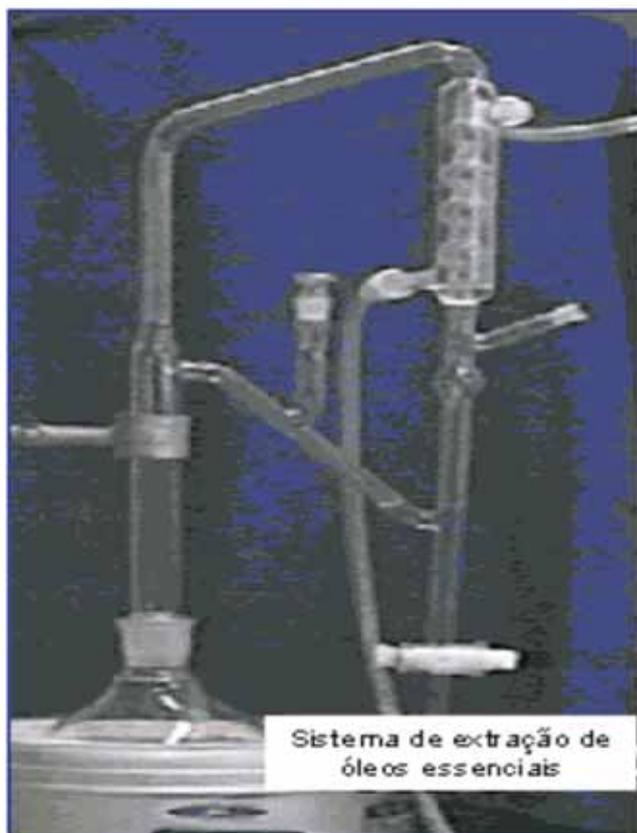


Foto: Alberdan Silva Santos



Descrição de Sistema e de Métodos de Extração de Óleos Essenciais e Determinação de Umidade de Biomassa em Laboratório

*Alberdan Silva Santos¹
Sérgio de Mello Alves²
Francisco José Câmara Figueirêdo³
Olinto Gomes da Rocha Neto³*

Introdução

É descrito o modelo de extrator adaptado e o processo físico de extração de óleo essencial, em escala laboratorial, através da técnica de arraste a vapor, assim como os métodos utilizados na extração de óleo essencial e na determinação de umidade de biomassa. O método de extração é o de coação e são apresentadas as equações para as determinações de rendimento de extração de óleo essencial e de teor de umidade da biomassa. Como matéria-prima, utilizou-se biomassa de plantas de pimenta longa (*Piper hispidinervium* C. DC.).

Há milhares de anos, os óleos essenciais vêm sendo extraídos de plantas e usados nas indústrias de perfumes, cosméticos e fármacos de uso medicinal. A importância econômica que as plantas aromáticas representam à Região Amazônica está associada à aplicação de seus óleos essenciais e uso de seus aromas em processos tecnológicos.

Os óleos essenciais são frações voláteis naturais, extraídas de plantas aromáticas que evaporam à temperatura ambiente. O conjunto dessas substâncias químicas voláteis, presentes nos óleos essenciais, é formado de classes de ésteres de ácidos graxos, mono e sesquiterpenos, fenilpropanonas, álcoois aldeidados e, em alguns casos, por hidrocarbonetos alifáticos, entre outros.

Muitas plantas foram estudadas com base na sua composição química volátil (Viana et al. 1998) e a classe de substâncias mais comum é a dos terpenos. Nos últimos anos, estudos científicos têm sido conduzidos com o objetivo de identificar as substâncias químicas que compõem os óleos essenciais de plantas da Amazônia brasileira (Viana et al. 1998; Zoghbi et al. 1998a). Os óleos essenciais são encontrados nas partes aéreas (folhas e ramos finos), cascas, troncos, raízes, frutos, flores, sementes e resinas (Zoghbi et al. 1998b).

¹Eng. Quím., D.Sc., Universidade Federal do Pará Centro de Ciências Exatas e Naturais, Departamento de Química. E-mail: alberdan@ufpa.br, Fone (91) 3183-1999.

²Eng. Quím., M.Sc., Pesquisador da Embrapa Amazônia Oriental, Av. Enéas Pinheiro s/n, Caixa Postal 48, CEP 66095-100, Belém, Pará. E-mail: sergio@cpatu.embrapa.br.

³Eng. Agrôn., D.Sc., Pesquisador da Embrapa Amazônia Oriental, Belém, Pará. E-mail: fjc@cpatu.embrapa.br; olinto@cpatu.embrapa.br.

No processo de extração de óleo essencial, podem ser aplicados diversos métodos, como a hidrodestilação, maceração, extração por solvente, enflouragem, gases supercríticos e microondas. Dentre esses, o método de maior aplicação é o de hidrodestilação que se divide em duas técnicas – arraste a vapor (Craveiro et al. 1981) e coação (Santos et al. 1998). Entretanto, são necessários conhecimentos mínimos dos fundamentos teóricos das ciências aplicadas, na condução do processo de destilação e na elaboração de projetos de equipamentos para a extração de óleos essenciais, tanto em escala laboratorial quanto industrial.

Uma das principais propriedades físicas utilizadas nos projetos de extratores é a densidade do óleo essencial a ser extraído, se mais ($r > 1$) ou menos densos que a água ($r < 1$), em temperaturas que variam entre 5 °C e 50 °C. Com base nessa propriedade, existem vários tipos de sistemas extratores de óleos essenciais, mas o sistema Clevenger é o mais conhecido e bastante utilizado em escala laboratorial, podendo operar em circuito aberto ou fechado.

De modo geral, o método mais usado é o de arraste a vapor, que requer maior número de etapas de manipulação por parte do operador, em função da coleta do óleo ser feita continuamente, pois na maioria das vezes, o processo de extração é conduzido em sistemas de operação em circuito aberto. Com vistas a reduzir as etapas de manipulação e minimizar os erros de operação, foi desenvolvido um modelo de extrator que funciona em circuito fechado, tendo sido tomado por base um “design” da farmacopéia europeia, que opera por hidrodestilação, através do método de coação (recirculação de águas condensadas). Os extratores que operam em circuito fechado apresentam perda mínima de voláteis e a eficiência de extração não fica condicionada à manipulação adequada no decorrer do processo de destilação.

O extrator foi projetado para operar na destilação de óleos essenciais mais leves que a água, o que limitou o seu aproveitamento nos procedimentos de extração de óleos mais densos que água. Desse modo, foram feitas modificações no projeto original, de modo que o novo sistema pudesse extrair óleos essenciais de biomassa de plantas de pimenta longa (*Piper hispidinervium* C. DC.) e pimenta-de-macaco (*Piper aduncum* L.), espécies da família Piperaceae, que produzem óleos essenciais mais densos que a água (Santos, 1999).

Descrição do Sistema de Extração de Óleos Essenciais

O modelo de extrator, dimensionado para operar em circuito fechado, é apresentado na Fig. 1 e foi projetado com base nos cálculos hidrodinâmicos, de modo que seja mantido o equilíbrio do sistema durante o período de extração de óleos essenciais, fixado em 240 minutos.

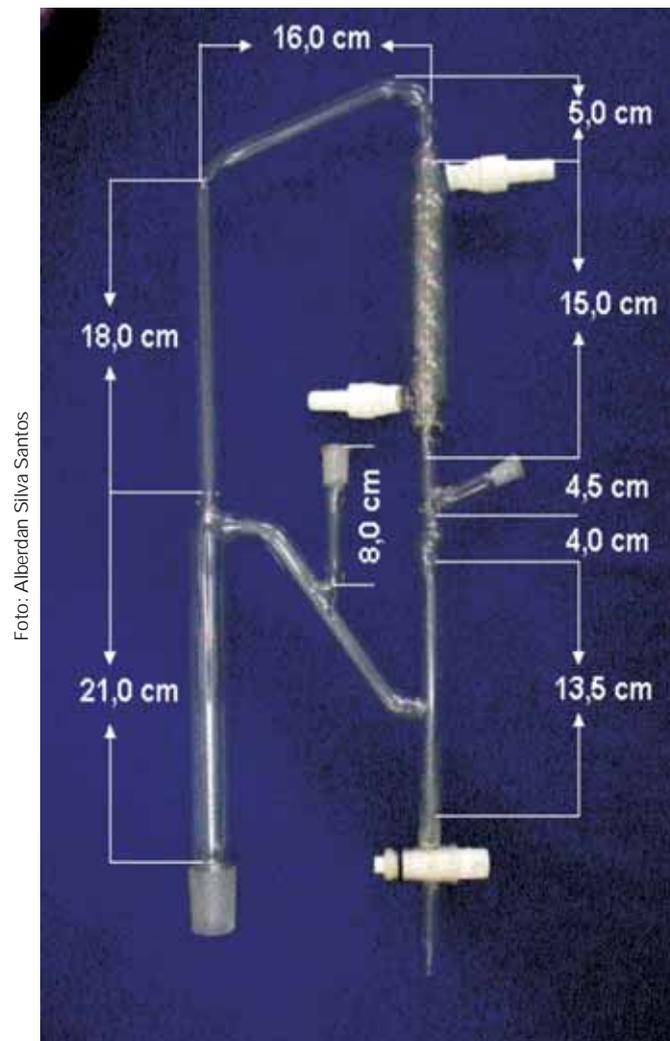


Foto: Alberdian Silva Santos

Fig. 1. Modelo adaptado de extrator de óleos essenciais.

Na Fig. 2, representa-se o sistema completo de extração de óleos essenciais pela técnica de coação.

O extrator de óleo essencial (EO) foi confeccionado em vidro borossilicato e as suas dimensões projetadas para favorecer a manipulação do sistema quando em operação. Os componentes do extrator são o tubo de transferência de vapor (TV), o condensador (C), o suspiro de equilíbrio da pressão (SE), o tubo separador (TS) com escala volumétrica (EV), o tubo de retorno (CR) e a saída de óleo (SO).

No cálculo do rendimento de extração de óleo essencial, é necessário conhecer o teor de umidade da biomassa, determinada de acordo com Santos et al., 1998, e, para tanto, é empregada, pelo método BLU, a seguinte equação:

$$TO = \frac{Vo}{Bm - \left(\frac{Bm \times U}{100}\right)} \times 100 \quad \text{onde,}$$

TO = teor de óleo (mL de óleo essencial em 100 g de biomassa seca) ou rendimento de extração (%).

Vo = volume de óleo extraído (ml), lido diretamente na escala do tubo separador.

Bm = biomassa aérea vegetal (folhas e ramos finos), medida em gramas.

$\frac{Bm \times U}{100}$ = quantidade de umidade ou água presente na biomassa.

$Bm - \frac{Bm \times U}{100}$ = quantidade de biomassa seca, isenta de água ou livre de umidade.

100 = fator de conversão para porcentagem.

Essa equação é largamente aplicada na determinação do teor de óleo essencial em BLU, sendo que o valor calculado expresso em porcentagem, que corresponde ao volume/peso (mL de óleo essencial por 100 g de biomassa seca) e indica o valor correto do teor de óleo contido na biomassa seca.

O teor de óleo essencial também pode ser calculado em base úmida (BU), através da seguinte equação:

$$TO = \frac{Vo}{Bm} \times 100$$

onde,

TO = teor de óleo essencial em porcentagem (mL de óleo essencial em 100 g de biomassa úmida).

Vo = volume de óleo essencial lido diretamente na escala do tubo separador.

Bm = biomassa vegetal.

100 = fator de conversão para porcentagem.

Com esse procedimento, o valor obtido é impreciso, pois não há repetibilidade em virtude de ser desconhecida a quantidade de umidade presente na biomassa. Tal fato pode concorrer para diminuir drasticamente o valor real do teor de óleo presente na biomassa.

Descrição das Etapas de Determinação do Teor de Umidade

No procedimento de determinação de teor de umidade, é utilizado o aparelho denominado de Dean & Stark, cujo funcionamento é baseado no princípio da imiscibilidade de solventes, nesse caso, o tolueno e a água. O sistema de determinação de teor de umidade está representado na Fig. 3.

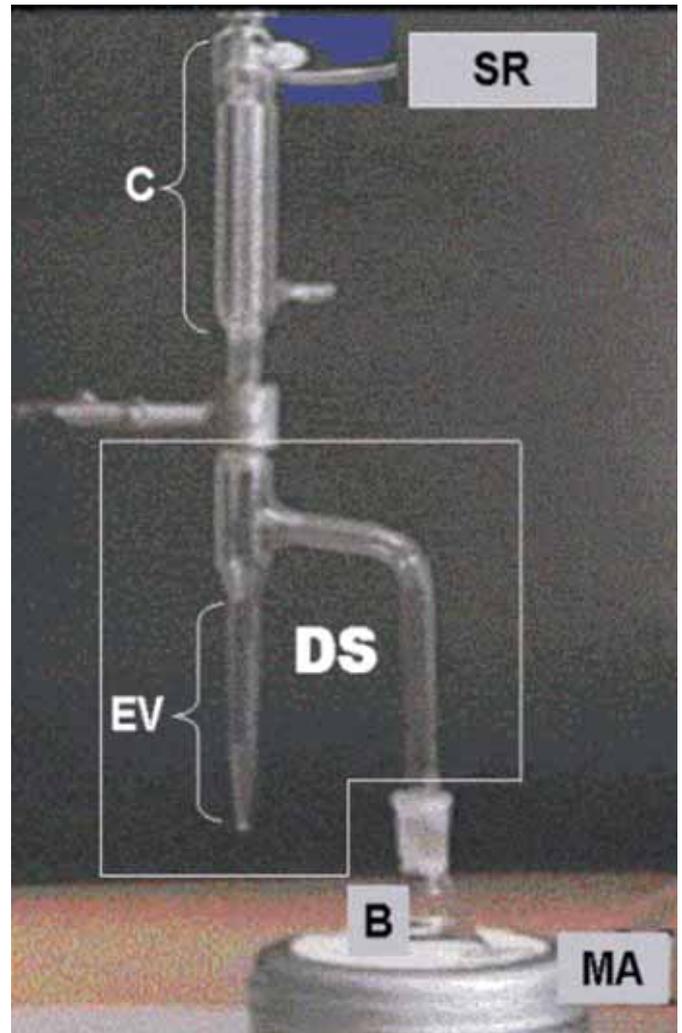


Fig. 3. Sistema Dean Stark de determinação de umidade de biomassa vegetal.

Da biomassa aérea de pimenta longa, coletou-se 10 g que, após serem fragmentados, foram transferidos para um balão volumétrico (B), de fundo redondo, com capacidade para 250 ml e adicionou-se 70 mL de tolueno. Em seguida, o balão, com a mistura de biomassa e tolueno, foi levado à manta aquecedora (MA) a $\pm 110,6$ °C. Ao balão, foi adaptado o aparelho Dean & Stark e, sobre este, o condensador (C), precedido da conexão ao sistema de refrigeração (SR).

Pelo topo do condensador, adicionou-se 30 mL de tolueno, quantidade que pode variar de acordo com a capacidade do Dean & Stark, mas que possibilite refluxo ao balão. A seguir, o sistema foi ligado e a destilação, com a duração

de 90 minutos, teve início a partir da ebulição do tolueno e, ao final, foi feita a leitura da quantidade de água na escala volumétrica (EV) do Dean & Stark.

O cálculo do teor de umidade (U%) foi feito com o emprego da seguinte equação:

$$U = \frac{V_a}{P_a} \times 100$$

onde,

V_a = volume (mL) de água extraída da biomassa, lido na escala volumétrica do Dean & Stark.

P_a = peso da amostra (10 g).

100 = fator de conversão para porcentagem.

Resultados e Considerações Finais

A extração de óleo essencial é uma operação aparentemente simples, mas requer domínio da técnica para a sua execução, de modo a se obter o máximo de eficiência do sistema e alto rendimento do produto requerido, além do conhecimento das características química, física e bioquímica da biomassa vegetal.

O período de secagem da biomassa é de extrema importância para o processo, pois para longos períodos, poderá haver perdas significativas de voláteis, mas, para algumas espécies, esse prolongamento poderá ser benéfico, em virtude de fatores físico e bioquímico, principalmente após o corte, pois tem relação com a biossíntese na rota dos terpenos e fenilpropanóides (Santos, 1999).

As aplicações e usos das técnicas e métodos de extração de óleos essenciais são opções que cada experimentador adapta às suas necessidades. Entretanto, o método por hidrodestilação é ainda o mais utilizado e viável economicamente, tanto em escala laboratorial quanto em escala comercial.

A determinação da umidade é fator de extrema importância para que se possa quantificar, tanto a biomassa seca quanto o óleo essencial extraído, mas a repetibilidade dessa determinação é de interesse para a otimização do processo.

Nas Tabelas 1 e 2, são apresentados os valores que expressam os teores de óleo essencial em BLU e BU, possibilitando a avaliação criteriosa das variações ocorridas e o erro que pode ser cometido quando não se leva em conta o teor de umidade da biomassa.

Tabela 1. Teores de óleo essencial, determinado em BLU.

Biomassa úmida (g)	Volume de óleo (ml)	Água na biomassa (ml)*	Biomassa seca (g)	Teor de óleo (%)
30	1,4	3,0	21	6,7
30	1,3	2,6	22,2	5,9
30	1,3	2,0	24	5,4
30	1,0	1,9	24,3	4,1

*Cálculos realizados a partir de biomassa com 30%, 26%, 20% e 19% de umidade.

Tabela 2. Teores de óleo essencial, determinado em BU.

Biomassa úmida (g)*	Volume de óleo (ml)	Teor de óleo %
30	1,4	4,7
30	1,3	4,3
30	1,0	3,3

* Umidade da biomassa não-determinada.

Os resultados da Tabela 2 correspondem aos teores de óleos essenciais, sem levar em consideração o teor de umidade da biomassa da qual foi extraído. Com isso, o erro pode variar em até 30%, o que, em termos econômicos, pode causar grandes embaraços técnicos, econômicos e comerciais.

Com base nesses resultados, é possível inferir que o processo de extração proposto pode ser realizado com biomassa fresca ou biomassa processada (seca ao sol ou em estufas).

As modificações e adaptações processadas possibilitaram ao extrator boa eficiência na destilação de óleo essencial de biomassa aérea de pimenta longa.

Agradecimentos

Ao Dr. David Baker, Consultor do Department for International Development (DFID), pela colaboração e sugestões na consolidação do projeto de modificação do extrator de óleos essenciais.

Referências Bibliográficas

CRAVEIRO, A. A.; FERNANDES, A. G.; ANDRADE, C. H. S.; MATOS, F. J. de A.; ALENCAR, J. W. de. **Óleos essenciais de plantas do nordeste**. Fortaleza: UFC-Departamento de Química Orgânica e Inorgânica, 1981. 210 p.

SANTOS, A. S.; ANDRADE, E. H. A.; ZOGHBI, M. G. B.; LUZ, A. I. R.; MAIA, J. G. S. Sesquiterpenes on Amazonian Piper Species. *Acta Amazonica*, v. 28, n. 2, p. 127-130, 1998.

SANTOS, A. S. Desenho modificado do extrator de óleos essenciais em testes no laboratório de agroindústria do CPATU. Belém: Embrapa Amazônia Oriental, 1999. 2 p. (não publicado)

VIANA, M. J. G.; PALHANO, J. G. da; SANTOS, A. S.; MAIA, J. G. S.; ZOGHBI, M. G. B.; ANDRADE, E. H. A. Visualização de acesso às informações sobre plantas aromáticas da Amazônia: construção de banco de dados de espécies investigadas quanto a composição química de seus óleos essenciais *Anais da Associação Brasileira de química*, v. 47, n. 1, p. 57-63, 1998.

ZOGHBI, M. G. B.; ANDRADE, E. H. A.; SANTOS, A. S.; SILVA, M. H. L.; MAIA, J. G. S. Essential oils of *Lippia alba* (Mill.) N.E.Br. Growing wild in the Brazilian Amazon. *Flavour and Fragrance Journal*, v. 13, p. 47-48. 1998a.

ZOGHBI, M. G. B.; ANDRADE, E. H. A.; SANTOS, A. S.; SILVA, M. H. L.; MAIA, J. G. S. Volatile constituents of the resins from *Protium subserratum* (Engl.) Engl. and *Tetragastris panamensis* (Engl.) Kuntz. *Journal of Essential Oil Research*, v. 10, p. 325-326, 1998b.

Comunicado Técnico, 99



Exemplares desta edição podem ser adquiridos na:
Embrapa Amazônia Oriental
Endereço: Trav. Enéas Pinheiro s/n, Caixa Postal 48
CEP 66 065-100, Belém, PA.
Fone: (91) 299-4550
Fax: (91) 276-9845
E-mail: sac@cpatu.embrapa.br
1ª edição
1ª impressão (2004): 300

Comitê de publicações:

Presidente: Joaquim Ivanir Gomes
Secretária-Executiva: Maria de Nazaré Magalhães Santos.
Membros: Gladys Ferreira de Sousa, João Tomé de Farias Neto, José Lourenço Brito Júnior, Kelly de Oliveira Cohen, Moacyr Bernardino Dias Filho.

Expediente:

Supervisor editorial: Guilherme Leopoldo da Costa Fernandes
Revisão de texto: Marlúcia de Oliveira da Cruz
Normalização bibliográfica: Isanira Coutinho Vaz-Pereira
Editoração eletrônica: Euclides Pereira dos Santos Filho