretamente a EAM, pois ao submeter a biomassa por longos períodos de operação, pode acarretar na degradação dos componentes desejados. Assim, deve-se avaliar a potência do forno de micro-ondas, juntamente da temperatura operacional aplicada, porque o aumento da intensidade do campo eletromagnético favorece o aquecimento mais rapidamente do sistema, logo a exposição da biomassa com a irradiação deve ter um tempo menor. Além desses fatores, a proporção de matriz por solvente afeta na extração, já que quantidades maiores dessas substâncias exigem maiores fornecimentos de energia para que ocorra a dissipação de calor necessária para o funcionamento do processo (MANDAL; MOHAN; SIVA HEMALATHA, 2006). Dessa forma, a otimização desses parâmetros é algo crucial para a EAM a fim de conseguir atingir o ponto ótimo de operação que tenha menores gastos e sem degradação dos compostos de interesse.

A metodologia EAM pode ser classificada quanto a forma da qual ocorre a dispersão da irradiação eletromagnética e pela pressão do sistema. Dessa forma, em relação à primeira característica, a forma da qual as micro-ondas são dispersadas na cavidade do forno definem se o processo é aplicado em multimodo (dispersão aleatória e ampla) ou monomodo (focalizada em alguma parte específica). A segunda propriedade define se o sistema é aberto (pressão exercida é menor do que 1 atm) ou fechado (utiliza-se pressões acima de 1 atm). Assim, para ilustrar esse comportamento, utiliza-se a Figura 2, a qual demonstra em (A) uma representação de um sistema fechado em multimodo com irradiação dispersa e em (B) um sistema aberto em monomodo com focalização das micro-ondas em uma região em específico (CHAN et al., 2011).

Figura 2 - Tipos de sistema EAM.



Fonte: Adaptado de Chan et al. (2016).

3.2 EVOLUÇÃO DA TÉCNICA DE EXTRAÇÃO POR MICRO-ONDAS

3.2.1 DÉCADA DE 1970: PIONEIRISMO LABORATORIAL DE MICRO-ONDAS

Após a popularização da utilização dos fornos de micro-ondas em ambientes residenciais, esses dispositivos foram empregados em processos laboratoriais, uma vez que era possível diminuir o tempo necessário para uma determinada operação desejada. Assim, em 1975, um experimento avaliou a eficiência do uso de micro-ondas para a digestão úmida de amostras biológicas (figado bovino, folhas de pomar e fios de cabelo). Dessa forma, essa pesquisa, mesmo não se tratando de uma extração, auxiliou para o desenvolvimento da EAM futuramente, já que os resultados obtidos demonstraram que o uso de micro-ondas diminui drasticamente o tempo de digestão, que era de 1 até 2 horas para um intervalo de 5 até 15 minutos, e o procedimento apresentou maior segurança, pois gerou-se uma menor quantidade de vapores ácidos produzidos pelos solventes utilizados devido ao menor tempo de experimento (ABU-SAMRA; MORRIS; KOIRTYOHANN, 1975).

3.2.2 DÉCADA DE 1980: ORIGEM DA EXTRAÇÃO POR MICRO-ONDAS

A primeira aplicação da metodologia de extração por micro-ondas ocorreu em um laboratório na Hungria em 1986. O objetivo do experimento era preparar amostras para uma análise cromatográfica. Assim, compostos apolares (gordura bruta) e polares (vicina, convicina, gossipol e pesticidas organofosforados) foram extraídos de sua matéria-prima natural (solo, sementes, alimentos e rações) por meio de *Soxhlet*, agitação de frascos e pela EAM. Além disso, utilizou-se para cada um dos componentes extraídos um solvente específico: gordura bruta (hexano), vicina e convicina (solução de água e metanol na proporção de 1:1), gossipol (metanol adicionado de água na divisão de 85:15) e pesticidas (metanol) (GANZLER; SALGÓ; VALKÓ, 1986).

Desse modo, para a extração por micro-ondas, as amostras foram suspensas em frascos com tampa de rosca contendo de 2 até 3 mL de solvente, posteriormente foram irradiadas em um forno de micro-ondas doméstico (modelo ER 638 ETD tipo 228 da Toshiba com frequência de 2450 MHz e potência de 1140 W) por 30 segundos sem que houvesse fervura das amostras e depois resfriadas por alguns minutos até atingir a temperatura ambiente. Assim, esse processo ocorria em até 7 vezes para se obter o máximo rendimento dos compostos extraídos. Dessarte, a partir da Tabela 1, é possível observar que a extração por micro-ondas resultou em uma diminuição drástica no tempo de operação em relação aos métodos convencionais na obtenção de gordura bruta, antinutrientes (vicina, convicina e gossipol) e pesticida nas condições mencionadas anteriormente. Além dessa vantagem, é visível que a porcentagem de recuperação por EAM foi de 100% para os componentes polares e maior do que no método de *Soxhlet*, entretanto foi ligeiramente menor para a substância apolar em relação a essa técnica convencional, já que o solvente usado para a gordura bruta não apresentava água, portanto não havia um momento dipolar alto que permitisse um maior movimento molecular. Logo, com base nos resultados do estudo de Ganzler, Salgó e Valkó (1986), observa-se que a extração por micro-ondas apresentou superioridade em detrimento à metodologia tradicional, uma vez que a irradiação permite um aquecimento rápido que facilita a dessorção e opera em temperaturas abaixo do ponto de fervura do solvente, consequentemente não houve degradação térmica dos componentes desejados.

Tabela 1 - Comparação dos métodos de extração para o experimento de 1986.

Compostos	Recuperação (%)		Tempo necessário	
	EAM	Métodos convencionais	EAM	Métodos convencionais
Gordura bruta	98	100	< 5 min	> 3 horas
Antinutrientes	100	40-60	< 5 min	≥ 3 horas
Pesticidas	100	90	< 1 min	< 1,5 horas

Fonte: Adaptado de Ganzler, Salgó e Valkó (1986).

No Brasil, a primeira utilização da técnica de extração por micro-ondas aconteceu no ano de 1989 em um experimento que consistiu em extrair óleos essenciais presentes nas folhas da planta alecrim-pimenta (*Lippia sidoides* Cham.,). Assim, comparou-se os resultados obtidos pelo método de EAM e pela destilação a vapor. Desse modo, a partir dos valores presentes da Tabela 2, observou-se que as amostras analisadas nas duas técnicas apresentaram resultados semelhantes e sem diferenças qualitativas, entretanto a composição de cada um dos óleos foi diferente para cada uma das metodologias, visto que a extração por micro-ondas obteve 58,43 % de timol da mistura, enquanto que a destilação a vapor apresentou 49,79 % em seu resultado. Além disso, observou-se que o tempo necessário para extrair óleos essenciais por micro-ondas foi igual a 5 minutos e pelo método tradicional demorou 90 minutos. Dessa forma, ainda pode-se afirmar que a EAM apresentou vantagens em relação à técnica convencional, dentre elas destacam-se: quantidade de matéria-prima natural foi menor e tempo de operação foi reduzido (CRAVEIRO et al., 1989).

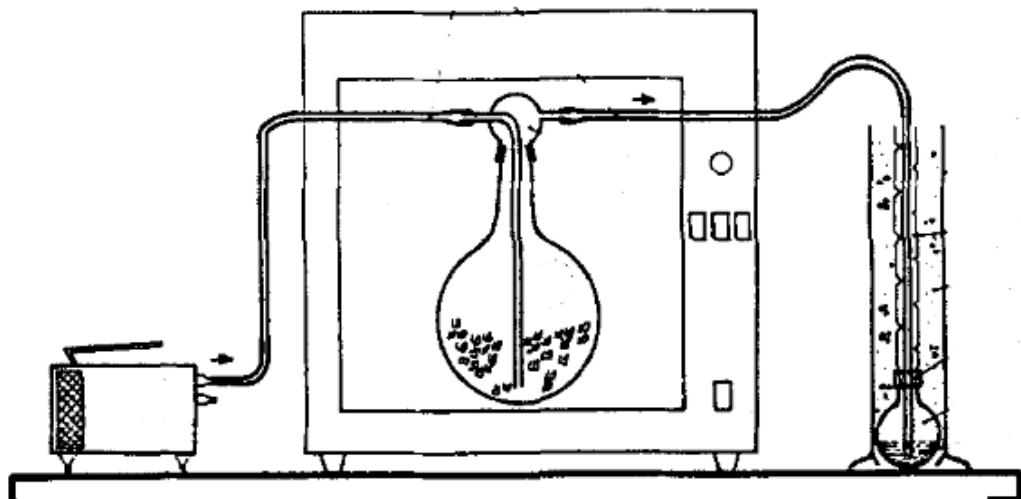
Tabela 2 - Óleos essenciais obtidos nos dois processos.

FORNO DE MICRO-ONDAS		DESTILAÇÃO A VAPOR	
Composto	%	Composto	%
α-Tujeno	0,73	α-Tujeno	2,79
α-Pineno	0,10	α-Pineno	0,90
Mirceno	3,45	Mirceno	3,19
α-Terpineno	1,66	α-Terpineno	1,80
p-Cimeno	16,41	p-Cimeno	14,72
1,8-Cineol	0,10	1,8-Cineol	1,73
trans-Ocimeno	0,74	trans-Ocimeno	0,10
γ-Terpineno	7,58	γ-Terpineno	5,61
Metiltimol	2,18	Metiltimol	2,42
Timol	58,43	Timol	49,79
Acetato de timila	1,07	Acetato de timila	1,21
β-Cariofileno	5,67	β-Cariofileno	13,94
β-Maalieno	0,10	β-Maalieno	1,03
Total	98,22	Total	99,23

Fonte: Adaptado de Craveiro et al. (1989).

A estrutura da extração por micro-ondas feita por Craveiro et al. (1989) é vista na Figura 3, sendo que o forno doméstico, da marca *Westinghouse*, foi modificado para se ter dois orifícios de diâmetro de 15 mm para a passagem de tubos de teflon. Assim, ocorre o bombeamento de ar para o frasco de fundo redondo de 1 L, contendo 30 a 40 gramas de folhas de alecrim-pimenta, que é aquecido por 5 minutos e posteriormente a mistura de água e óleos essenciais é arrastada para uma coluna de *Vigreux*, onde ocorre seu resfriamento e condensação da suspensão até ser retida em um frasco redondo de 50 mL. Assim, obtém-se de 20 a 30 mL de mistura no final do processo. Vale ressaltar que a extração realizada é livre de solventes, logo não é necessário adicionar água na vidraria que recebe as folhas de alecrim pimenta.

Figura 3 - Aparato experimental de EAM para alecrim pimenta.



Fonte: Adaptado de Craveiro et al. (1989).

3.2.3 DÉCADA DE 1990: SUSTENTABILIDADE DA EAM

A questão da sustentabilidade se tornou uma preocupação durante a década de 90, uma vez que as técnicas convencionais de extração contribuíam para a geração de resíduos tóxicos que eram nocivos para o ambiente e à saúde humana. Os principais fatores que causavam esse problema eram a utilização de solventes orgânicos e um longo tempo de operação (BANERJEE et al., 2017). Dessa forma, as técnicas de extração modernas (EAM, ultrassom e fluido supercrítico) foram utilizadas mais recorrentemente a fim de amenizar essas complicações,

consequentemente esse período de tempo foi marcado pela realização de vários experimentos com as novas metodologias.

Durante essa década, houve a popularização do uso de sistemas de vaso fechado (*closed vessel*) para o processo de extração por micro-ondas. Essa inovação permitiu que velocidade de operação fosse aumentada, uma vez que a pressurização aplicada faz com que se aumente o valor do ponto de ebulição do solvente. Portanto, ao se fixar um valor de potência no forno de micro-ondas, a temperatura mais elevada sem fervura favoreceu o solvente extrair-se os compostos desejados mais rapidamente e obteve-se um rendimento maior, já que haveria mais energia presente desse líquido superaquecido (KAUFMANN; CHRISTEN, 2002).

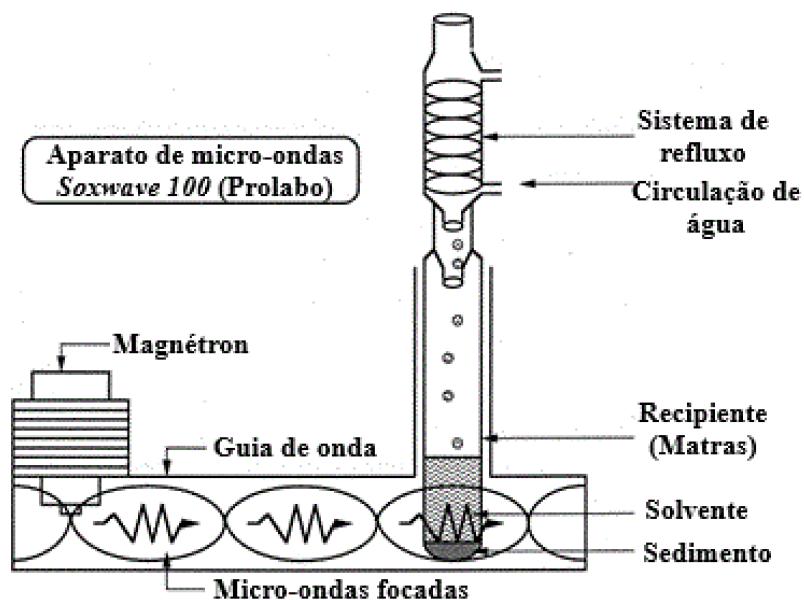
Dessa forma, a partir da década de 1990, a extração por micro-ondas começou a se consolidar como uma alternativa segura que trazia segurança ambiental em sua operação. Assim, nesse período de tempo, estudos demonstraram a eficiência da EAM em extrair compostos orgânicos presentes em solos e sedimentos, conforme o experimento de Lopez-Avila, Young e Beckert (1994), que consistiu em utilizar a energia proveniente das micro-ondas para remover hidrocarbonetos policíclicos aromáticos (HPAs), fenóis e pesticidas organoclorados das amostras de material sólido. Assim, observou-se que a técnica de EAM apresentou resultados satisfatórios ao ser comparada com *Soxhlet* e ultrassom, uma vez que a recuperação obtida desses métodos foi praticamente equivalente com o uso de até 30 mL de solvente ao invés de 300 mL e uma redução no tempo de extração. Vale ressaltar que nesse experimento utilizou-se um forno de micro-ondas do modelo MDS-2000 em *closed vessel* com 950 W em diferentes temperaturas (80, 115 e 145 °C) em tempos distintos (5, 10 ou 20 minutos) com 50% de poder de operação. Diante disso, observou-se que a extração por micro-ondas apresentou maior recuperação operando em faixas mais próximas a 145 °C, entretanto foi observado efeitos secundários ao se aumentar o tempo, uma vez que a operação prolongada poderia causar degradação dos compostos extraídos.

A partir da década de 1990, surgiu o termo “Química Verde”, o qual representava uma ideologia de desenvolver e criar técnicas a fim de evitar ameaças ao ambiente e à saúde humana (ANASTAS, 1999). Assim, atrelado a essa ideologia, houve o surgimento do sistema MAPTM (*Microwave-assisted processes*), desenvolvido no Canadá e idealizado por Paré, Bélanger e Stafford (1994), que consiste em extrair componentes específicos de diferentes materiais através de um solvente praticamente transparente para as micro-ondas se comparado com a matriz do material extraído. Assim, devido à seletividade térmica do fenômeno de aquecimento da técnica de EAM, é necessário um menor tempo de operação, gasto energético menor e

geração mínima de resíduos tóxicos em relação ao uso das técnicas convencionais, uma vez que o solvente também atua como refrigerante do processo.

Um problema ambiental enfrentado durante esse contexto histórico foi a presença de policloreto de bifenila (PCBs) nos solos e no lodo do esgoto. Desse modo, esses compostos que são tóxicos para vários organismos, estavam presentes em óleos hidráulicos, fluídos de aquecimento, tintas e pesticidas. Assim, conforme o experimento realizado por Dupont et al. (1999) na França, utilizou-se a extração por micro-ondas a fim de se verificar a eficiência na remoção desses compostos nocivos em amostras de lodo dos esgotos e o comparou os resultados obtidos com a técnica de *Soxhlet*. Desta maneira, usou-se o forno de micro-ondas laboratorial do modelo Soxwave 100 em *open vessel*, onde misturou-se 1 grama de lodo de esgoto com 30 mL de solvente hexano-acetona (1:1). Dessa forma, através da Figura 4, é possível observar o funcionamento desse aparato experimental, sendo que o magnétron gera as micro-ondas, que promovem o aquecimento da matriz sólida misturada ao solvente, consequentemente os compostos presentes são extraídos em um vaso aberto onde são armazenados e posteriormente condensam-se por conta de um sistema de recirculação de água.

Figura 4 - Aparato experimental com Soxwave 100.



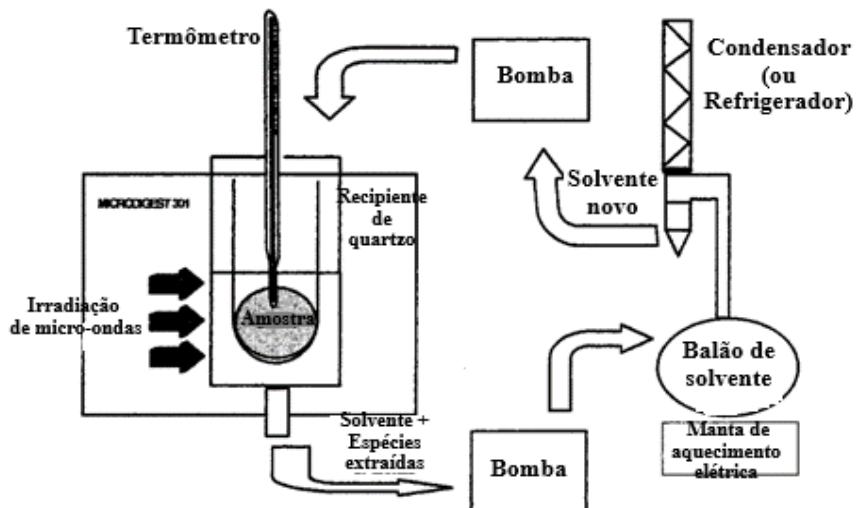
Fonte: Adaptado de Budzinski et al. (1999).

Dessa forma, com base no experimento de remoção de PCBs presentes no lodo do esgoto por meio de técnicas de extração, observou-se que a metodologia EAM obteve em geral recuperações menores do que em relação ao método de *Soxhlet*, entretanto o tempo de operação

foi igual a 10 minutos, enquanto que a forma tradicional exigiu 6 horas para se extrair esses compostos. Vale ressaltar que foram analisados os parâmetros de potência, quantidade de solvente e tempo de extração para a EAM, onde foi preferível escolher uma operação com 30 W, 30 mL da mistura de hexano-acetona (1:1) em 30 minutos de processo, uma vez que potências maiores, mesmo que tenham apresentado melhores taxas de recuperação, resultaram em aquecimento excessivo com possível risco em explosão (DUPONT et al., 1999).

Nesse período de tempo analisado, houve o surgimento das combinações de técnicas convencionais de extração com a EAM. Essas hibridizações tinham como principal objetivo a redução drástica do tempo operacional. Dessa forma, uma das principais metodologias criadas foi feita entre *soxhlet* e o princípio de micro-ondas, a qual resultou na Extração *Soxhlet* com Auxílio de Micro-ondas Focadas (ESAMF). Essa técnica foi inicialmente desenvolvida por García-Ayuso et al. (1998) com o objetivo de se extrair alcanos, HPAs e herbicidas presentes na matriz do solo. Assim, a partir da energia proveniente da radiação eletromagnética gerada pelo forno de micro-ondas *Prolabo Microdigest 301* em *open vessel*, houve o aquecimento da mistura entre solo e do solvente (diclorometano) presentes no *Soxhlet*, o que resultou na quebra das ligações químicas entre os analitos desejados e a matriz. Após isso, os compostos obtidos e o solvente eram bombeados para um frasco, onde ocorre a separação e recirculação de diclorometano no sistema. Esse processo sequencial pode ser visto na Figura 5 pelo aparato do experimento analisado. Dentre os principais resultados obtidos, é possível destacar a redução drástica do tempo operacional de 8 horas para 50 até 60 minutos, sendo que houve eficiência similar ou até superior da ESAMF em relação à técnica de *Soxhlet* feita isoladamente.

Figura 5 - Aparato experimental ESAMF.



Fonte: Adaptado de García-Ayuso et al. (1998).

3.2.4 DÉCADA DE 2000: CONSOLIDAÇÃO DO MÉTODO EAM

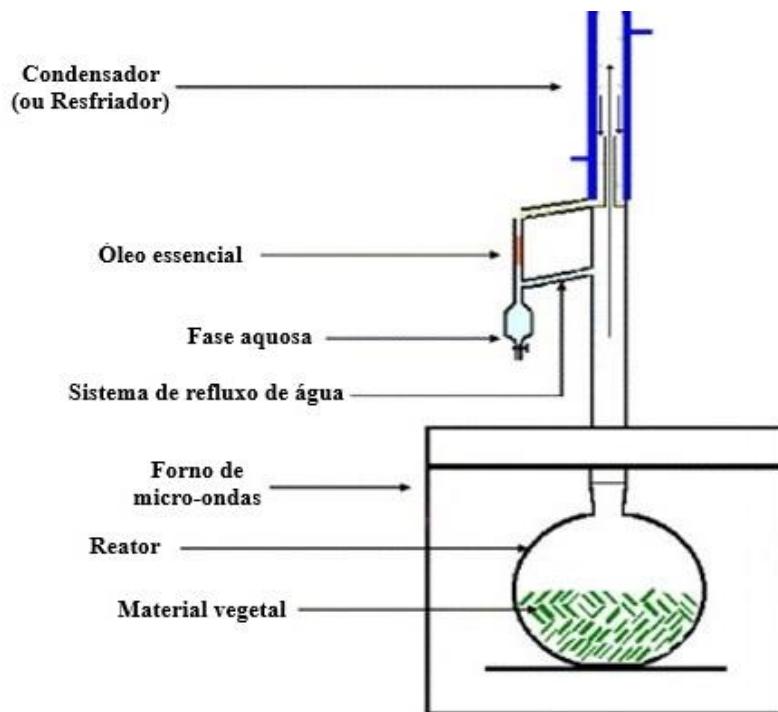
Nos anos 2000, a extração por micro-ondas se consolidou ainda mais no quesito ambiental devido à remoção de poluentes orgânicos presentes nos solos, sedimentos e na água. Além dessa aplicação, essa técnica foi fortemente recomendada para se extrair metabólitos secundários oriundos de plantas medicinais. Assim, pelo experimento realizado por Pan, Niu e Liu (2003), utilizou-se um forno de micro-ondas doméstico modificado, que tem como potência máxima o valor de 700 W, para se extrair polifenóis do chá e da cafeína presentes nas folhas de chá verde (*Thea sinensis* L.). Esses compostos possuem comportamento antioxidante, que é desejado em aplicações na indústria alimentícia e na medicina.

Dessa forma, em relação ao experimento descrito acima, concluiu-se que a técnica de EAM, com uso de uma solução em 50% de concentração de etanol em água, apresentou maior obtenção dos polifenóis desejados se comparado com outros métodos como extração por ultrassom, refluxo de calor e por temperatura ambiente. Além disso, o tempo de operação com o uso das micro-ondas foi de 4 minutos, após passar por 90 minutos por um processo de pré-lixiviação, enquanto que o restante das técnicas apresentou tempos maiores para menores rendimentos. Assim, concluiu-se que a EAM foi efetiva para a extração dos compostos orgânicos presentes nas folhas de chá verde, uma vez que se obteve alta concentração de polifenóis extraídos em um intervalo de tempo baixo. Vale salientar também que houve maior segurança e menor impacto ambiental devido ao uso de um solvente não tóxico que teve contato reduzido com quem realizou o experimento (PAN; NIU; LIU, 2003).

A questão ambiental durante esse período ainda se manteve como um assunto pertinente. Dessa maneira, houve a criação da Extração Assistida por Micro-ondas sem Solvente (EAMS), essa metodologia consiste na combinação do aquecimento oriundo das micro-ondas com a destilação seca dos compostos extraídos, sendo que não há uso de nenhum solvente ou água. Dessa forma, em 2004, os pesquisadores Lucchesi, Chemat e Smadja desenvolveram essa tecnologia a fim de extrair óleos essenciais do tomilho, manjericão e hortelã. Assim, para demonstrar-se o aparato do experimento descrito acima, usa-se a Figura 6, a qual é possível visualizar o material vegetal dentro de um reator que está em um forno de micro-ondas, onde há o aquecimento que proporciona a liberação de óleos essenciais na forma de vapor e que posteriormente são condensados por conta de um sistema de resfriamento feito por água. Dentre os resultados obtidos, destaca-se a redução no tempo de operação de 4,5 horas em uma extração convencional de hidrodestilação para um tempo de 30 minutos com um rendimento e qualidade

aromática ideais (LUCCHESI; CHEMAT; SMADJA, 2004). Além disso, pelo fato de não haver o uso de solventes nesse processo, não ocorre a produção de resíduos tóxicos e nem sua liberação para o ar, consequentemente a metodologia é mais segura para o ambiente e para a pessoa encarregada de executar o procedimento (CAPELLO; FISCHER; HUNGERBÜHLER, 2007).

Figura 6 - Aparato experimental EAMS.



Fonte: Adaptado de Lucchesi, Chemat e Smadja (2004).

A hidrodestilação (HD) de óleos essenciais é uma técnica tradicional de extração, a qual consiste em deixar a matriz vegetal submersa em uma quantidade de água necessária e posteriormente aquecê-la para que alcance a fervura que é responsável pela retirada dos compostos apolares desejados presentes no tecido da planta. Assim, após esse processo, a mistura em vapor de água e óleos é condensada e depois separada (TALATI, 2017). Dessa forma, através do uso de micro-ondas, é possível que se aqueça a parte aquosa da mistura de forma mais rápida e consequentemente com menor gasto energético. Desse modo, houve a consolidação da técnica híbrida Hidrodestilação Assistida por Micro-ondas (HAM) durante a década de 2000, a qual se assemelha da metodologia de EAMS. Dessa maneira, por meio do experimento feito por Golkamani e Rezaei (2008), o qual consistiu em comparar a extração de

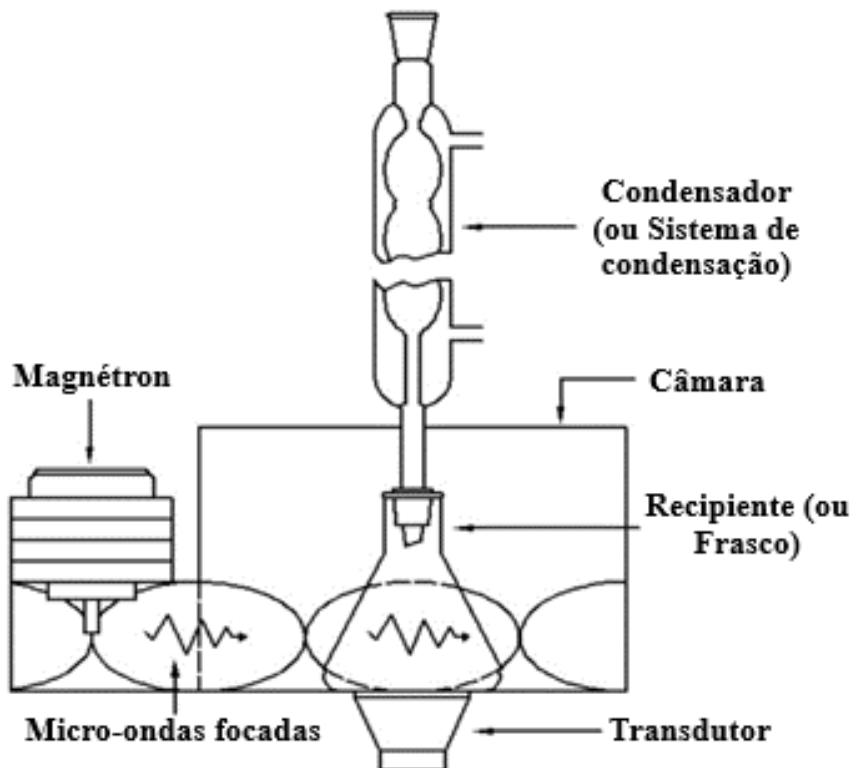
óleos essenciais da parte do topo do tomilho seco da hidrodestilação isolada e com o efeito das micro-ondas no processo, foi possível observar as vantagens da HAM. À vista disso, utilizou-se um forno de micro-ondas NN-S674MF da *Panasonic* modificado em uma potência de 990 W em um período de 2 horas para uma amostra de 60 gramas de tomilho seco submerso em 1200 mL de água, enquanto que para o processo de hidrodestilação isolada foi usado uma manta elétrica para aquecimento durante um tempo de 4 horas. A partir dos resultados obtidos desse experimento, observou-se que a HAM atingiu ponto de fervura em 7 minutos, enquanto que o método tradicional demorou 30 minutos, consequentemente a porcentagem de óleos essenciais extraídos com o uso de micro-ondas foi praticamente equivalente ao do tempo completo de HD em apenas 75 minutos. Portanto, é perceptível que a metodologia híbrida realmente apresentou efeito positivo na redução de tempo. Vale ressaltar que a HAM pode ser considerada uma tecnologia verde, uma vez que ela é menos prejudicial ao ambiente se comparada com outras técnicas tradicionais, já que seu gasto energético foi menor, seu tempo de operação foi reduzido e não houve utilização de solventes orgânicos tóxicos no processo.

Nesse período, houve avanço no processo de extração de componentes orgânicos insolúveis ou levemente solúveis presentes no solo, resíduos sólidos e lodos. Dessa forma, em 2007, a Agência de Proteção Ambiental dos Estados Unidos (APAEU) consolidou o método 3546 do compêndio SW-846 (*solid waste*) focado no tratamento de resíduos sólidos. Essa metodologia consiste em usar a energia proveniente das micro-ondas para alcançar temperaturas elevadas de 100 até 115 °C e pressões na faixa de 50 até 175 psi para se extrair PCBs, pesticidas organoclorados e fenóis. Dessa forma, a partir desses parâmetros e do uso de vasos fechados é possível obter valores de recuperação desses compostos similares ao método de *Soxhlet* em uma quantidade de tempo muito menor (USEPA, 2007).

Outra técnica moderna de extração surgiu durante esse período de tempo. A EAMU (Extração Assistida por Micro-ondas e Ultrassom) utiliza a energia das micro-ondas para aquecer seletivamente o extrato a fim de facilitar a extração por adsorção e dessorção, juntamente do ultrassom que é responsável por quebrar a parede celular da matéria-prima vegetal. Desse modo, através do estudo feito por Lianfu e Zelong (2007), foi possível observar como a combinação dessas duas técnicas modernas de extração favoreceu o processo de obtenção de licopeno em tomates. Esse pigmento é encontrado principalmente em frutas de cor avermelhada e é usado na indústria alimentícia como corante natural. Dessa maneira, o experimento foi conduzido através de um forno de micro-ondas CW-2000 de potência igual a 800 W e frequência de 2450 MHz em *open vessel*, juntamente de um transdutor com potência de 50 W e frequência de 40 KHz para o ultrassom. Dessa forma, conforme a Figura 7, 2 gramas

da pasta de tomate são inseridos em um Erlenmeyer com acetato de etila como solvente. Posteriormente, a partir de um tempo programado para a extração, o magnétron gera micro-ondas que aquecem a amostra e o transdutor promove a propagação das ondas de som que quebram a parede celular. Após isso, o licopeno extraído na forma de vapor é condensado na parte de cima do aparato.

Figura 7 - Técnica de EAMU.



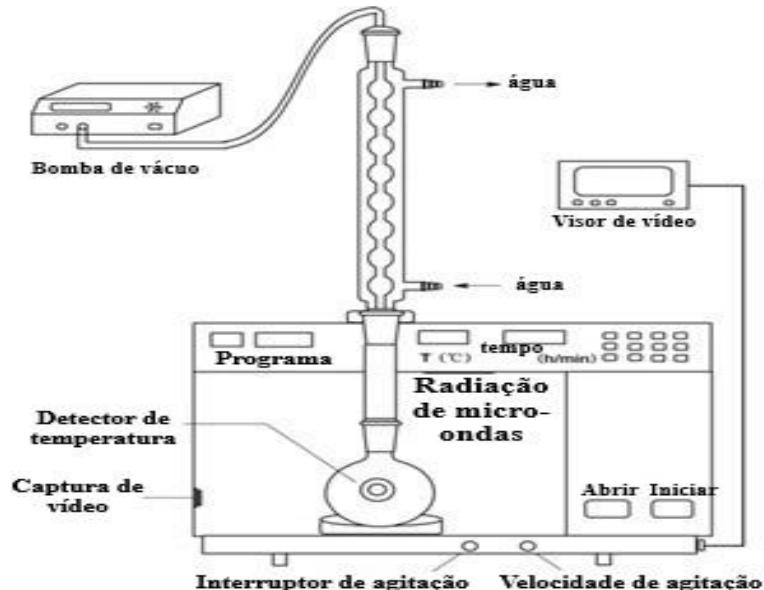
Fonte: Adaptado de Lianfu e Zelong (2007).

Com base nos resultados do experimento descrito acima, percebeu-se uma redução drástica no tempo da EAMU em comparação com a técnica de extração por ultrassom (EAU) e também uma maior porcentagem no rendimento de obtenção de licopeno. Logo, pode-se inferir que a utilização de micro-ondas possibilitou um processo operacional melhorado. Vale ressaltar que os parâmetros de temperatura, quantidade de solvente e potência utilizada foram analisadas a efeito de comparação na análise do tempo (LIANFU e ZELONG, 2007).

Alguns compostos bioativos são termossensíveis e podem ser degradados ao serem submetidos a altas temperaturas (SOUZA DE CASTRO et al., 2017). Dessa forma, a fim de amenizar esse problema durante o processo de extração por micro-ondas de pigmentos e compostos polifenólicos, houve a popularização de uma variação da EAM, a qual consistiu em operar o sistema em vácuo. Essa tecnologia se consolidou durante os anos 2000 e foi

denominada como Extração Assistida por Micro-ondas a Vácuo (EAMV). Essa técnica modificada abaixa o ponto de ebulação do solvente utilizado e reduz a oxidação dos compostos bioativos extraídos, já que a quantidade de oxigênio no sistema é pequena. Dessa maneira, pelo experimento feito por Wang, Xiao e Li (2008) foi possível observar os efeitos positivos da extração por micro-ondas em um sistema a vácuo. Assim, o foco desse estudo era de extrair compostos polifenólicos e pigmentos de ervas chinesas e comparar os resultados obtidos entre EAM e EAMV. Portanto, o procedimento experimental consistiu em depositar 5 gramas da matéria-prima vegetal em um frasco de fundo redondo com solvente, onde estava dentro de um forno de micro-ondas *MAS-I* com frequência igual a 2450 MHz e potência máxima de 1000 W, e conectado a um condensador. Cabe destacar que foi utilizada uma bomba para se retirar o ar do sistema e promover o vácuo. Esse processo pode ser observado na Figura 8, a qual demonstra o aparato experimental e como ocorreu a extração e o monitoramento da temperatura por um sensor de infravermelho.

Figura 8 - Aparato experimental EAMV.



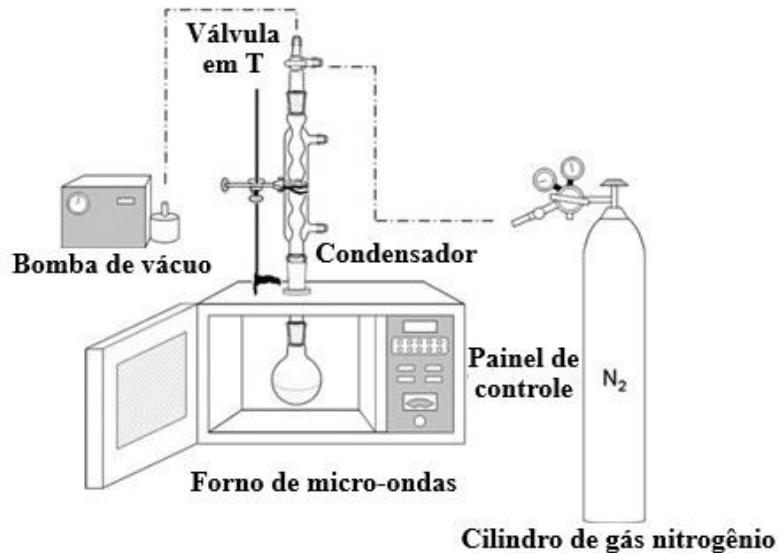
Fonte: Adaptado de Wang, Xiao e Li (2008).

Dentre os principais resultados obtidos pela extração de polifenóis e pigmentos do experimento descrito acima, pode-se destacar que para os compostos bioativos termossensíveis, a EAMV obteve maior rendimento se comparada com a EAM, uma vez que a destruição da parede celular da matriz vegetal foi facilitada em temperaturas mais baixas, consequentemente não houve degradação desses componentes. Além dessa análise, é válido observar que para os

compostos mais resistentes, a extração por micro-ondas em sistema a vácuo apresentou menor consumo de solvente em comparação à técnica isolada (WANG; XIAO; LI, 2008).

Em relação ao problema de oxidação, uma outra adaptação da técnica de EAM criada foi a de utilizar o gás nitrogênio (N_2), que é inerte, para pressurizar o sistema analisado. Dessa forma, essa técnica modificada foi denominada de Extração Assistida por Micro-ondas sob Proteção de Nitrogênio (EAMPN) e foi primeiramente utilizada no estudo de Yu et al. (2009) a fim de se extrair ácido ascórbico (AA), presente na goiaba e em diversas pimentas, e comparar o resultado obtido com a EAM isolada e pressurizada com N_2 . Desse modo, o experimento foi conduzido a partir da deposição de 2 gramas da matriz vegetal dentro de um frasco de fundo redondo de 100 mL contendo uma certa quantidade de solvente, o qual estava dentro de um forno de micro-ondas de potência máxima de 1000 W. Posteriormente, o ar presente no frasco é bombeado para fora por uma bomba de vácuo e depois ocorre a abertura de uma válvula tripla que permite a entrada de N_2 no sistema. O aparato experimental é representado pela Figura 9, a qual demonstra que o sistema apresenta um condensador e um cilindro de gás nitrogênio. Assim, os resultados obtidos demonstraram que a EAMPN apresentou melhor rendimento na extração de AA ao ser comparada com a EAM, uma vez que o componente desejado não apresentou oxidação devido à ausência de oxigênio que foi substituído por N_2 no sistema.

Figura 9 - Aparato experimental EAMPN.



Fonte: Adaptado de Yu et al. (2009).

3.2.5 DÉCADA DE 2010: USO DE SOLVENTES MODERNOS EM EAM

A década de 2010 ficou marcada pelo desenvolvimento de novos tipos de solventes a fim de substituírem os tradicionais que apresentavam malefícios ao ambiente e ao ser humano. Dessa forma, visando um processo menos tóxico, ocorreu a popularização do uso de *deep eutetic solvent* (DES), o qual era baseado em uma mistura de sais orgânicos que atuavam como aceptores de hidrogênio e de moléculas orgânicas que tinham função de doadores de hidrogênio. Um exemplo comum dessa categoria de solventes é o ChCl/Ur, que consiste na combinação entre cloreto de colina (aceptor) e ureia (doador). Além de ser menos nocivo, o DES é facilmente produzido, já que os reagentes são acessíveis, e apresentam baixo custo (GILMORE; SWADZBA-KWASNY; HOLBREY, 2019).

A extração dos flavonoides (genistina, genisteína e apigenina) presentes nas raízes do feijão-andu era feita com solventes orgânicos. Assim, por meio do experimento realizado por Cui et., al (2015), fez-se a primeira combinação de micro-ondas com utilização de DES (mistura de 1,6-hexanodiol com cloreto de colina), a qual foi denominada de Extração Assistida por Micro-ondas baseada em *Deep Eutetic Solvent* (EAM-DES). O estudo realizado tinha como principal objetivo verificar a eficiência do uso dessa categoria de solvente a partir da comparação com as técnicas de EAU e extração por refluxo (ER). Dessa forma, utilizou-se um forno de micro-ondas, *MAS-II* de 2450 MHz de frequência, com uma potência de 600 W para um frasco de 100 mL que continha 2,50 gramas de raiz de feijão-andu e diversos volumes de DES com proporções molares diferentes em sua combinação, juntamente da adição ou ausência de água. A partir dos resultados obtidos desse experimento, observou-se que a EAM-DES apresentou menor tempo de operação e maiores rendimentos na extração dos três compostos bioativos se comparada com a EAU e ER aplicadas com o 1,6-hexanodiol/ChCl. É válido ressaltar que o ponto ótimo desse processo foi obtido com os seguintes parâmetros: temperatura de 80 °C, tempo de 11 minutos, proporção de 7:1 em razão molar de DES e com 30% do volume com presença de água. Portanto, é visto que a utilização dessa categoria de solvente proporcionou o aumento da solubilidade de bioativos, diminuição do custo e uma extração menos nociva ao ambiente.

Além da utilização de DES, houve a consolidação do uso de Líquido Iônico (IL), que consiste em um sal fundido formado a partir da cátions orgânicos e ânions inorgânicos ou não. Dentre as principais características dessa substância, destaca-se a alta capacidade de solvatação para vários materiais e de dissolver facilmente matrizes analisadas, consequentemente há

facilitação na extração de componentes específicos. Em relação à questão ambiental, o uso de LI é benéfico, uma vez que esses compostos não emitem vapores para a atmosfera, consequentemente ocorre redução da perda de solvente e diminuição do custo do processo (VENTURA et al., 2017).

A partir do avanço e desenvolvimento de LIs, foi possível combinar essa tecnologia na extração por micro-ondas, o que resultou na Extração Assistida por Micro-ondas baseada em Líquido Iônico (EAM-IL). A energia proveniente da irradiação eletromagnética somada à capacidade de dissolução dessa categoria de solvente danifica a parede celular da matriz analisada, consequentemente os compostos bioativos desejados são facilmente retirados nessa área danificada. Vale ressaltar que diferentemente de solventes aquosos, o LI é capaz de dissolver a celulose, logo o processo de extração é facilitado. Desse modo, os principais benefícios da EAM-LI são: maiores rendimentos de extração, menor consumo de solvente, tempo operacional e gasto energético reduzidos (AHMAD et al., 2018). Um exemplo de aplicação dessa técnica adaptada foi visto no experimento conduzido por Zhang et al. (2015), o qual consistiu em extrair compostos bioativos (baicalina, wogonina e baicaleína) presentes na erva medicinal chinesa *S. baicalensis* com o uso de LIs compostos por uma série de cátions 1-alquil-3-metilimidazólio combinado com o anion de bromo Br⁻. Dessa maneira, ao comparar os valores obtidos de EAM-LI com a extração por micro-ondas com água, percebeu-se que o solvente proveniente da técnica moderna obteve maior rendimento dos compostos bioativos desejados para um mesmo tempo de processo.

Com base nos solventes LI e DES que se consolidaram durante a década de 2010, é válido destacar as principais diferenças de cada um deles. Primeiramente, os líquidos iônicos apresentam um custo de fabricação maior do que *deep eutetic* solventes, uma vez que os reagentes são cátions e ânions não tão acessíveis. Além disso, os DES apresentam alta polaridade, logo atuam melhor que os LIs na extração de compostos polares (proteínas, fenóis e isoflavonas). Em relação à toxicidade, é perceptível que DES são menos nocivos, uma vez que são biodegradáveis devido aos reagentes utilizados em sua fabricação (EKEZIE; SUN; CHENG, 2017).

3.2.6 PERÍODO DE 2020-2025: COVID-19, AVANÇO DA INTELIGÊNCIA ARTIFICIAL E *SCALE-UP* INDUSTRIAL

O início desse período ficou marcado pela pandemia do COVID-19, causada pelo agente etiológico SARS-CoV-2, que é uma doença viral altamente transmissível que afeta principalmente o sistema respiratório do ser humano. Vale ressaltar que os principais grupos de risco eram: idosos e pessoas com comorbidades (diabetes, obesidade, problema pulmonares ou cardiovasculares), os quais poderiam atingir casos mais graves que poderiam resultar no óbito desses indivíduos (CAMPOS et al., 2020).

Dessa forma, com base nesse contexto, houve a necessidade de se encontrar drogas que pudessem auxiliar no tratamento de COVID-19. Assim, a extração de compostos bioativos com propriedades antivirais presentes em matrizes vegetais foi um dos focos de pesquisa. Um dos estudos com essa finalidade foi realizado por Wang et al. (2023), o qual consistiu em extrair cefarantina (CEP) da erva chinesa *Stephania cepharantha Hayata* mediante o uso de técnicas de extração como EAU, EAM, Extração Assistida por Enzimas (EAE) e por solvente orgânico para efeito comparativo da eficiência do processo. Dessa maneira, o experimento da metodologia por micro-ondas foi conduzido pelo ponto ótimo de 15 minutos de tempo de operação e uma razão sólido por solvente de 1:30 g/mL. Dentre os resultados, obteve-se um rendimento 12,4 vezes maior do que pela extração por *Soxhlet* e apresentou o menor tempo de operação dentre os outros métodos. Apesar dessas vantagens, a EAM apresenta duas limitações: possibilidade de induzir mudanças indesejáveis na estrutura molecular da CEP e os desafios de aplicação em larga escala industrial.

O avanço da inteligência artificial (IA) e *machine learning* (ML) durante esse período de tempo fez com que os processos de otimização e predição de EAM fossem feitos mais precisamente e com maior rapidez. Dessa forma, para exemplificar a situação descrita, utiliza-se o estudo feito por Mobasher et al. (2025), o qual consistiu em extrair taninos e polifenóis presentes na casca da romã mediante a extração por micro-ondas, a qual teve seus parâmetros independentes (potência do forno, tempo de operação, temperatura e proporção de matriz vegetal por solvente) otimizados pelos métodos de *Least Squares Boosting with Random Forest* LSBoost/RF e *Least Squares Boosting with K-Nearest Neighbors with Neural Links* LSBoost/KNN-NN. Os dois modelos citados também foram utilizados para predizer a quantidade total de polifenóis, taninos e a atividade antioxidante dos extratos pelo método da neutralização do radical de 2,2-difenil-1-picril-hidrazil (DPPH) para 30 simulações distintas.

Assim, para verificar a eficiência da metodologia de ML, foram utilizados os seguintes valores estatísticos: raiz do erro quadrático médio (REQM), coeficiente de determinação (R^2), erro absoluto médio (EAM) e coeficiente de correlação de concordância (CCC). Desse modo, com base na Tabela 3, é possível verificar que os dois modelos apresentaram resultados satisfatórios, entretanto o LSBoost/RF foi mais consistente na predição da quantidade total de taninos, polifenóis e na atividade antioxidante de DPPH. Além disso, percebeu-se que o processo deveria operar nos seguintes intervalos: potência do forno de micro-ondas entre 100 e 300 W, tempo de extração de 10 a 40 minutos, temperatura entre 35 e 50 °C e a razão de matriz vegetal por solvente sendo de 0,025 a 0,050 g/mL. Vale ressaltar que a potência do forno foi a variável que mais influenciou nos resultados do processo, enquanto que a temperatura foi pouco significativa em relação à extração polifenólica.

Tabela 3 - Resultados obtidos por LSBoost/RF e LSBoost/KNN-NN.

Variável de resposta	Modelo analisado	EAM	REQM	CCC	R^2
Quantidade de polifenóis	LSBoost-RF	0,69	1,16	1,00	0,9998
	LSBoost-KNN-NN	11,73	18,60	0,97	0,9327
Quantidade de taninos	LSBoost-RF	6,35	8,66	0,96	0,9018
	LSBoost-KNN-NN	6,52	9,00	0,96	0,8979
DPPH	LSBoost-RF	0,53	0,83	0,97	0,9269
	LSBoost-KNN-NN	0,80	1,05	0,96	0,9048

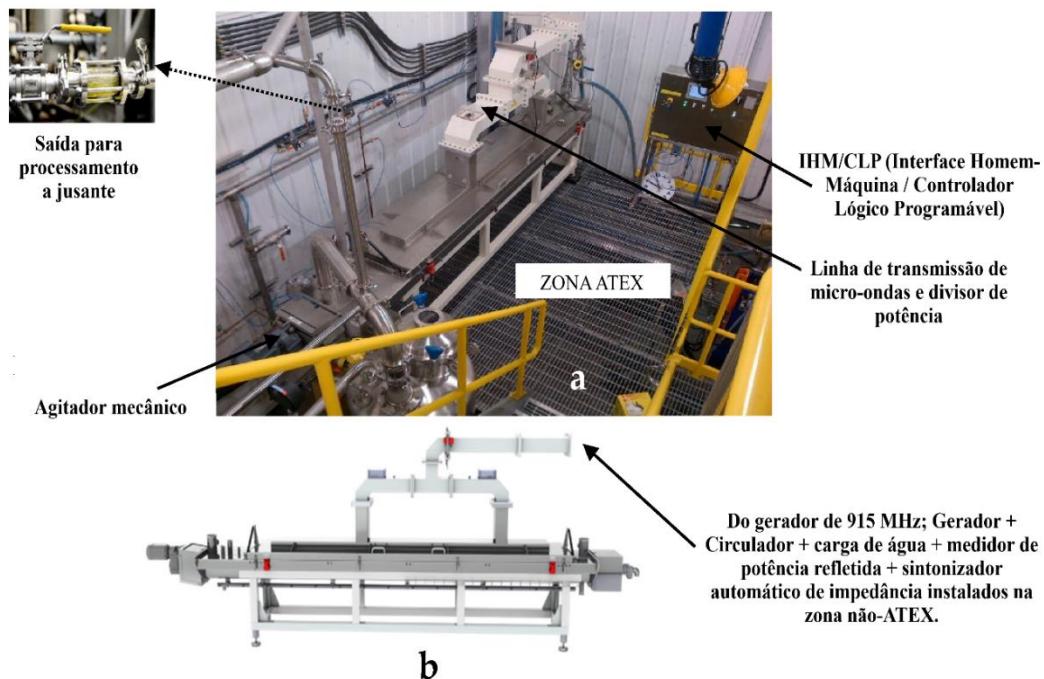
Fonte: Adaptado de Mobasher et al. (2025).

A extração por micro-ondas é um processo feito majoritariamente em laboratórios em pequena escala, uma vez que existem desafios que devem ser superados para que seja possível estabelecer esse *scale-up* (ampliar o processo). Dentre essas limitações, destacam-se: aquecimento heterogêneo causado pelo baixo poder de penetração das micro-ondas em grandes quantidades de biomassa; degradação de compostos de interesse devido aos *hotspots* (regiões que aqueceram mais do que outras na matéria-prima); aumento do custo energético para manter a operação em contexto industrial e dificuldade de se aplicar o sistema em fluxo contínuo (SIDDIQUE et al., 2021).

Ainda que existam problemáticas para o *scale-up*, alguns estudos foram feitos demonstrando aplicações do processo de EAM em uma escala ampliada. Assim, conforme Petrotos et al. (2021), foi feita a otimização de um processo de EAMV que tinha como objetivo extraer polifenóis e flavonoides de resíduos sólidos gerados da indústria produtora de suco de laranja. Dessa forma, a fim de se obter o ponto ótimo, que apresentava maior concentração dos compostos desejados extraídos da melhor forma economicamente, analisou-se os parâmetros de potência do forno de micro-ondas, tempo de extração e razão de água por bagaço da fruta. Dessa maneira, mediante a utilização da Metodologia de Superfície de Resposta (MSR), ferramenta estatística responsável pela otimização, descobriu-se os valores no ponto ótimo das variáveis do estudo realizado para a extração feita a partir de 2 kg de resíduo sólido. Diante dos resultados, destaca-se que o ponto ótimo para a realização da EAM, simultânea para os dois tipos de compostos desejados, foi com potência do forno igual a 2000 W, razão de água por bagaço 24,95 e tempo de extração de 63,96 minutos. Com esses parâmetros, previu-se que haveria obtenção de 9777,48 mg de polifenóis e 1847,42 mg de flavonoides. Com base nesses dados, é possível observar que houve de fato um processo feito em uma escala maior do que a usual e que se houver mais desenvolvimento, pode-se futuramente haver a consolidação dessa técnica no setor industrial.

Outro estudo focado na EAM em escala industrial foi feito por Radoiu et al. (2020), o qual consistiu em demonstrar os rendimentos obtidos da extração dos terpenos (canabidiol (CBD), Tetrahidrocanabiol (THC) e outros), substâncias com propriedades terapêuticas e medicinais, proveniente da flor do gênero Cannabis em um sistema de fluxo contínuo. A empresa *Radient Technologies Inc.* patenteou o processo como MAPTM, o qual é capaz de controlar o tempo de operação e a temperatura de forma eficiente e segura. Assim, o método empregado baseou-se em misturar a biomassa com o solvente (etanol) e posteriormente é bombeado continuamente no reator de EAM para que seja aquecido com micro-ondas de frequência igual a 915 MHz. Desse modo, fez-se duas extrações, cada uma com 100 kg de biomassa, com uma vazão de 30 kg/h de Cannabis e 360 L/h de solvente. Em relação aos resultados obtidos, para o primeiro procedimento assegurou-se uma recuperação de 92,6 % de THC com pureza igual a 61,4 %, enquanto que a segunda tentativa resultou em 93,4 % com 55,1 % dos parâmetros respectivamente. O aparato experimental desse processo contínuo pode ser visto pela Figura 10, a qual representa o local que foi realizado a extração.

Figura 10 - Aparato experimental EAM em fluxo contínuo.



Fonte: Adaptado de Radoiu et al. (2020).

Diante do exposto, fica evidente pelos estudos feitos por Petrotos et al. (2021) e Radoiu et. al. (2020), que apesar de todas as dificuldades enfrentadas para o *scale-up* da EAM para um contexto industrial, foi possível realizar sua aplicação. A partir dos exemplos citados, é evidente que há a possibilidade de se otimizar um processo em batelada em grande volume, como no caso dos resíduos sólidos gerados na indústria de produção de suco de laranja, e capacidade de se extrair de forma eficiente em fluxo contínuo alguma substância, assim como no caso dos canabinoides. Dessa forma, conclui-se que a adoção da EAM em um contexto industrial atualmente não está tão distante como no passado.

4 CONCLUSÕES

A partir do desenvolvimento deste trabalho, averiguou-se o funcionamento da EAM causado pelo aquecimento gerado pela irradiação eletromagnética. Além disso, foi observado como os parâmetros de temperatura, potência do forno, tempo de extração, proporção entre biomassa e solvente influenciam no processo. Neste trabalho, por meio de análise das

aplicações do processo para diferentes compostos de interesse, viu-se necessária a otimização dos parâmetros para que fosse atingido um ponto ótimo que maximizasse o rendimento com menores custos em energia e com redução de tempo.

Em relação à revisão bibliográfica, verificou-se como a extração por micro-ondas evoluiu ao longo dos anos e como essa técnica alternativa ganhou espaço cada vez maior na área de obtenção de compostos de interesse e na retirada de substâncias em resíduos sólidos. Assim, com base nos casos mencionados e especificados de diferentes aplicações da EAM, percebeu-se como essa metodologia alternativa apresenta alto rendimento na obtenção de compostos em um período de tempo curto em relação aos métodos convencionais. Além disso, observou-se como a hibridização das micro-ondas em outros processos modernos ou tradicionais auxiliaram na melhoria do processo.

Diante do que foi descrito neste trabalho, é perceptível como a EAM é uma tecnologia verde que não afeta tão negativamente o meio ambiente e a saúde humana, uma vez que o consumo de solventes orgânicos tóxicos é reduzido devido à alta velocidade de extração dessa técnica. Consequentemente, o processo se torna menos nocivo por conta da redução da geração de resíduos e vapores tóxicos, juntamente da diminuição do contato da pessoa que realiza o procedimento.

REFÉRENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ABU-SAMRA, ADEL.; MORRIS, J. STEVEN.; KOIRTYOHANN, S. R. Wet ashing of some biological samples in a microwave oven. *Analytical Chemistry*, v. 47, n. 8, p. 1475–1477, 1 jul. 1975.

ACKERMAN, Evan. A brief history of the microwave oven: where the “radar” in Raytheon’s Radarange came from. *IEEE Spectrum*, 30 set. 2016. Disponível em: <https://spectrum.ieee.org/radarange>.

AHMAD, I. et al. Ionic liquid-based microwave-assisted extraction: Fast and green extraction method of secondary metabolites on medicinal plant. *Pharmacognosy Reviews/Bioinformatics Trends/Pharmacognosy review*, v. 12, n. 23, p. 20–20, 1 jan. 2018.

ANASTAS, P. T. (1999). Green Chemistry and the Role of Analytical Methodology Development. *Critical Reviews in Analytical Chemistry*, 29(3), 167–175. <https://doi.org/10.1080/10408349891199356>

BANERJEE, J. et al. Bioactives from fruit processing wastes: Green approaches to valuable chemicals. *Food Chemistry*, v. 225, p. 10–22, jun. 2017.

BHADANGE, Y. A.; CARPENTER, J.; VIRENDRA KUMAR SAHARAN. A Comprehensive Review on Advanced Extraction Techniques for Retrieving Bioactive Components from Natural Sources. *ACS Omega*, v. 9, n. 29, p. 31274–31297, 8 jul. 2024.

BUDZINSKI, H. et al. Optimisation of the microwave-assisted extraction in open cell of polycyclic aromatic hydrocarbons from soils and sediments. *Journal of Chromatography A*, v. 837, n. 1-2, p. 187–200, abr. 1999.

CAMPOS, M. R. et al. Carga de doença da COVID-19 e de suas complicações agudas e crônicas: reflexões sobre a mensuração (DALY) e perspectivas no Sistema Único de Saúde. *Cadernos de Saúde Pública*, v. 36, n. 11, 1 jan. 2020.

CAPELLO, C.; FISCHER, U.; HUNGERBÜHLER, K. What is a green solvent? A comprehensive framework for the environmental assessment of solvents. *Green Chemistry*, v. 9, n. 9, p. 927, 2007.

CHAN, C.-H. et al. Microwave-assisted extractions of active ingredients from plants. *Journal of Chromatography A*, v. 1218, n. 37, p. 6213–6225, set. 2011.

CRAVEIRO, A. A. et al. Microwave oven extraction of an essential oil. *Flavour and Fragrance Journal*, v. 4, n. 1, p. 43–44, mar. 1989.

CUI, Q. et al. Deep eutectic solvent-based microwave-assisted extraction of genistin, genistein and apigenin from pigeon pea roots. *Separation and Purification Technology*, v. 150, p. 63–72, 23 jun. 2015.

DUPONT, G. et al. The determination of polychlorinated biphenyls in municipal sewage sludges using microwave-assisted extraction and gas chromatography-mass spectrometry. *The Analyst*, v. 124, n. 4, p. 453–458, 1999.

ESKILSSON, C; BJÖRKLUND, E. Analytical-scale microwave-assisted extraction. *Journal of Chromatography A*, v. 933, n. 1-2, p. 1-26, 2 nov. 2001.

EKEZIE, F.-G. C.; SUN, D.-W.; CHENG, J.-H. Acceleration of microwave-assisted extraction processes of food components by integrating technologies and applying emerging solvents: A review of latest developments. *Trends in Food Science & Technology*, v. 67, p. 160–172, set. 2017.

GANZLER, K.; SALGÓ, A.; VALKÓ, K. Microwave extraction. *Journal of Chromatography A*, v. 371, p. 299–306, dez. 1986.

GARCÍA-AYUSO, L. E. et al. Focused Microwave-Assisted Soxhlet: An Advantageous Tool for Sample Extraction. *Analytical Chemistry*, v. 70, n. 11, p. 2426–2431, 1 maio 1998.

GILMORE, M.; MALGORZATA SWADZBA-KWASNY; HOLBREY, J. D. Thermal Properties of Choline Chloride/Urea System Studied under Moisture-Free Atmosphere. *Journal of Chemical & Engineering Data*, v. 64, n. 12, p. 5248–5255, 5 nov. 2019.

KAUFMANN, B.; CHRISTEN, P. Recent extraction techniques for natural products: microwave-assisted extraction and pressurised solvent extraction. *Phytochemical Analysis*, v. 13, n. 2, p. 105–113, 1 mar. 2002.

KUMAR, K. A.; GOMEZ, S. Microwave-assisted extraction of bioactives in fruits and vegetables: a comprehensive review. *Journal of Food Bioactives*, 1 dez. 2024.

LOPEZ-AVILA, VIORICA.; YOUNG, RICHARD.; BECKERT, W. F. Microwave-Assisted Extraction of Organic Compounds from Standard Reference Soils and Sediments. *Analytical Chemistry*, v. 66, n. 7, p. 1097–1106, 1 abr. 1994.

LUCCHESI, M. E.; CHEMAT, F.; SMADJA, J. Solvent-free microwave extraction of essential oil from aromatic herbs: comparison with conventional hydro-distillation. *Journal of Chromatography A*, v. 1043, n. 2, p. 323–327, jul. 2004.

MANDAL, V.; MOHAN, Y.; HEMALATHA, S. Microwave Assisted Extraction - An Innovative and Promising Extraction Tool for Medicinal Plant Research. *Pharmacognosy Reviews*, v. 1, n. 1, 30 nov. 2006.

MANZOLILLO, A. Divulgação MICROONDAS EM SÍNTSE ORGÂNICA. *Quim. Nova*, v. 25, n. 4, p. 660–667, 2002.

MOBASHERI, F. et al. Machine learning optimization of microwave-assisted extraction of phenolics and tannins from pomegranate peel. *Scientific Reports*, v. 15, n. 1, 3 jun. 2025.

MOHAMMAD-TAGHI GOLMAKANI; REZAEI, K. Comparison of microwave-assisted hydrodistillation with the traditional hydrodistillation method in the extraction of essential oils from *Thymus vulgaris* L. *Food Chemistry*, v. 109, n. 4, p. 925–930, 28 jan. 2008.

MUNGWARI, C. P. et al. Conventional and modern techniques for bioactive compounds recovery from plants: Review. *Scientific African*, v. 27, p. e02509, mar. 2025.

PAN, X.; NIU, G.; LIU, H. Microwave-assisted extraction of tea polyphenols and tea caffeine from green tea leaves. *Chemical Engineering and Processing - Process Intensification*, v. 42, n. 2, p. 129–133, 9 jan. 2003.

PARÉ, J. R. Jocelyn; BÉLANGER, J. M. R.; STAFFORD, S. S. Microwave-assisted process (MAPTM): a new tool for the analytical laboratory. *TrAC Trends in Analytical Chemistry*, [S.I.], v. 13, n. 4, p. 176–184, 1 abr. 1994. DOI: 10.1016/0165-9936(94)85008-5.

PETROTON, K. et al. Optimization of Vacuum-Microwave-Assisted Extraction of Natural Polyphenols and Flavonoids from Raw Solid Waste of the Orange Juice Producing Industry at Industrial Scale. *Molecules*, v. 26, n. 1, p. 246–246, 5 jan. 2021.

RADOIU M. et al. Microwave-Assisted Industrial Scale Cannabis Extraction. *Technologies*, v. 8, n. 3, p. 45–45, 21 ago. 2020.

SHARMA, Monika et al. Microwave-Assisted Extraction of Bioactive Compounds: A Review. In: CHEMAT, Farid; DAS, Nandita; DAS, Subrata (Eds.). *Microwave-Assisted Extraction for Bioactive Compounds*. Cham: Springer, 2022. p. 1-17.

SIDDIQUE, I. J. et al. technical challenges in scaling up the microwave technology for biomass processing. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, v. 153, p. 111767–111767, 22 out. 2021.

SOUZA DE CASTRO, D. et al. Original Article Campinas, v. 20, e2016060. *J. Food Technol*, 2017.

TALATI, A. EXTRACTION METHODS OF NATURAL ESSENTIAL OILS. *ResearchGate*, 12 fev. 2017.

TSUKUI, A.; REZENDE, C. M. Extração assistida por micro-ondas e química verde. *Revista Virtual de Química*, v. 6, n. 6, p. 1713-1725, 2014.

UNITED STATES ENVIRONMENTAL PROTECTION AGENCY. Method 3546: Microwave Extraction. In: SW-846: Test Methods for Evaluating Solid Waste,

Physical/Chemical Methods. Washington, DC: U.S. EPA, 2007. Disponível em: <https://www.epa.gov/hw-sw846/sw-846-test-method-3546-microwave-extraction>.

VENTURA, S. P. M. et al. Ionic-Liquid-Mediated Extraction and Separation Processes for Bioactive Compounds: Past, Present, and Future Trends. *Chemical Reviews*, v. 117, n. 10, p. 6984–7052, 2 fev. 2017.

WANG, J.-X.; XIAO, X.-H.; LI, G.-K. Study of vacuum microwave-assisted extraction of polyphenolic compounds and pigment from Chinese herbs. *Journal of Chromatography A*, v. 1198-1199, p. 45–53, jul. 2008.

WANG, Y. et al. Current status and future challenges in extraction, purification and identification of Cepharanthine (a potential drug against COVID-19). *Separation and Purification Technology*, v. 309, p. 123038–123038, 29 dez. 2022.

YU, Y. et al. Nitrogen-protected microwave-assisted extraction of ascorbic acid from fruit and vegetables. *Journal of Separation Science*, v. 32, n. 23-24, p. 4227–4233, dez. 2009.

ZHANG LIANFU; LIU ZELONG. Optimization and comparison of ultrasound/microwave assisted extraction (UMAE) and ultrasonic assisted extraction (UAE) of lycopene from tomatoes. *Ultrasonics Sonochemistry*, v. 15, n. 5, p. 731–737, 28 dez. 2007.

ZHANG, Q. et al. Application of ionic liquid-based microwave-assisted extraction of flavonoids from *Scutellaria baicalensis* Georgi. *Journal of Chromatography B*, v. 1002, p. 411–417, 29 ago. 2015.