

**UNIVERSIDADE FEDERAL DE SÃO CARLOS**  
**CENTRO DE CIÊNCIAS EXATAS E DE TECNOLOGIA**  
**PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA QUÍMICA**

**PROJETO, CONSTRUÇÃO, TESTES E OPERAÇÃO**  
**DE UM EXTRATOR DE ÓLEOS VEGETAIS**

**JACIOMAR ALVES TAVARES**

**São Carlos – SP**

**2007**

**UNIVERSIDADE FEDERAL DE SÃO CARLOS**  
**CENTRO DE CIÊNCIAS EXATAS E DE TECNOLOGIA**  
**PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA QUÍMICA**

**PROJETO, CONSTRUÇÃO, TESTES E OPERAÇÃO**  
**DE UM EXTRATOR DE ÓLEOS VEGETAIS**

**JACIOMAR ALVES TAVARES**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química da Universidade Federal de São Carlos como parte dos requisitos necessários à obtenção do título de Mestre em Engenharia Química, área de concentração em Pesquisa e Desenvolvimento de Processos Químicos.

**Orientadora: Profa. Dra. Ana Maria da Silveira**

**São Carlos – SP**

2007

**Ficha catalográfica elaborada pelo DePT da  
Biblioteca Comunitária da UFSCar**

T231pc

Tavares, Jaciomar Alves.

Projeto, construção, testes e operação de um extrator de óleos vegetais / Jaciomar Alves Tavares. -- São Carlos : UFSCar, 2007.  
76 p.

Dissertação (Mestrado) -- Universidade Federal de São Carlos, 2007.

1. Fluidização. 2. Projetos. 3. Testes. I. Título.

CDD: 660.284292 (20<sup>a</sup>)

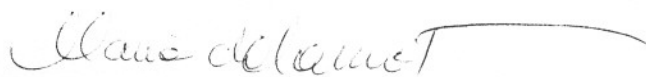
MEMBROS DA BANCA EXAMINADORA DA DISSERTAÇÃO DE MESTRADO DE **JACIOMAR ALVES TAVARES**, APRESENTADA AO PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA QUÍMICA DA UNIVERSIDADE FEDERAL DE SÃO CARLOS, EM 02 DE MARÇO DE 2006.

BANCA EXAMINADORA:

  
Profa. Dra. Ana Maria da Silveira  
Orientadora, PPG-EQ/UFSCar



Prof. Dr. Flavio Bentes Freire  
CTC/UEM



Profa. Dra. Maria do Carmo Ferreira  
PPG-EQ/UFSCar

"Cada pessoa que passa em nossa vida, passa sozinha, é porque cada pessoa é única e nenhuma substitui a outra. Cada pessoa que passa em nossa vida passa sozinha, e não nos deixa só, porque deixa um pouco de si e leva um pouquinho de nós. Essa é a mais bela responsabilidade da vida e a prova de que as pessoas não se encontram por acaso."

**Charles Chaplin**

"A vida é uma peça de teatro que não permite ensaios. Por isso cante, ria, dance, chore e viva intensamente cada momento, antes que a cortina se feche e a peça termine sem aplausos."

**Charles Chaplin**

**À minha família.**

**Aos meus amigos.**

**Aos meus pais Jassy e Evangelina.**

**Aos meus irmãos Carmélia e Carlos.**

**Aos meus mestres e amigos Prof<sup>a</sup> Ana Maria e Prof. Freire.**

## AGRADECIMENTOS

A Prof<sup>a</sup>. Dr<sup>a</sup>. Ana Maria da Silveira pela sua orientação, pela sua amizade e pela sua dedicação para que eu realizasse o meu trabalho de pesquisa, e pudesse, também, ampliar meus conhecimentos. “*Mestra, sinto-me honrado de poder ter sido seu orientando durante estes dois anos*”.

Ao Prof. Dr. José Teixeira Freire, meu conterrâneo da região centro-oeste do Brasil, pela sua amizade, seus conselhos e pela sua participação na banca de qualificação. “*Mestre, sinto-me honrado de poder ter sido seu aluno*”.

A Prof<sup>a</sup>. Dr<sup>a</sup>. Maria do Carmo Ferreira pela sua amizade e pela suas participações nas bancas de qualificação e defesa.

Ao Prof. Dr. Dermeval José Mazzini Sartori pela amizade e pela sua disponibilidade em me atender nos momentos em que o procurei e pelos cafezinhos na oficina do DEQ.

Ao Prof. Dr. Ronaldo Guimarães Corrêa pela amizade e pela sua disponibilidade em me atender nos momentos em que o procurei.

Ao Técnico Sr. Oscar da Silva pela amizade e pelo grande auxílio nas sugestões e construção do equipamento.

Ao Dr. Edílson Milaré e a M. Sc. Juliana Milanez, pela amizade e pelo empenho em atender as minhas solicitações, disponibilizando assim, os equipamentos e materiais de consumo utilizados neste trabalho.

Ao Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq) pela concessão da bolsa de Mestrado, pois sem ela este trabalho não se realizaria.

A todos os meus amigos das diversas áreas de pesquisa do DEQ/UFSCar.

Aos meus amigos com quem administrei a Associação de Pós-Graduandos (APG) da UFSCar na Gestão 06/07.

Aos meus amigos e professores da UFU pelo apoio e incentivo.

Aos amigos que fiz durante esse período em São Carlos, de vários churrascos e festas.

Aos meus amigos Glaico G. Santos e Henrique V. Santana pelo apoio e incentivo.

Aos meus irmãos Carmélia Alves Tavares e Carlos Omar Alves pela amizade e apoio em todos os momentos da minha vida.

Aos meus pais Jassy Rodrigues Tavares e Evangelina Alves dos Santos Tavares por terem me dado a vida, apoio e educação. *“Sem vocês não teria conseguido e agradeço a Deus por estarem vivos e ao meu lado”*.

Aos meus Avós que sempre me apoiaram, e em especial a meu Avó Antônio Cordeiro dos Santos que por vontade de Deus não está mais entre nós, nesse momento muito feliz da minha vida e com certeza da dele também, que sempre procurou saber como estavam os meus estudos.

Aos meus tios, tias e primos pelo apoio e incentivo.

**O meu muito obrigado.**



## RESUMO

O Brasil é um país rico em biodiversidade, detendo uma grande variedade de plantas, sendo que um dos principais constituintes – o óleo, tem sido bastante procurado pelas indústrias, principalmente as farmacêuticas, alimentícias e de cosméticos.

Dentre as plantas com estas características destacam-se o gengibre, que tem sido usado em tratamentos, desde problemas estomacais até reumatismo, na culinária como condimento e também em perfumaria.

Dependendo da importância e aplicação do óleo essencial, na literatura encontram-se diversos tipos de extratores podendo ser citados os destiladores do tipo Clevenger, o do tipo “soxhlet” e o que utiliza o CO<sub>2</sub> supercrítico.

Analisando-se estes extratores, verificou-se que estes apresentam vantagens e desvantagens, o que motivou este trabalho, que tem por objetivo desenvolver, projetar, construir e operar um equipamento, que permita extrair óleos essenciais, usando o princípio do arraste por vapor e, que possibilite a manipulação das variáveis pressão e temperatura.

O equipamento desenvolvido e construído é composto por uma caldeira, uma câmara de extração com três bandejas e um destilador, operando-se nas seguintes condições: pressão na caldeira – 1,2 kgf/cm<sup>2</sup> a 3,6 kgf/cm<sup>2</sup>; pressão na câmara de extração - 0,4 kgf/cm<sup>2</sup> a 3,6 kgf/cm<sup>2</sup>; temperatura: 75°C a 140°C; vazão média de destilado em 0,831 l/h, vazão média de água no destilador de 125 l/h, bandejas – uma, duas e três e massa de gengibre – 200g, 400g, 600g e 1200g.

O melhor resultado neste extrator foi obtido utilizando-se três bandejas e massa de 400g de gengibre, extraíndo uma massa de 0,965g de óleo, o que corresponde a um teor de 1,7%.

Na comparação entre estes resultados e os obtidos pelo Clevenger, o teor de óleo extraído foi 2,77 e 1,70%, respectivamente, mostrando que o equipamento projetado e construído extraiu 63% a mais de óleo, nas mesmas condições e com 3 horas a menos de operação.

## ABSTRACT

Brazil is a rich country in biodiversity holding a great variety of plants, being one of the main constituents - oil that has been searched by the industries, especially, pharmaceutic, food and cosmetic. Among the plants with these characteristics is the well -noted ginger, that has been used in treatments, from stomach to rheumatism problems, in culinary as condiments and also in perfumery.

Depending on the importance and application of the essential oil, in literature, some types of extractors are found, being able to be cited the distillers of the types Clevenger, “soxhlet” and the one that uses supercritical CO<sub>2</sub>.

Analyzing these extractors it was verified that these present advantages and disadvantages that motivated this work, that has as objective to develop, project, construct and operate an equipment that allows the extraction of the essential oils, using the principle of dragging through vapor and that makes it possible the manipulation of the variable pressure and temperature.

The developed and constructed equipment is composed by a boiler, a chamber of extraction with three trays and a distiller, operating itself in the following conditions: pressure in boiler – 1.2 kgf/cm<sup>2</sup> the 3,6 kgf/cm<sup>2</sup>; pressure in the chamber of extraction - 0,4 kgf/cm<sup>2</sup> the 3,6 kgf/cm<sup>2</sup>; temperature: 75°C 140°C; average outflow of distilled in 0,831l/h and a average outflow of water in the distiller of 125 l/h, trays - one, two and three and mass of ginger - 200g, 400g, 600g and 1200g.

Optimum result gotten in this extractor was using three trays and mass of 400g of ginger, extracting a mass of 0,965g of oil, what it corresponds to a 1,7% text.

In the comparison between these results and the gotten ones for the Clevenger, the extracted oil text was 2,77 and 1.70%, respectively, showing that the projected and constructed equipment extracted 63% more than the oil, in the same conditions and with 3 hours to less of operation.

## SUMÁRIO

<b>DEDICATÓRIA.....</b>	<b>i</b>
<b>AGRADECIMENTOS.....</b>	<b>ii</b>
<b>RESUMO.....</b>	<b>v</b>
<b>ABSTRACT.....</b>	<b>vii</b>
<b>LISTA DE FIGURAS.....</b>	<b>xii</b>
<b>LISTA DE TABELAS.....</b>	<b>xvi</b>
<b>LISTA DE QUADROS.....</b>	<b>xvii</b>
<b>NOMENCLATURA.....</b>	<b>xviii</b>
<b>1 INTRODUÇÃO.....</b>	<b>1</b>
<b>2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....</b>	<b>3</b>
2.1 Óleos Essenciais.....	3
2.2 Extração de Óleos.....	7
2.3 Aspectos Gerais do Gengibre.....	13
<b>3 MATERIAIS E MÉTODOS.....</b>	<b>24</b>
3.1 Matéria-Prima.....	24
3.1.1 Densidade Aparente.....	24
3.1.2 Calor Específico.....	25
3.1.3 Viscosidade do Óleo Essencial .....	26
3.1.4 Conteúdo de Umidade.....	27

3.1.5	Identificação dos Grupos Funcionais.....	27
3.1.6	Teor de Óleo Essencial.....	28
3.2	Equipamentos.....	29
3.2.1	Destilador de Óleos Essenciais Clevenger MA 553.....	29
3.2.2	Extrator de Óleos Essenciais Desenvolvido.....	31
3.3	Procedimento Experimental.....	31
3.3.1	Destilador de Óleos Essenciais Clevenger MA 553.....	31
3.3.2	Extrator de Óleos Essenciais Desenvolvido.....	34
<b>4</b>	<b>RESULTADOS E DISCUSSÃO.....</b>	<b>36</b>
4.1	Desenvolvimento do Equipamento.....	36
4.2	Extração de Óleo de Gengibre.....	49
4.2.1	Extração Via Clevenger MA 553.....	49
4.2.2	Extração Via o Equipamento Desenvolvido.....	51
4.3	Caracterização da Matéria-Prima.....	58
4.3.1	Densidade Aparente.....	59
4.3.2	Calor Específico.....	59
4.3.3	Viscosidade do Óleo Essencial .....	63
4.3.4	Conteúdo de Umidade.....	63

4.3.5 Identificação dos Grupos Funcionais.....	64
<b>5 CONCLUSÃO.....</b>	<b>70</b>
<b>6 SUGESTÕES.....</b>	<b>73</b>
<b>REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....</b>	<b>74</b>

## LISTA DE FIGURAS

Figura 2.1 -	Esquema de um destilador do tipo Clevenger (Extração de óleos essenciais, 2006).....	08
Figura 2.2 -	Extrator “soxhlet” com solvente descontínuo (Extração de óleos essenciais, 2006).....	09
Figura 2.3 -	Extrator “soxhlet” com solvente contínuo (Extração de óleos essenciais, 2006).....	10
Figura 2.4 -	Extrator por CO <sub>2</sub> supercríticos (Extração de óleos essenciais, 2006).....	11
Figura 2.5 -	Fluxograma do extrator supercrítico (Extração de óleos essenciais, 2006).....	12
Figura 2.6 -	Rizoma do gengibre (Wikipedia, 2006).....	14
Figura 2.7 -	Fórmulas estruturais: a) geranial, b) neral e c) citronelal (Wikipedia, 2006).....	19
Figura 2.8 -	Fórmulas estruturais: a) linalol, b) citronelol, c) geraniol, d) borneol e e) alfa-terpineol (Wikipedia, 2006).....	19
Figura 2.9 -	Fórmulas estruturais: a) zengiberene, b) limonene, c) beta-plelladrene, d) pinene, e) myrcene e f) cymene (Wikipedia, 2006).....	20
Figura 3.1 -	Diagrama esquemático do DSC (Kunita, 2005).....	25
Figura 3.2 -	Destilador de óleos essenciais Clevenger MA 553.....	30
Figura 3.3 -	Gengibre triturado em um liquidificador com água.....	32
Figura 3.4 -	Balão volumétrico com gengibre e água.....	32



Figura 3.5 -	Óleo extraído no reservatório.....	33
Figura 3.6 -	Amostras de óleo extraído.....	34
Figura 4.1 -	Equipamento de extração de óleo de gengibre.....	36
Figura 4.2 -	Caldeira da marca Hoffman Pancostura.....	37
Figura 4.3 -	Desenho esquemático da câmara de extração.....	38
Figura 4.4 -	Câmara de extração.....	39
Figura 4.5 -	Visão do tubo perfurado longitudinalmente.....	40
Figura 4.6 -	Detalhe da placa perfurada.....	41
Figura 4.7 -	Extrator com as três bandejas.....	42
Figura 4.8 -	Tampa e os parafusos da câmara de extração.....	43
Figura 4.9 -	Tampa com manômetro e válvula de vapor.....	44
Figura 4.10 -	Válvula para retirada do vapor condensado.....	45
Figura 4.11 -	Desenho esquemático do destilador.....	46
Figura 4.12 -	Destilador.....	47
Figura 4.13 -	Reservatório do óleo e válvula.....	48
Figura 4.14 -	Quantidade de óleo de gengibre extraído em função da temperatura para diferentes pressões na caldeira.....	50
Figura 4.15 -	Quantidade de óleo extraído em função do tempo para uma massa de 400g de gengibre.....	50
Figura 4.16 -	Quantidade de óleo extraído em função do teor de óleo para uma massa de 400g de gengibre.....	53
Figura 4.17 -	Quantidade de óleo de gengibre extraído em função da pressão na câmara parametrizada na pressão da caldeira.....	53
Figura 4.18 -	Óleo extraído em função do tempo para uma massa de 400g	

	de gengibre em duas bandejas.....	56
Figura 4.19 -	Óleo extraído em função do tempo para uma massa de 400g de gengibre em três bandejas.....	57
Figura 4.20 -	Quantidade de óleo extraído em função do tempo para uma massa de 400g de gengibre em uma, duas, três bandejas e também no Clevenger.....	58
Figura 4.21 -	Análise da calorimetria diferencial de varredura (DSC) para diferentes amostras.....	60
Figura 4.22 -	Análise da calorimetria diferencial de varredura (DSC) para o óleo em atmosfera de ar e N <sub>2</sub> .....	61
Figura 4.23 -	Análise da calorimetria diferencial de varredura (DSC) para o óleo de gengibre exposto e não exposto à luz.....	61
Figura 4.24 -	Calor específico em função da temperatura para diferentes amostras.....	63
Figura 4.25 -	Espectro de infravermelho do óleo extraído de 400g do gengibre no tempo de 2 horas a $P_{cam.}=1,6 \text{ kgf/cm}^2$ e $T_{cam.}=112,73 \text{ }^\circ\text{C}$ .....	64
Figura 4.26 -	Espectro de infravermelho do óleo extraído de 400g do gengibre no tempo de 4 horas a $P_{cam.}=1,6 \text{ kgf/cm}^2$ e $T_{cam.}=112,73 \text{ }^\circ\text{C}$ .....	65
Figura 4.27 -	Espectro de infravermelho do óleo extraído de 400g de gengibre (pré-tratado osmoticamente) no tempo de 4 horas $P_{cam.}=1,6 \text{ kgf/cm}^2$ e $T_{cam.}=112,73^\circ\text{C}$ .....	65

- Figura 4.28 - Espectro de infravermelho do óleo extraído de 400g de gengibre no Clevenger com tempo de 4 horas na temperatura de 98°C..... 66
- Figura 4.29 - Espectro de infravermelho do óleo (exposto à luz) extraído de 400g de gengibre a  $P_{cam.}=1,6 \text{ kgf/cm}^2$  e  $T_{cam.}=112,73 \text{ °C}$ ..... 66
- Figura 4.30 - Espectro de infravermelho do óleo extraído em diferentes amostras..... 69

## LISTA DE TABELAS

Tabela 2.1 -	Constituintes do gengibre ( <i>in</i> Gouveia, 1999).....	16
Tabela 2.2 -	Principais constituintes do óleo de gengibre (Beek <i>et. al.</i> , 1987).....	18
Tabela 4.1 -	Extração do óleo de gengibre no destilador de óleos essenciais Clevenger MA 533.....	49
Tabela 4.2 -	Pressão na caldeira, pressão na câmara de extração e temperatura.....	51
Tabela 4.3 -	Extração com uma bandeja e 400 gramas de gengibre em diferentes pressões e temperaturas.....	52
Tabela 4.4 -	Extração do óleo de gengibre com uma, duas e três bandejas....	54
Tabela 4.5 -	Extração do óleo de gengibre com uma, duas e três bandejas em diferentes quantidades de amostras.....	55
Tabela 4.6 -	Calor específico do gengibre “in natura”, bagaço seco e óleo em função da temperatura. ....	62

**LISTA DE QUADROS**

Quadro 2.1 - Óleos essenciais e suas aplicações (Extração de óleos essenciais, 2006).....	05
Quadro 4.1 - Faixa de absorções das ligações em moléculas orgânicas (Wikipedia, 2006).	67

**NOMENCLATURA**

BLU	Base livre de umidade	
Bm	Biomassa do gengibre	[g]
Bs	Massa seca do gengibre	[g]
b.u.	Base úmida	[%]
Cp	Calor específico	[J/g.k]
DSC	Calorimetria diferencial de varredura	
H	Entalpia	[J]
Mo	Massa do óleo extraído	[g]
mW	Milivoltagem	[mV]
Pcal	Pressão na caldeira	[kgf/cm <sup>2</sup> ]
Pcam	Pressão na câmara	[kgf/cm <sup>2</sup> ]
Tcam	Temperatura na câmara	[°C]
t	Tempo	[h]
TO	Teor do óleo (g de óleo essencial em 100g de massa seca) ou rendimento de extração	[%]
U	Umidade do gengibre	[%]

## 1 INTRODUÇÃO

No Brasil existe uma grande variedade de plantas que tem como um dos seus principais constituintes – o óleo, que tem sido bastante procurado pelas indústrias, principalmente as farmacêuticas, alimentícias e de cosméticos.

Dentre as plantas com estas características destacam-se eucalipto, hortelã-pimenta, funcho, tomilho, alecrim, pau rosa, pimenta, laranja, limão, cravo e gengibre.

Dependendo da importância e aplicação do óleo essencial, na literatura encontram-se alguns tipos de extratores mais indicados podendo ser citados os destiladores do tipo Clevenger, o do tipo “soxhlet” e o que utiliza o CO<sub>2</sub> supercrítico como exemplos de equipamentos mais usados em laboratório de pesquisa.

O destilador de óleos essenciais do tipo Clevenger é o mais utilizado em pequena escala, por fornecer bons resultados, mas tem limitações, por ser construído em vidro e operar com pequenos volumes, inviabilizando a extração de quantidades maiores e também em tempos mais longos (Atkins, 1990; Braga e Cremasco, 2003).

O extrator de óleo “soxhlet” utiliza solventes para a sua operação, solventes estes que são preferencialmente apolares, mas que, em contrapartida, atraem outros compostos lipofílicos além dos óleos voláteis (Silva *et al.*, 2005).

Na extração por CO<sub>2</sub> supercrítico, o equipamento usado permite recuperar os aromas naturais de vários tipos de óleos de modo bastante eficiente e, atualmente, é o mais usado na extração em escala industrial, porém é de alto custo (Maul, 1998).

Analisando estes extratores verificou-se que apresentam vantagens e desvantagens, o que motivou este trabalho, que tem por objetivo desenvolver, projetar, construir, testar e operar um equipamento que permita extrair óleos essenciais usando o princípio do arraste por vapor e que possibilite a manipulação das variáveis pressão e temperatura.

Para testar o equipamento desenvolvido, foi usado como matéria prima, o gengibre, dada a sua aplicabilidade como medicamento na indústria farmacêutica, condimentos e aromatizantes na indústria alimentícia e perfumes e produtos de higiene na indústria de cosméticos.

Além do desenvolvimento do equipamento, este trabalho também objetivou a caracterização física do gengibre, através da determinação da densidade aparente, calor específico e conteúdo de umidade e para o óleo extraído determinou-se a densidade aparente, calor específico, viscosidade, identificação dos grupos funcionais e teor de óleos essenciais extraídos. Ainda, visando uma análise comparativa com relação à quantidade e teor de óleo essencial, foi realizada a extração do óleo do gengibre usando o extrator do tipo Clevenger.



## 2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

Esta revisão bibliográfica está direcionada para os seguintes tópicos: óleos essenciais, extração de óleos e aspectos gerais do gengibre.

### 2.1 Óleos Essenciais

Os óleos essenciais são substâncias consideradas os principais componentes bioquímicos de ação terapêutica das plantas medicinais e aromáticas, constituindo matérias-primas de grande importância para as indústrias farmacêutica (drogas vegetais empregadas *in natura* para a preparação de infusões e para a aromatização de formas farmacêuticas destinadas a uso oral), alimentícia (condimentos e aromatizantes de alimentos e bebidas) e cosmética (perfumes e produtos de higiene).

A International Standard Organization (ISO) define óleos essenciais como os produtos obtidos de partes de plantas através de destilação por arraste de vapor da água. De forma geral, são misturas complexas de substâncias voláteis, lipofílicas, geralmente odoríferas e líquidas. Também podem ser chamadas de óleos voláteis, óleos etéreos ou essências. Essas denominações derivam de algumas de suas características físico-químicas, como por exemplo, a de serem geralmente líquidos de aparência oleosa à temperatura ambiente, advindo, daí, a designação de óleo. Entretanto, sua principal característica é o aroma agradável e intenso da maioria dos óleos voláteis, sendo, por isso, também chamados de essências. Eles também são solúveis em solventes orgânicos apolares, como éter, recebendo, por isso, a denominação de óleos etéreos ou, em latim, *aetheroleum*. Em água, os óleos voláteis apresentam solubilidade limitada, mas suficiente para

aromatizar as soluções aquosas, que são denominadas hidrolatos ou água florada (Óleos essenciais, 2006).

Os óleos, com relação ao seu sabor, na sua maioria são acres (ácido) e picantes. Quanto à cor são incolores ou ligeiramente amarelados, sendo poucos os óleos que apresentam cor. No que se refere à estabilidade, os óleos voláteis não são muito estáveis, principalmente na presença de ar, calor, luz, umidade e metais. A maioria dos óleos voláteis possui índice de refração e são opticamente ativos, sendo essas propriedades usadas para sua identificação e controle da qualidade.

Os principais constituintes variam desde hidrocarbonetos terpênicos, álcoois simples e terpênicos, aldeídos, cetonas, fenóis, ésteres, éteres, óxidos, peróxidos, furanos, ácidos orgânicos, lactonas, cumarinas, até compostos com enxofre. Na mistura, tais compostos apresentam-se em diferentes concentrações; normalmente, um deles é o composto majoritário, existindo outros em menores teores e alguns em baixíssimas quantidades, chamados traços. Cita-se como exemplo o 1,8-cineol, composto majoritário do óleo essencial de eucalipto (cerca de 80%); entretanto, encontrado em pequenas quantidades no óleo essencial de bergamota (cerca de 0,02%) (Spitzer e Simões, 2000).

Os óleos voláteis apresentam ampla distribuição em vegetais superiores. Estimativas sugerem a sua ocorrência em 30% das espécies investigadas (Extração de óleos essenciais, 2006). Da mesma forma, eles estão presentes em muitas drogas vegetais, contribuindo para as suas características organolépticas e muitas vezes também para as propriedades terapêuticas atribuídas, como no caso da camomila, calêndula, erva-cidreira, sálvia, entre outras. São também componentes importantes e determinantes da qualidade da maioria das plantas

utilizadas como condimentos, como cominho, canela-do-ceilão, coentro, cardamomo, basilicão, manjericão, alfavaca, orégano, mangerona, erva-doce, alecrim, rosmarinus, entre outras.

O Quadro 2.1 apresenta algumas plantas consideradas importantes na extração de óleos essenciais como: eucalipto, hortelã-pimenta, funcho, tomilho, alecrim, pau rosa, pimenta, laranja, limão, cravo e gengibre, além de suas principais aplicações.

Quadro 2.1 – Óleos essenciais e suas aplicações (Extração de óleos essenciais, 2006).

<b>Óleos essenciais</b>	<b>Constituintes</b>	<b>Aplicações</b>
Alecrim	Cineol, Cânfora, Borneol, Canfeno, Nopineno.	Anti-séptico, antiespasmódico, estimulante, rubefaciente, expectorante, carminativo, emenagogo, relaxante muscular, diurético e estimulante.
Cravo	Eugenol, Cariófileno, Acetato de Eugenil.	Tratamento de dor de dente, reumatismo, artrite, aftas, anti-séptico e estimulante usado como gargarejo.
Eucalipto	Limoneno, Cineol, Alfa-Pineno, Citronelol, Geraniol.	Para o peito congestionado, tosse, gripe, resfriado, bronquite, asma, sinusite, febre pneumônica, reumatismo, analgésico, acne, mordidas de animais, elimina percevejos, sangramento de gengivas e queimaduras.
Funcho	E-anetol, Estragol e Fenchona.	Carminativo, antiespasmódico, expectorante e especialmente como aromatizante, já que possui problemas de toxicidade.
Hortelã-pimenta	Mentol, Mentona, Cíñelo, Pineno, Timol, Carvone.	Dor de cabeça, náusea, cansaço, apatia, tosse, problemas digestivos, flatulência, dor muscular, congestão sinus nasal, fraqueza, enjôo, infecções na boca e nas gengivas, cansaço mental e circulação deficiente.

Quadro 2.1 (continuação).

Laranja	D-Limoneno, N-Decílico Aldeído, Linalol, Terpeneol, B-Carotino, Citral, Limoneno, Perminol e Geraniol.	Diurético, prisão de ventre, elimina as toxinas, tratamento de pele, ansiedade nervosa, desinfetante, tônico geral do corpo, insônia, calmante, antidepressivo, abaixa o colesterol, diarréia, constipação, estimulante de apetite e contra dores musculares.
Limão	Limoneno, Citral, Pineno, Canfeno, Bergapteno, Terpineno, Mirceno, Linalol, Geraniol e Citronelol.	Estimulante, tonificante, diurético, adstringente, desodorizante, anti-séptico, antibiótico, sedativo, carminativo, diurético, hemostático, digestivo, antidepressivo, antitérmico, calmante, antiespasmódico, antiesclerótico, depurativo, vermífugo e cicatrizante.
Pau Rosa	Álcool Terpênico e Linalol.	Ação anti-séptica, regenerador celular, antidepressivo, afrodisíaco, tônico para o corpo, sedativo, estimulante, excelente sistema imunológico, analgésico, inseticida e desodorante.
Pimenta	Pineno, Sabineno, Careno, Mirceno, Limoneno, Felandreno e Beta-Carioleno.	Analgésico, anti-séptico, anti-espasmódico, afrodisíaco, desintoxicante digestivo, diurético, laxante, adstringente, expectorante, inseticida, estimulante, repelente para formigas e mosquitos, bronquite, carminativo, flatulências e gengivite.
Tomilho	Terpenóide Fenol, Timol, Isomer Carvacrol, Cimol, Linalol, Canfeno, Borneol, Pineno e Geraniol.	Dor de cabeça, irritação cutânea, congestão da mucosa, dores musculares, artrite, obesidade, bronquite, tosse, gota, cansaço físico, infecção da garganta, debilidade muscular, anorexia, acne, infecção da gengiva, aftas e sapinhos, verrugas, arteriosclerose, pé de atleta, celulite, estimulante circulatório, cistite, caspas, desinfetante, diurético, fibrose, imuno-estimulante, repelente, laringite, osteoporose, menopausa, aumenta pressão sanguínea e sinusite.

A estimativa do mercado mundial de extratos naturais é de US\$ 500 bilhões anuais, cuja produção é voltada principalmente para as indústrias que cujas produções são voltadas para os fármacos, os alimentos e os perfumes. O Brasil, apesar de possuir a maior biodiversidade do planeta, participa deste mercado com apenas US\$ 500 milhões ao ano, perdendo até mesmo para a Argentina. Boa parte da matéria-prima brasileira é exportada para a Alemanha, país cujo parque industrial permite o processamento de extratos em larga escala e que lidera a comercialização com um movimento de US\$ 20 bilhões anuais (Jornal da UNICAMP, 2003).

## **2.2 Extração de Óleos**

Há mais de seis mil anos, os egípcios já conheciam o poder das substâncias aromáticas e sua influência sobre a saúde do corpo, da mente e do espírito.

Esse conhecimento, que se expandiu através dos séculos em diferentes culturas, constitui a base da aromaterapia: a cura através do uso de óleos essenciais, a forma mais concentrada de energia do vegetal.

No início do século XVI, o médico suíço Paracelso, considerado o pai da farmoquímica, estudou a extração de óleos que chamou "alma dos vegetais", sob a forma de quintessência, recebendo posteriormente o nome de essência e óleo essencial.

Desde então vem sendo descoberto através de várias pesquisas que os óleos são fundamentais em tratamentos de várias doenças e também são muito utilizados em produtos cosméticos.

A extração teve origem há milhares de anos, mas no início do século XIX ocorreu um aumento acentuado no rendimento de extração com o uso de prensas hidráulicas. Em 1904, foi construído o “expeller” (Prensa contínua) que é até hoje utilizado para extrair óleos vegetais, dando origem à extração mista que é a prensagem da semente com “expeller”, seguida por uma etapa de extração com solvente orgânico, do óleo presente na torta. Assim os óleos voláteis são extraídos, preferencialmente, com solventes apolares (éter, diclorometano e hexano) que, entretanto extraem outros compostos lipofílicos além dos óleos voláteis. O óleo extraído é separado do solvente, o qual deixa vestígios no mesmo, contaminando-o (Atkins, 1990).

Na literatura encontram-se alguns tipos de extratores de óleos, sendo os mais comuns e mais utilizados, o destilador de óleos essenciais tipo Clevenger, o extrator de óleo “Soxhlet” e o extrator que utiliza o CO<sub>2</sub> supercrítico.

A Figura 2.1 apresenta o modelo de destilador de óleo essencial tipo Clevenger (Extração de óleos essenciais, 2006).

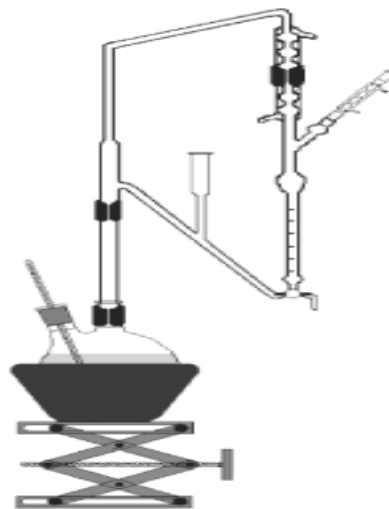


Figura 2.1 - Esquema de um destilador do tipo Clevenger (Extração de óleos essenciais, 2006).

Este destilador tem como princípio o arraste de vapor; a água é misturada ao vegetal e ambos são colocados no balão volumétrico, que é aquecido por uma manta. Quando se inicia a ebulição, os vapores de água e os óleos voláteis são conduzidos em direção ao condensador, onde é realizada a troca de calor, condensando os vapores com água de refrigeração, este processo é denominado de destilação. Nessa etapa, podem ser visualizadas, no tubo separador do extrator, as formas líquidas do óleo essencial e da água (Atkins, 1990).

Braga *et al.* (2001) utilizaram um extrator tipo Clevenger MA553, com capacidade 250 ml, para extrair óleos essenciais da folha de *Eucalyptus citriodora*, obtendo o óleo essencial de citronelal com bom teor de óleo extraído e sem prejuízo na sua extração.

A extração de óleos pelos extratores “soxhlet” com solventes descontínuo e contínuo, é realizada por equipamentos visualizados na Figura 2.2 e na Figura 2.3, respectivamente.

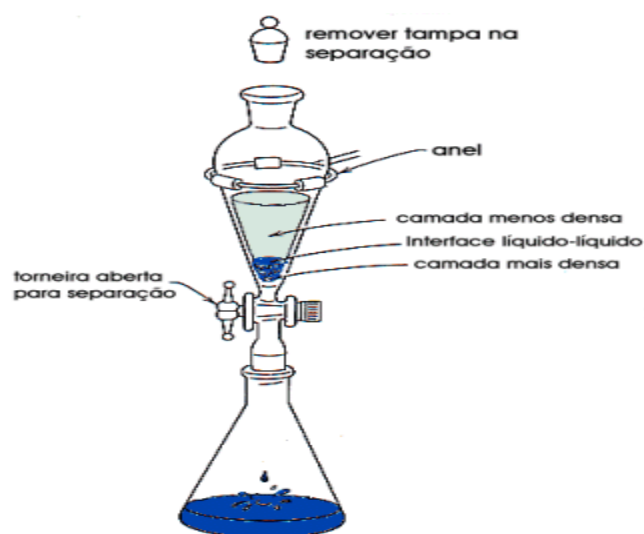


Figura 2.2 – Extrator “soxhlet” com solvente descontínuo (Extração de óleos essenciais, 2006).

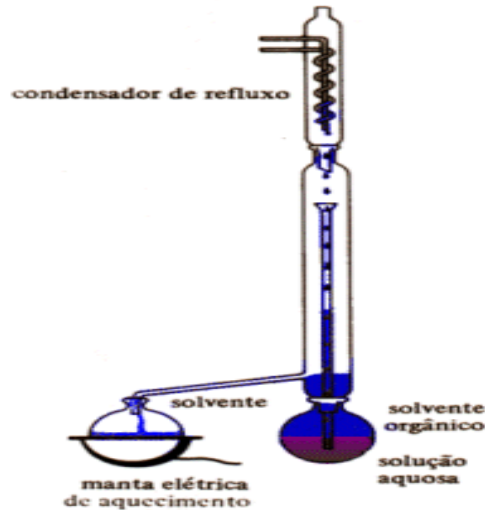


Figura 2.3 – Extrator “soxhlet” com solvente contínuo (Extração de óleos essenciais, 2006).

O extrator de óleo “soxhlet” utiliza solventes orgânicos para a extração, que são preferencialmente apolares, entretanto eles atraem outros compostos lipofílicos além dos óleos voláteis (Silva *et al.*, 2005). A extração no “soxhlet” com solvente descontínuo, utiliza-se de um funil de separação, onde o solvente é adicionado. Com a agitação do funil de separação, o soluto passa a fase na qual está o solvente com maior afinidade. A separação é feita, sendo que a fase mais densa é recolhida antes. A extração, líquido-líquido, descontínua é indicada quando existe uma grande diferença de solubilidade do soluto no solvente (Extração de óleos essenciais, 2006).

Na extração no “soxhlet” com solvente contínuo, o solvente passa continuamente sobre a solução contendo o soluto, levando parte deste consigo, até o balão de aquecimento. Como o solvente está sendo destilado, o soluto vai se



concentrando no balão de aquecimento. É um processo útil quando a diferença de solubilidade do soluto em ambos os solventes não é muito grande (Extração de óleos essenciais, 2006).

A extração por CO<sub>2</sub> supercrítico não utiliza solvente orgânico como no “soxhlet”, em contrapartida trabalha com altas pressões, tendo assim custos operacionais superiores aos demais extratores. A Figura 2.4 apresenta o equipamento de extração por CO<sub>2</sub> supercrítico e a Figura 2.5 apresenta um fluxograma do funcionamento do extrator por CO<sub>2</sub> supercríticos (Extração de óleos essenciais, 2006).



Figura 2.4 – Extrator por CO<sub>2</sub> supercríticos (Extração de óleos essenciais, 2006).

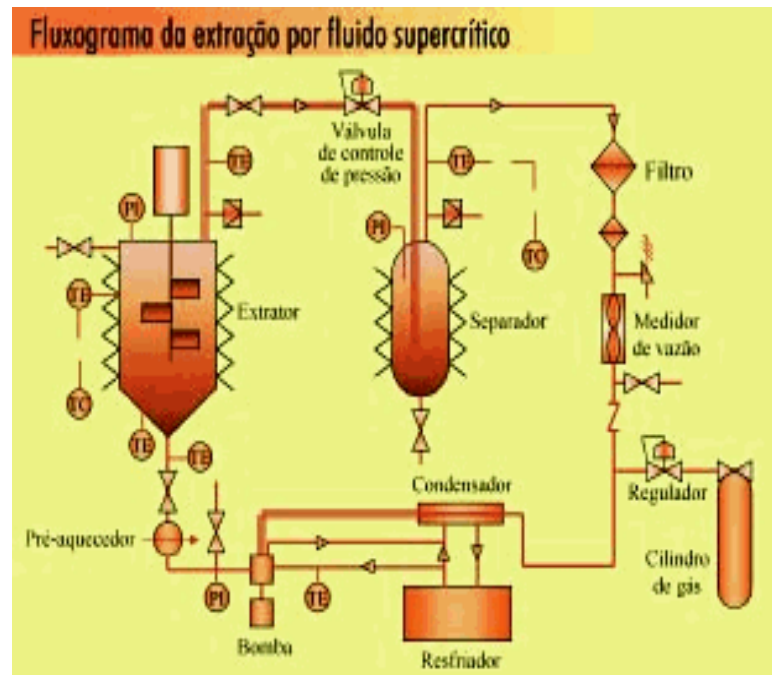


Figura 2.5 – Fluxograma do extrator supercrítico (Extração de óleos essenciais, 2006).

A extração por CO<sub>2</sub> supercrítico permite recuperar os aromas naturais de vários tipos de óleos essenciais, de modo bastante eficiente e, atualmente, é o método mais usado na extração industrial de óleos voláteis. Nenhum traço de solvente permanece no produto final, tornando-o mais puro do que aqueles obtidos por outros métodos. Para tal extração, o CO<sub>2</sub> é primeiramente liquefeito através de compressão e, em seguida, aquecido a uma temperatura superior a 31 °C. Nessa temperatura, o CO<sub>2</sub> atinge um quarto estado, no qual sua viscosidade é igual à de um gás, mas sua capacidade de dissolução é elevada como a de um líquido. Uma vez efetuada a extração, faz-se o CO<sub>2</sub> retornar ao estado gasoso, resultando na sua total eliminação (Maul, 1998).

No trabalho de Berna *et al.* (2000) tem-se a extração de óleo essencial (fennel) de uma planta medicinal, utilizando a extração subcrítica da água. O método ofereceu importantes vantagens, como por exemplo, tempo de extração, custo, características mais limpas e a possibilidade de manipular a composição do óleo mudando os parâmetros da extração como temperatura, taxa de fluxo volumétrico e tempo de extração.

Marrone *et al.* (1998) realizaram um estudo sobre a extração de óleos de amêndoa utilizando o extrator por CO<sub>2</sub> supercrítico com diferentes tamanhos da partícula de amêndoa e obtiveram bons resultados com as partículas menores.

Fernandes *et al.* (2002), estudaram a extração de óleos de sementes de laranja, limão siciliano e tangerina, utilizando dois métodos de extração e o que obteve melhor seletividade, sem ácidos graxos livres, foi a extração por fluido supercrítico de CO<sub>2</sub>, comparado com extrator de óleos com solventes operando de modo contínuo.

### **2.3 Aspectos Gerais do Gengibre**

O gengibre é uma planta perene da Família das Zingiberáceas. As folhas verde-escuras nascem a partir de um caule duro, grosso e subterrâneo (rizoma) mostrado na Figura 2.6. As flores são tubulares, amarelo-claro e surgem em espigas eretas.

A planta do Gengibre é de crescimento perenal ereto de 0,6 a 1,2 m de altura. O caule é rodeado por uma base embainhada por duas fileiras de folhas. As folhas são estreitas, linear-lancetadas (2-3 cm de comprimento, 1-2 cm de espessura). A inflorescência é uma ponta terminal com flores irregulares, cuja

coloração é verde-amarelada com listras púrpuras e a fruta é uma cápsula. A planta tem um rizoma, o qual é ramificado e a sua superfície é acinzentada, com anéis marrons claro, comumente, mas erroneamente, chamado de raiz do Gengibre ao invés de rizoma (Taveira *et al.*, 1997)



Figura 2.6 – Rizoma do gengibre.

O gengibre se desenvolve melhor em altitudes menores que 600 metros, temperaturas entre 25-30 °C, precipitações superiores a 2000 mm anuais, com boa distribuição durante o ano.

A colheita varia de 6-10 meses após o plantio dos rizomas; colhe-se quando as plantas estão em estágio de senescência. A época de safra vai de março a julho, dependendo da época de plantio. Requer solo fértil, bem drenado e plano, além de pH em torno de 5,0- 6,0.

Em média, colhe-se em torno de 20-25 t/ha se a lavoura for bem conduzida, mas pode-se chegar a colher 90 t/ha utilizando-se adubações pesadas, principalmente a orgânica. Atualmente, grande parte do gengibre é comercializada “in natura”.

Na descrição botânica, o gengibre consiste das raízes frescas ou secas do *Zingiber officinale*. O botânico Inglês William Roscoe (1753 – 1831) deu à planta o nome de *Zingiber officinale* em uma publicação de 1807. A família do Gengibre é especialmente abundante na Indonésia e Malásia, consistindo de mais de 1200 espécies de plantas em 53 gêneros. O gênero *Zingiber* inclui aproximadamente 85 espécies de plantas aromáticas do leste da Ásia e Austrália tropical. Dizem que o nome do gênero, *Zingiber*, deriva de uma palavra de origem Sânscrita que denota “forma de chifre”, em referência às protusões na raiz da planta (Taveira *et al.*, 1997).

No Brasil o gengibre é cultivado principalmente na faixa litorânea do Espírito Santo, Santa Catarina, Paraná e no sul de São Paulo, em razão das condições de clima e de solo mais adequadas para uma planta rica em nutrientes.

O gengibre tem como principais constituintes água, carboidratos, fibras, lipídios e proteínas de acordo com a Tabela 2.1, que apresenta os constituintes do gengibre para cada 100g do rizoma.

Tabela 2.1 – Constituintes do gengibre (*in* Gouveia, 1999).

Componentes	Gengibre(%)*	Gengibre(%)**	Gengibre(%)***
Proteínas	1,87	2,50	2,30
<b>Lipídeos</b>	<b>0,72</b>	<b>2,90</b>	<b>1,00</b>
Fibras	1,3	2,10	2,40
Cinzas	1,00	-	1,20
<b>Umidade</b>	<b>87,4</b>	-	<b>80,80</b>
Carboidratos	-	11,00	12,30

Fonte: \*Franco, 1992; \*\*Bender, 1982; \*\*\*Ishimura *et al.*; 1988.

Em destaque nesta tabela estão os lipídeos, onde encontram-se os principais constituintes, que são os óleos essenciais e a umidade, que representa a maior composição do vegetal.

Os mais notáveis constituintes químicos do gengibre chamados de “princípios pungentes” são os óleos essenciais, os quais dão ao gengibre suas características aromáticas. Estão também presentes no gengibre os óleos voláteis, outras oleoresinas, amidos, proteínas e gorduras. Dentro do grupo das oleoresinas estão os princípios pungentes. Os constituintes pungentes compreendem aproximadamente 33% das oleoresinas e são chamados de gingeróis, os quais são uma série de fenóis homólogos sendo os 6-gingeróis os mais comuns. Pungentes também, mas compreendendo uma fração bem menor das oleoresinas, são os Shogaols. Estes anidrogingeróis são formados a partir dos gingeróis durante a secagem do gengibre. Outros compostos menos pungentes são os paradols,

gingedíois, gingediacetatos, gingerdionas, e gingerenonas. Os óleos voláteis compõem aproximadamente 25% das oleoresinas (Taveira *et al.*, 1997).

Os óleos voláteis no gengibre variam de acordo com a fonte de origem do material. O destilado do caule contém terpenóides, os quais usualmente incluem hidrocarbonos sesquiterpenos e monoterpenos. Outros componentes principais incluem alfa zingibereno, ar-curcumeno,  $\beta$ -sesquiphelandreno e  $\beta$ -bisaboeno.

Quando o gengibre é armazenado, a quantidade de ar-cumeno aumenta e zingibereno e Beta-sesquiphelandreno diminui. Dentre outros compostos identificados no óleo estão o n-heptano, n-octano, n-nonano, acetaldeído, propionaldeído, n-butiraldeído, isovaleraldeído, acetona, n-propanol, n-nonanol, dietil sulfeto, etil isopropil sulfeto, metil alil sulfeto, metil e etil acetatos, campheno, sabineno, mirceno, limoneno e 1,8-cineol (Taveira *et al.*, 1997).

No gengibre (*Zingiber officinalis*) da Família *ingiberaceae*, o óleo é extraído das raízes secas, chamados rizomas que tem aroma de limão, pimenta e madeira. Os principais constituintes são b-bisaboleno, borneol, linalol, felandreno, citral, cineol, alfa-zingibereno, vetiverol, zenziberol, vetiveron tendo como principais ações em tratamento de fratura, reumatismo, artrites, entorpecimento, cansaço muscular, problemas digestivos, náusea, resfriado e gripe, frieza emocional, cansaço nervoso, debilidade geral, tônico sexual, dores de garganta, antiescorbuto, impotência, ressacas, celulite (Extração de óleos essenciais, 2006).

Através de análise do óleo de gengibre foram verificados vários grupos funcionais com seus principais constituintes, como mostra a Tabela 2.2.

Tabela 2.2 – Principais constituintes do óleo de gengibre (Beek *et. al.*, 1987).

Compostos	Total de óleo coletado em 12 horas (%)
$\alpha$ -Pinene	3,9
<b>Camphene</b>	<b>12,6</b>
Myrcene	1,9
Limonene	2,1
$\beta$ -Phellandrene	5,7
1,8-Cineol	5,3
Borneol	1,8
Neral	8,1
<b>Geranial</b>	<b>15,9</b>
<b><math>\alpha</math>-Zingiberene</b>	<b>9,2</b>
$\beta$ -Sesquiphellandrene	4,3

Esta tabela mostra os principais grupos funcionais do óleo de gengibre, em destaque para o camphene, geranial e principalmente o  $\alpha$ -Zingiberene encontrado em grande quantidade no gengibre.

A seguir serão apresentadas algumas fórmulas estruturais dos principais constituintes do óleo de gengibre identificadas na análise por espectroscopia de infravermelho.

A Figura 2.7 mostra as fórmulas estruturais do geranial, neral e citronelal, encontrados no óleo de gengibre, cujo grupo funcional é o aldeído identificado na espectroscopia de infravermelho (Wikipedia, 2006).



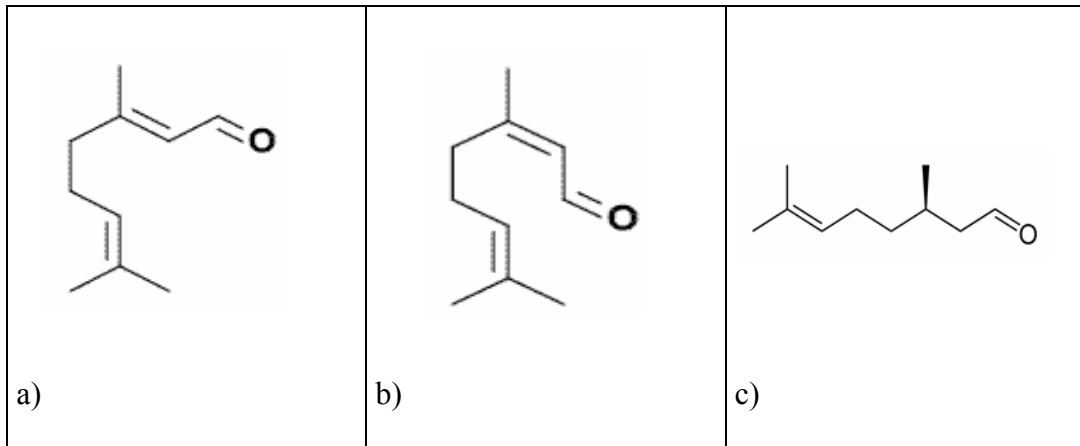


Figura 2.7 - Fórmulas estruturais: a) geranial, b) neral e c) citronelal (Wikipedia, 2006).

Alguns álcoois são encontrados no óleo de gengibre e foram identificados na espectroscopia de infravermelho, cujas fórmulas estruturais estão mostradas na Figura 2.8 (linalol, citronelol, geraniol, borneol e alfa-terpineol), respectivamente (Wikipedia, 2006).

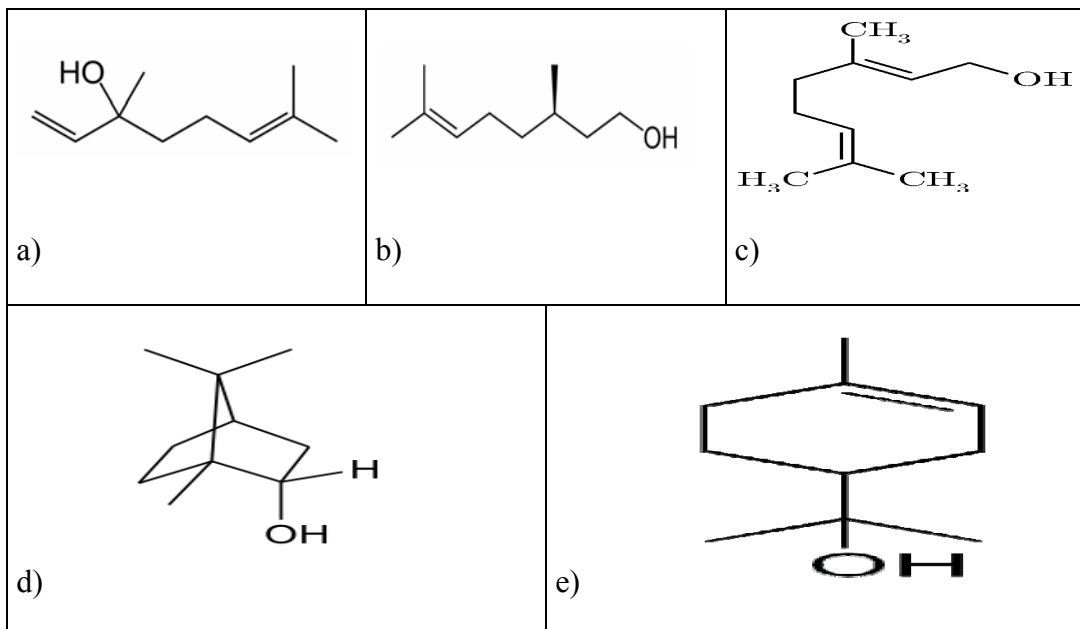


Figura 2.8 - Fórmulas estruturais: a) linalol, b) citronelol, c) geraniol, d) borneol e e) alfa-terpineol (Wikipedia, 2006).

A maioria dos compostos identificados por espectroscopia de infravermelho do óleo de gengibre são hidrocarbonetos como, por exemplo, o zingiberene, limonene, beta-plelladrene, pinene, myrcene e o cymene mostrados na Figura 2.9, respectivamente (Wikipedia, 2006).

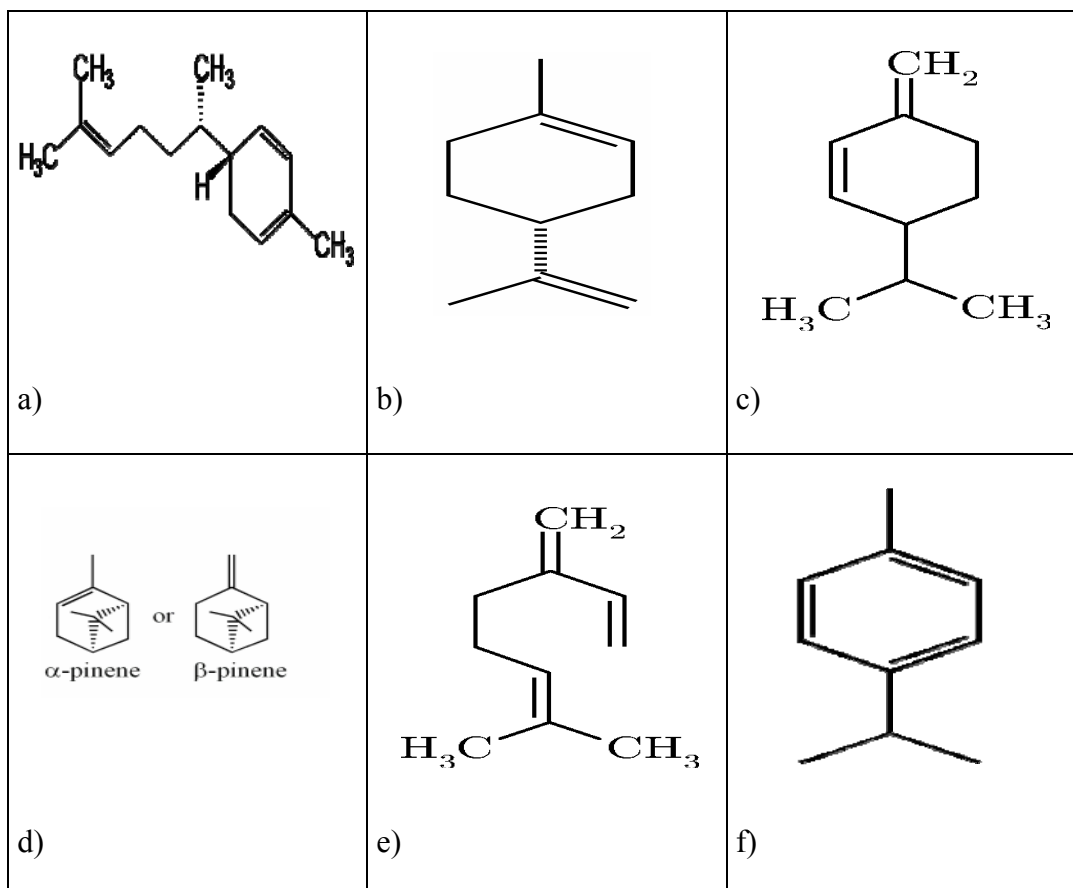


Figura 2.9 - Fórmulas estruturais: a) zingiberene, b) limonene, c) beta-plelladrene, d) pinene, e) myrcene e f) cymene (Wikipedia, 2006).

Segundo o químico alemão Stenhouse o sabor ardente do gengibre é devido a uma resina, que dá ácido protocatequico quando é fundida com potassa.

Como planta medicinal o gengibre é uma das mais antigas e populares do mundo. Suas propriedades terapêuticas são resultados da ação de várias substâncias, especialmente do óleo essencial que contém canfeno, felandreno, zingibereno e zingerona.

Popularmente, o chá de gengibre, feito com pedaços do rizoma fresco fervido em água, é usado no tratamento contra gripes, tosse, resfriado e até ressaca. Banhos e compressas quentes de gengibre são indicados para aliviar os sintomas de gota, artrite, dores de cabeça e na coluna, além de diminuir as congestões nasais e cólicas menstruais. Tem sido utilizado, também, desde a antiguidade na fabricação de xaropes para combater a dor de garganta.

No Japão, massagens com óleo de gengibre são tratamentos tradicionais e famosos para problemas de coluna e articulações. Na fitoterapia chinesa, a raiz do gengibre é chamada de Gan Jiang e apresenta as propriedades acre e quente. Sua ação mais importante é a de aquecer o baço e o estômago, expelindo o frio.

Na medicina, o *Zingiber officinale* é conhecido como "medicamento universal". Recentemente, a Organização Mundial da Saúde (OMS) reconheceu a ação dessa planta sobre o sistema digestivo, tornando-a oficialmente indicada para evitar enjoos e náuseas, confirmando alguns dos seus usos populares, onde o gengibre é indicado na digestão de alimentos gordurosos.

O gengibre tem ação bactericida, e desintoxicante e acredita-se também que possua poder afrodisíaco. Suas propriedades afrodisíacas e estimulantes são conhecidas há séculos. Na medicina chinesa tradicional, por sua reconhecida ação na circulação sanguínea, ele é utilizado contra a disfunção erétil (Escrita e Artes, 2005).

O gengibre é um medicamento oficial nos seguintes países: Egito, Bélgica, China, Grã Bretanha, Índia, Japão, Holanda, Áustria e Suíça e na Alemanha é mencionado na Farmacopéia.

No Brasil, o gengibre é indicado como medicamento fitoterápico, segundo a Resolução – RDC nº 17 da ANVISA, na profilaxia de náuseas causadas por movimento (cinetose) e pós-cirúrgicas.

A maioria das ações farmacológicas do gengibre é atribuída aos princípios pungentes. Os efeitos farmacológicos dos 6-Gingerol aparecem geralmente dentro de 3 horas após a ingestão de 3,5 mg/kg de peso corporal.

O gengibre possui forte propriedade antibacteriana e levemente fungicida. Estudos de laboratório têm mostrado que constituintes ativos do gengibre inibem a reprodução de colônias bacterianas que se alimentam de carboidratos não digeridos, reduzindo por exemplo o crescimento de *Escherichia coli*, espécies *Proteus*, *staphylococci*, *streptococci* e *Salmonella*, mas estimula o crescimento de *Lactobacilus*. Ele também é efetivo contra numerosos parasitas nutricionais, tal como *Schistosoma* e *Aniosakis*.

Além de todas as aplicações na área farmacêutica, o gengibre também possui propriedades importantes que permite utilizá-lo no preparo de pratos salgados e doces em diversas formas: fresco, seco, em conserva ou cristalizado, graças ao seu sabor picante. O que não é recomendado é substituir uma forma pela outra, pois seus sabores são muito distintos; por exemplo, o gengibre seco é mais aromático e tem sabor mais suave que o fresco. Este último é amplamente utilizado na China, Japão, Indonésia, Índia e Tailândia. No Japão costuma-se usar o suco (com o gengibre espremido) para temperar frango e as conservas (beni shouga) feitas com os rizomas jovens são consumidas puras ou com sushi. Já o gengibre cristalizado é um dos confeitos mais consumidos no Sudeste Asiático (Escrita e Artes, 2005).

A industrialização do gengibre é lenta, mas com os estudos feitos sobre suas propriedades e características e a crescente pesquisa em uma ampla faixa de atividades farmacológicas, espera-se que a industrialização seja acelerada.

A partir desta revisão fica evidenciada a importância da extração dos óleos essenciais, dado ao amplo espectro de aplicação dos mesmos, em particular do óleo de gengibre. A construção de um extrator que possa operar com volumes maiores que o Clevenger sem uso de solventes, para não haver contaminação, como é o caso do “soxhlet” e de custo de operação bastante inferior ao do extrator que utiliza o CO<sub>2</sub> supercrítico, se faz necessária para a realização de estudos sobre produtos de interesse.

### **3 MATERIAIS E MÉTODOS**

Este capítulo trata da matéria prima, dos equipamentos e do procedimento experimental.

#### **3.1 Matéria-Prima**

A matéria-prima estudada foi o rizoma (raiz) do gengibre (*Zingiber officinale*), cultivado no Brasil e adquirido no mercado local. Para o preparo da amostras o rizoma foi lavado, fatiado e em seguida triturado em um liquidificador durante 20 segundos.

Para determinar algumas características e propriedades do gengibre foram feitas as seguintes análises: densidade aparente, calor específico, conteúdo de umidade; para o óleo extraído determinou-se: densidade aparente, calor específico, viscosidade, identificação dos grupos funcionais e teor de óleos essenciais.

##### **3.1.1 Densidade Aparente**

A densidade aparente do gengibre foi medida em condições normais de temperatura e pressão, usando a técnica de picnometria, que consiste de medida indireta da massa e volume da matéria em um balão volumétrico de fundo chato (picnômetro), utilizando neste caso a água como fluido de “referência” e a amostra estava triturada. Com relação à determinação da densidade aparente do óleo esta também foi feita usando o picnômetro (SBTR, 2006).

### 3.1.2 Calor Específico

Para a determinação do calor específico foi usado um equipamento DSC-50 da SHIMADZU, interface TA-50WSI que usa a calorimetria diferencial de varredura (DSC), que é uma técnica que envolve a análise da variação de entalpia de uma amostra em função da temperatura ou tempo. Nessa modalidade de análise térmica, uma cápsula (que não sofra reação com material de análise) com a amostra é colocada em uma posição determinada sobre uma plataforma de aquecimento, ao lado de outra cápsula vazia. Esta é chamada de cápsula de referência (material do qual é feito a cápsula, não deve sofrer transição térmica na faixa de temperatura estipulada para estudar a amostra). Os materiais dos quais estes recipientes são fabricados, geralmente são o ouro, a prata, o cobre e o alumínio. Assim os recipientes são submetidos a taxas de aquecimentos programados, juntamente com o conjunto de termopares mostrados na Figura 3.1 (Kunita, 2005).

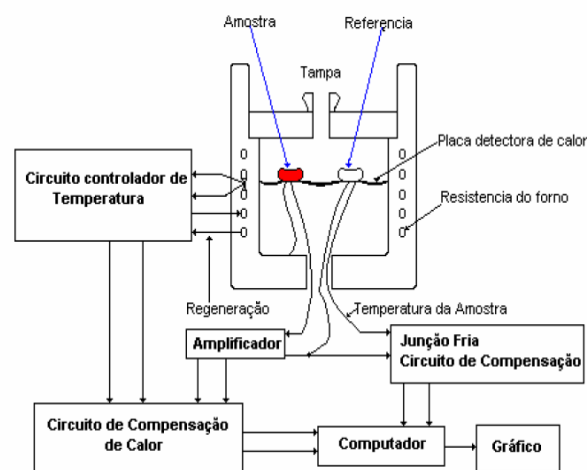


Figura 3.1 – Diagrama esquemático do DSC (Kunita, 2005).

O conjunto de termopares é acoplado da seguinte forma: na base da cápsula com a amostra e na base da cápsula de referência.

Através deste conjunto de termopares é possível conhecer as variações de temperaturas na placa. Sempre que a amostra passar por uma transição de fase exotérmica ou endotérmica, energia será emitida ou absorvida pela amostra, alterando a temperatura através da placa sob a amostra (Kunita, 2005). Desta forma, curvas de variação da entalpia com o tempo ( $dH/dt$ ), são registradas pelo aparelho, em função do tempo, e transições de fase como transição vítrea, cristalização, fusão, perda de solvente, entre outras, podem ser observadas (Kunita, 2005).

As medidas no DSC fornecem informações sobre os feitos térmicos que são caracterizados por uma mudança na entalpia e pela faixa de temperatura, como o comportamento de fusão, cristalização, transições sólido-sólido e reações químicas. Uma vez que a capacidade calorífica também é medida, uma alteração dessa capacidade, semelhante ao que ocorre na transição vítrea, também pode ser determinada.

### **3.1.3 Viscosidade do Óleo Essencial**

A viscosidade do óleo foi medida com um viscosímetro Brookfield DV-II+, com adaptador para pequenas amostras, cujo princípio de funcionamento é o clássico, através da pressão laminar do fluido entre duas placas. O atrito gerado entre o fluido e a superfície das placas causa a torção do fluido e a força necessária para essa ação é a viscosidade do fluido.



### 3.1.4 Conteúdo de Umidade

Para a determinação do conteúdo de umidade do gengibre foi utilizado o método da secagem em estufa com a temperatura  $105^{\circ} \pm 3^{\circ}\text{C}$  durante 24 horas com seis amostras do rizoma de gengibre. Pesou-se antes cada amostra e fez-se uma média, repetindo-se o mesmo procedimento depois da secagem na estufa, determinando assim a umidade. O conteúdo de umidade foi medido todas as vezes que novo lote de matéria prima era adquirido.

### 3.1.5 Identificação dos Grupos Funcionais

A espectroscopia de infravermelho é um tipo de espectroscopia de absorção a qual usa a região do infravermelho do espectro eletromagnético. Como as demais técnicas espectroscópicas, ela pode ser usada para identificar um composto ou investigar a composição de uma amostra pois se baseia no fato de que as ligações químicas das substâncias possuem frequências de vibração específicas, as quais correspondem a níveis de energia da molécula, chamados nesse caso de *níveis vibracionais*, (Wikipedia, 2006).

A fim de se fazer medidas em uma amostra, um raio monocromático de luz infravermelha é passado pela amostra e a quantidade de energia absorvida é registrada. Repetindo-se esta operação ao longo de uma faixa de comprimentos de onda de interesse (normalmente  $4000\text{-}400\text{ cm}^{-1}$ ) um gráfico pode ser construído. Esta técnica trabalha quase que exclusivamente em ligações covalentes, e é de largo uso na Química, especialmente na Química Orgânica. Gráficos com boa resolução podem ser produzidos com amostras de uma única substância com

elevada pureza, entretanto a técnica costuma ser usada também para a identificação de misturas mais complexas (Wikipedia, 2006).

As medidas foram realizadas em um micro-reator de alumina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) da célula HTHV Spetra Tech. do espectrofotômetro THERMO NICOLET 4700 NEXUS, utilizando as seguintes condições: redução de  $4\text{ cm}^{-1}$ , 128 scans e detector MCT de telureto de mercúrio e cádmio.

### 3.1.6 Teor de Óleo Essencial

O rendimento do óleo essencial extraído do gengibre pode ser calculado com base na matéria seca ou base livre de umidade (BLU). O método que utiliza o BLU é padronizado e pode ser repetido a qualquer momento, sem que haja desvios significativos (Santos *et al.*, 2004). Para o cálculo de 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 empregado, o método BLU usando, a seguinte equação:

$$\text{TO} = \frac{\text{Mo}}{\text{Bm} - \left( \frac{\text{Bm} \times \text{U}}{100} \right)} \times 100 \quad (3.1)$$

onde:

**TO** - teor do óleo (g de óleo essencial em 100g de massa seca) ou rendimento de extração (%);

**Mo** - massa de óleo extraído;

**Bm** - biomassa do gengibre;

U - umidade do gengibre;

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

$Bm - \frac{Bm \times U}{100}$  - quantidade de massa seca.

Essa equação é largamente aplicada na determinação do teor de óleo essencial em BLU, sendo o valor calculado expresso em porcentagem, que corresponde ao peso/peso (grama do óleo essencial por 100g de massa seca).

O cálculo do teor de umidade foi determinado pelo método da estufa de acordo com a equação:

$$U = \frac{Bm - Bs}{Bm} \times 100 \quad (3.2)$$

onde:

**Bs** - massa seca do gengibre.

## 3.2 Equipamentos

Os equipamentos utilizados nesse trabalho são o extrator de óleos essenciais proposto e o destilador de óleos essenciais tipo Clevenger MA 553.

### 3.2.1 Destilador de Óleos Essenciais Clevenger MA 553

O destilador de óleos essenciais Clevenger MA 553 fabricado pela Marconi Equipamentos para Laboratório Ltda está apresentado na Figura 3.3. O

equipamento é composto por uma manta de porcelana, um balão volumétrico de 2 litros, que está ligado por um tubo de vidro a um destilador horizontal com tubo concêntrico, que circula água para resfriar o vapor que vem do balão. O condensado é liberado após passar por um reservatório que retém o óleo, por diferença de densidade, conseqüentemente liberando a água em uma válvula que está localizada na base do destilador.

Para que se pudesse obter dados de temperatura da amostra, foi feita uma adaptação no equipamento, inserindo um termopar de Cu-Co, no interior do balão volumétrico. Esse termopar estará diretamente ligado a um milivoltímetro digital.

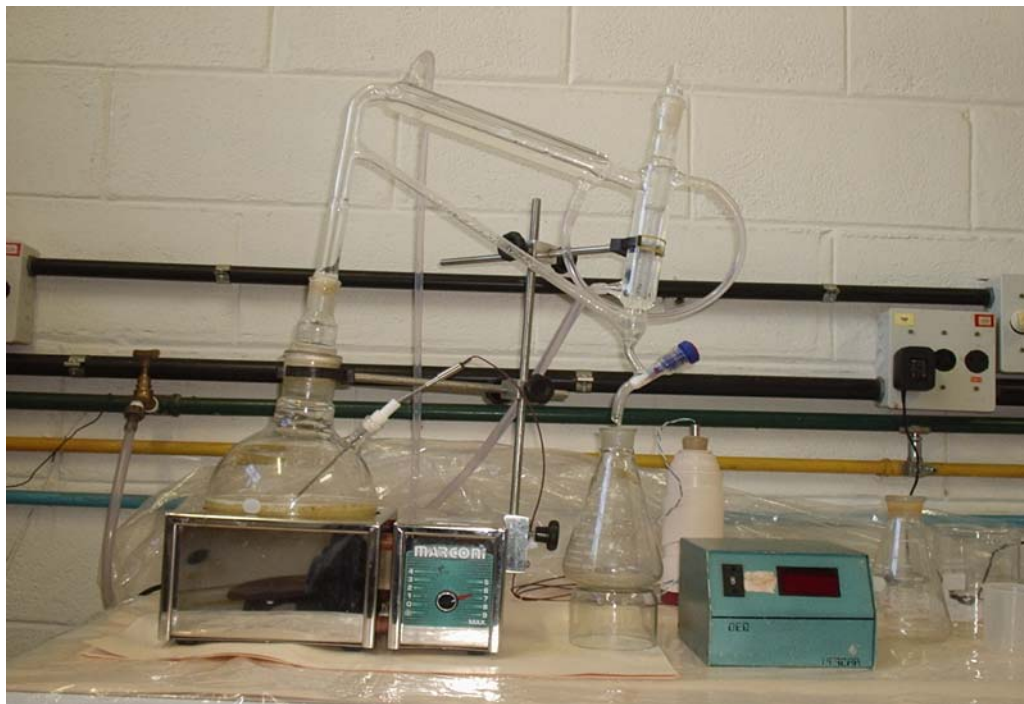


Figura 3.2 – Destilador de óleos essenciais Clevenger MA 553.

### **3.2.2 Extrator de Óleos Essenciais Desenvolvido**

O extrator de óleos essenciais projetado e construído é composto basicamente por uma caldeira, uma câmara de extração e um destilador. O funcionamento tem como base a câmara de extração que é alimentada pelo vapor gerado pela caldeira e condensado no destilador, podendo ser manipuladas a pressão e a temperatura.

A câmara de extração foi projetada para dispor, em seu interior de até 3 bandejas de aço inox, que servem de porta amostras.

Os detalhes do projeto, da construção e operação do equipamento, serão fornecidos no capítulo de Resultados e Discussão.

## **3.3 Procedimento Experimental**

### **3.3.1 Destilador de Óleos Essenciais Clevenger MA 553**

O gengibre *in natura* é lavado, fatiado e depois triturado com água destilada em um liquidificador durante 20 segundos, visualizado na Figura 3.3, e em seguida é colocado no balão volumétrico para ser aquecido como mostra a Figura 3.4.



Figura 3.3 – Gengibre triturado em um liquidificador com água.

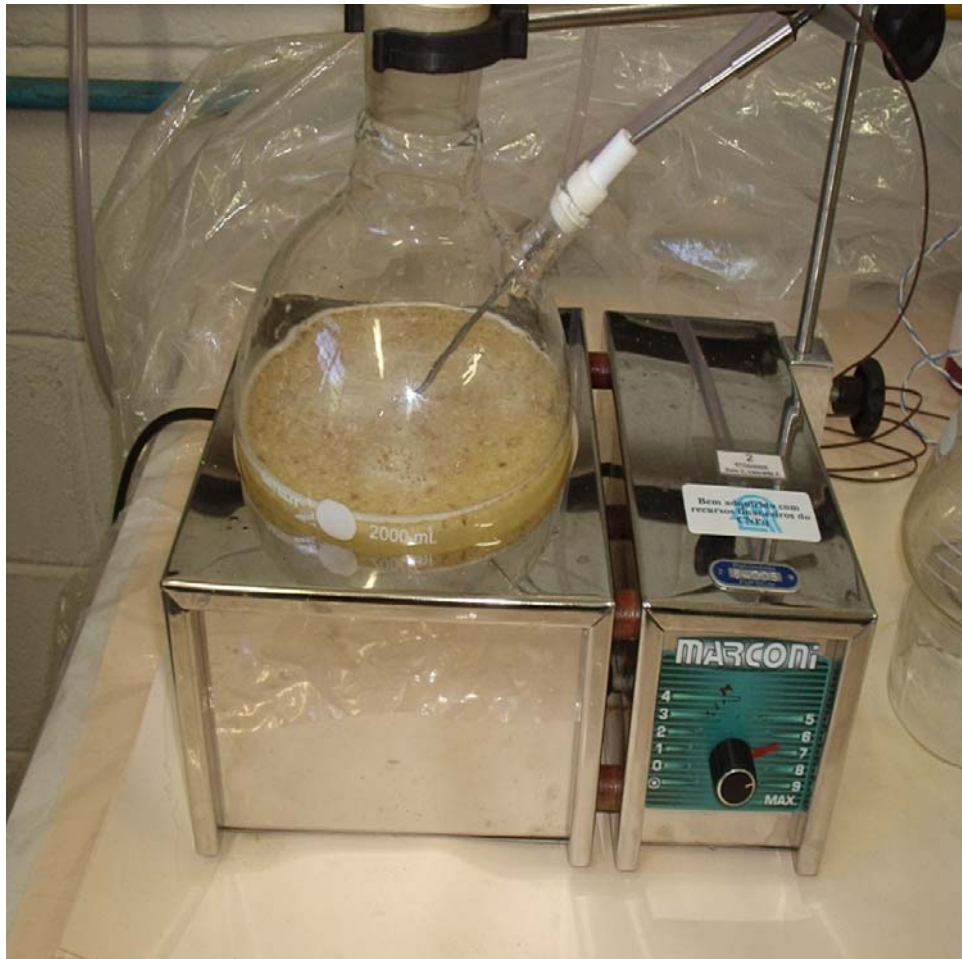


Figura 3.4 – Balão volumétrico com gengibre e água.

O destilador é alimentado com o vapor que arrasta o óleo do gengibre, continuamente do balão volumétrico que é aquecido pela manta de porcelana. Esse vapor é condensado e separado por diferença de densidade entre o óleo e a água em um reservatório como mostra a Figura 3.5. A água condensada tem vazão contínua, é coletada em um Erlenmeyer e depois descartada. O óleo retido no reservatório é coletado em um frasco (Figura 3.6) após o término da extração e pesado.



Figura 3.5 – Óleo extraído no reservatório.



Figura 3.6 – Amostra de óleo extraído.

### 3.3.2 Extrator de Óleos Essenciais Desenvolvido

O rizoma do gengibre *in natura* foi lavado, fatiado e depois triturado em um liquidificador durante 20 segundos e em seguida colocado em até três bandejas.

A amostra então é colocada dentro da câmara de extração que é fechada. A câmara de extração é alimentada com vapor gerado pela caldeira (à pressão e temperatura constantes) até estabilizar a pressão e temperatura desejada para operação de extração do óleo de gengibre.

O destilador é alimentado com o vapor que arrasta o óleo do gengibre, continuamente da câmara de extração. Esse vapor é condensado e separado por diferença de densidade entre o óleo e a água em um reservatório. A água



condensada, chamada de água florada, tem vazão contínua é coletada em um Erlenmeyer e depois descartada. O óleo retido no reservatório é coletado em um frasco, que é pesado após o término da extração e o material das bandejas, denominado de bagaço também é coletado.

## 4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

### 4.1 Desenvolvimento do Equipamento

O extrator de óleos essenciais foi desenvolvido visando obter um extrator robusto, que pudesse operar em diferentes pressões e temperaturas. Ele é composto por uma caldeira, uma câmara de extração e um destilador e está mostrado na Figura 4.1.

A caldeira é da marca Hoffman Pancostura, mostrada na Figura 4.2, com capacidade de gerar 8 kg/h de vapor, na voltagem de 220V, pressão máxima de 10,5 kgf/cm<sup>2</sup> e consumo de energia de 6 kw/h.

A Figura 4.3 mostra um desenho esquemático da câmara de extração, que tem diâmetro de 30 cm e altura de 28,30 cm. Foi construída de aço inox, por ser um material capaz de resistir às pressões de trabalho.

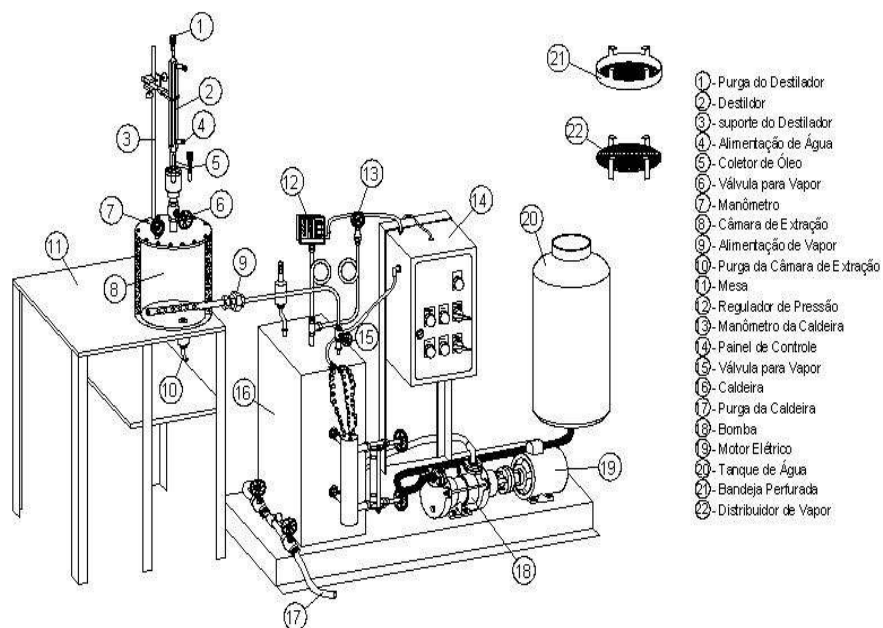


Figura 4.1 – Equipamento de extração de óleo de gengibre.

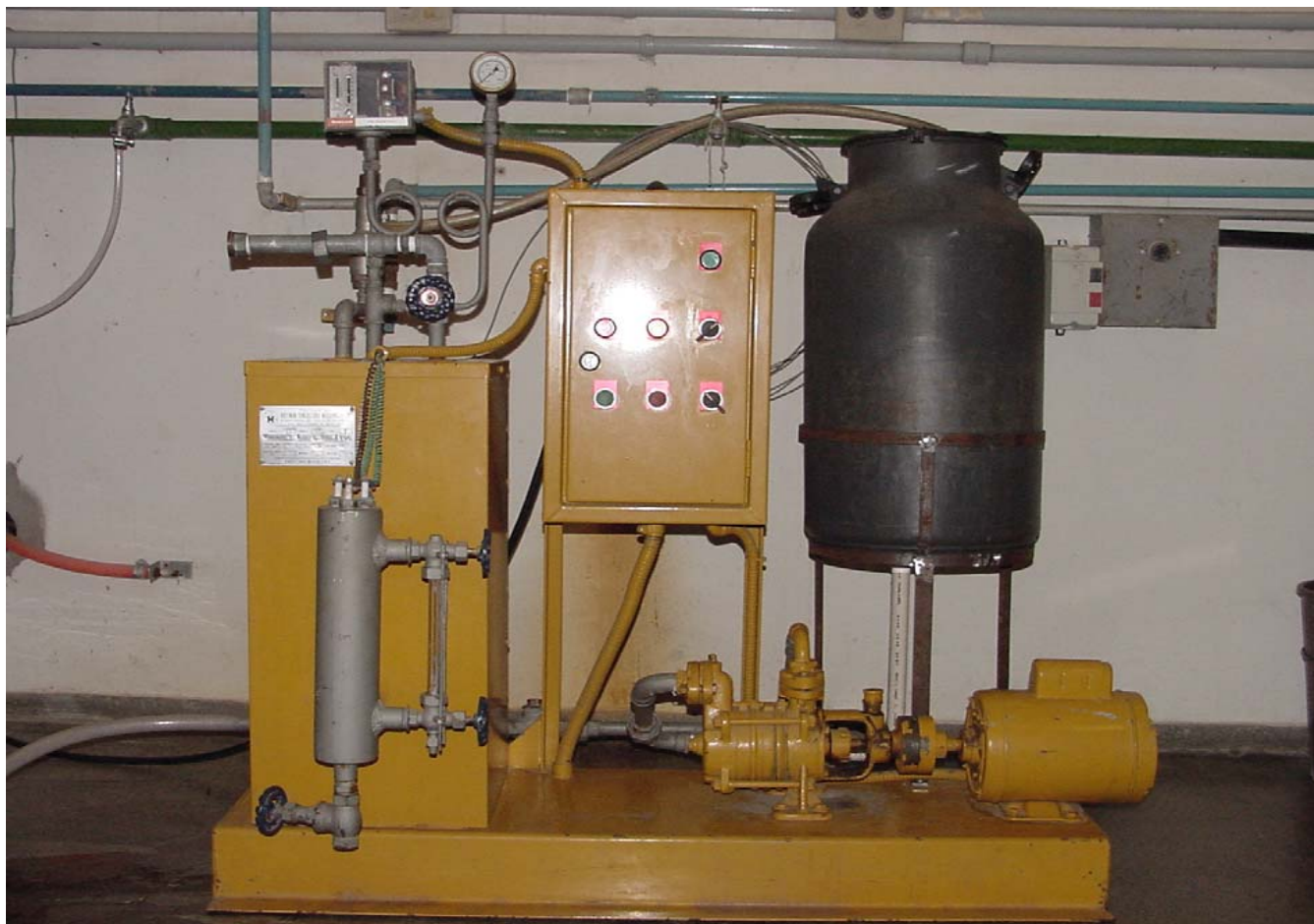


Figura 4.2 – Caldeira da marca Hoffman Pancostura.

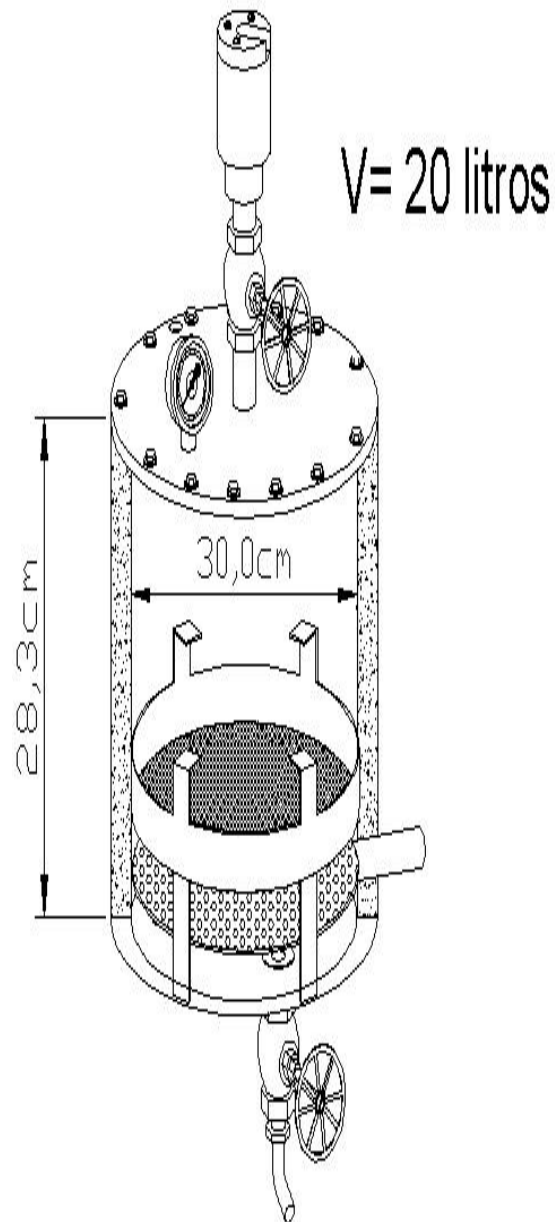


Figura 4.3 – Desenho esquemático da câmara de extração.

A Figura 4.4 mostra a foto da câmara, já isolada termicamente com lã de rocha e recoberta com placas de alumínio corrugado, fixadas por presilhas. A parte superior da câmara (tampa) também foi isolada com o mesmo material.



Figura 4.4 – Câmara de extração.

O vapor gerado pela caldeira entra na câmara de extração, através de um tubo, também de aço inox, perfurado longitudinalmente, mostrado na Figura 4.5, permitindo melhor distribuição do vapor. Ainda, procurando homogeneizar essa distribuição, foi colocada, 3 cm acima desse tubo, uma placa perfurada com 10 furos/cm<sup>2</sup>, com diâmetro igual ao diâmetro interno da câmara mostrada na Figura 4.6.



Figura 4.5 – Visão do tubo perfurado longitudinalmente.



Figura 4.6 – Detalhe da placa perfurada.

Dentro da câmara de extração podem ser colocadas até três bandejas, mostradas na Figura 4.7, construídas com placas de aço inox, perfuradas com 100 furos/cm<sup>2</sup>. A função dessas bandejas é suportar a amostra do material e foram construídas de tal forma que são independentes, pois estão apoiadas sobre flanges também de aço inox, soldadas na placa de distribuição de vapor.

O equipamento pode operar com uma, duas ou três bandejas simultaneamente, tendo espaçamento entre elas de 4 cm.

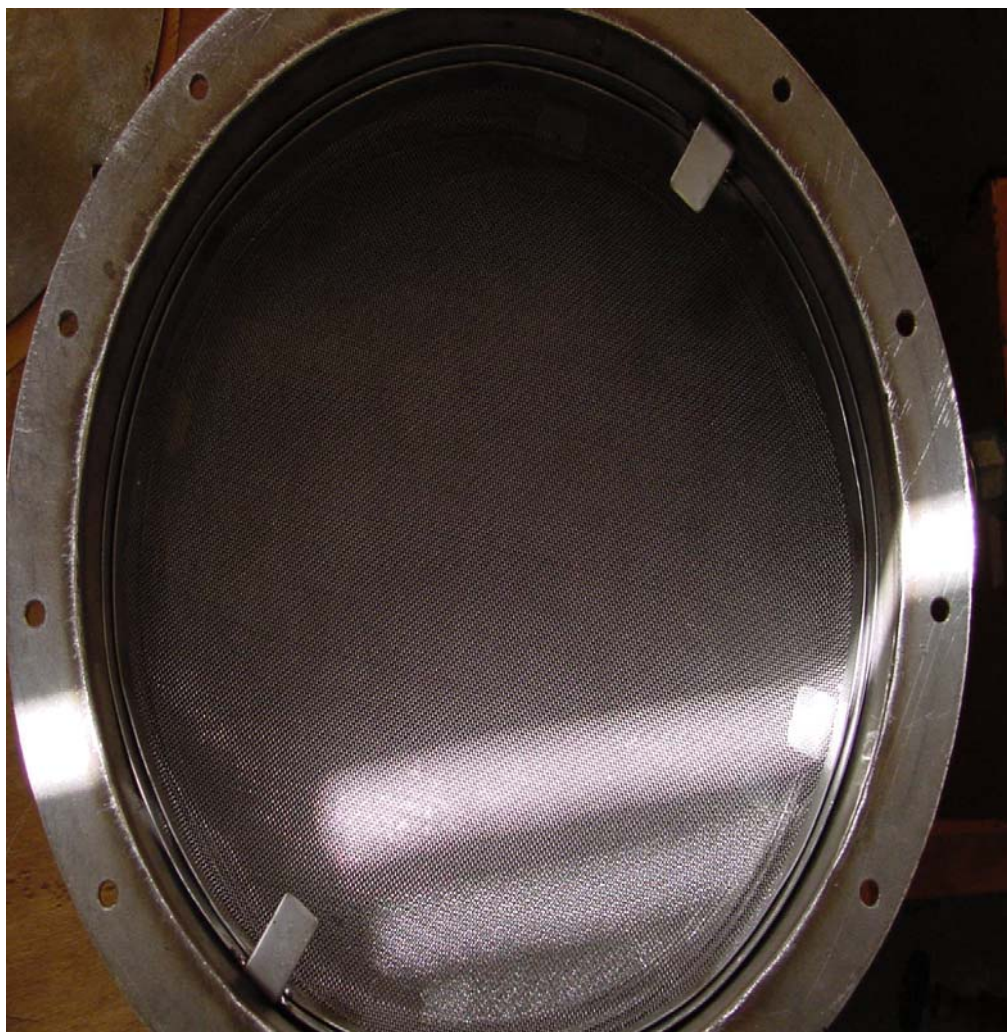


Figura 4.7 – Extrator com as três bandejas.

Na parte superior da câmara de extração tem-se uma tampa, mostrada na Figura 4.8, do mesmo material, que a fecha com 13 parafusos reforçados, para suportar altas pressões. Para garantir a operação do equipamento a diferentes pressões atmosféricas, foi necessário o uso de juntas para evitar o vazamento de vapor. A primeira a ser usada foi de amianto que suportou até  $1,6 \text{ kgf/cm}^2$ ,



substituída por outra de silicone para altas temperaturas que suportou até 2,0 kgf/cm<sup>2</sup>. Por último, foi colocada uma junta de 4 mm de espessura, confeccionada por um material derivado de celulose, usada em motores a diesel para altas pressões, mas, para melhor vedação, foi adicionada outra junta sobreposta, do mesmo material, melhorando a aderência entre a tampa e a câmara, possibilitando operar o equipamento até a pressão 4 kgf/cm<sup>2</sup>.



Figura 4.8 – Tampa e os parafusos da câmara de extração.

Na parte superior da tampa há um manômetro e uma válvula de vapor que alimenta o destilador (acoplada à câmara de extração, através de uma conexão de teflon), mostrada na Figura 4.9. Na base da câmara de extração, está localizada uma válvula, purga, para retirada do vapor condensado, mostrada na Figura 4.10.

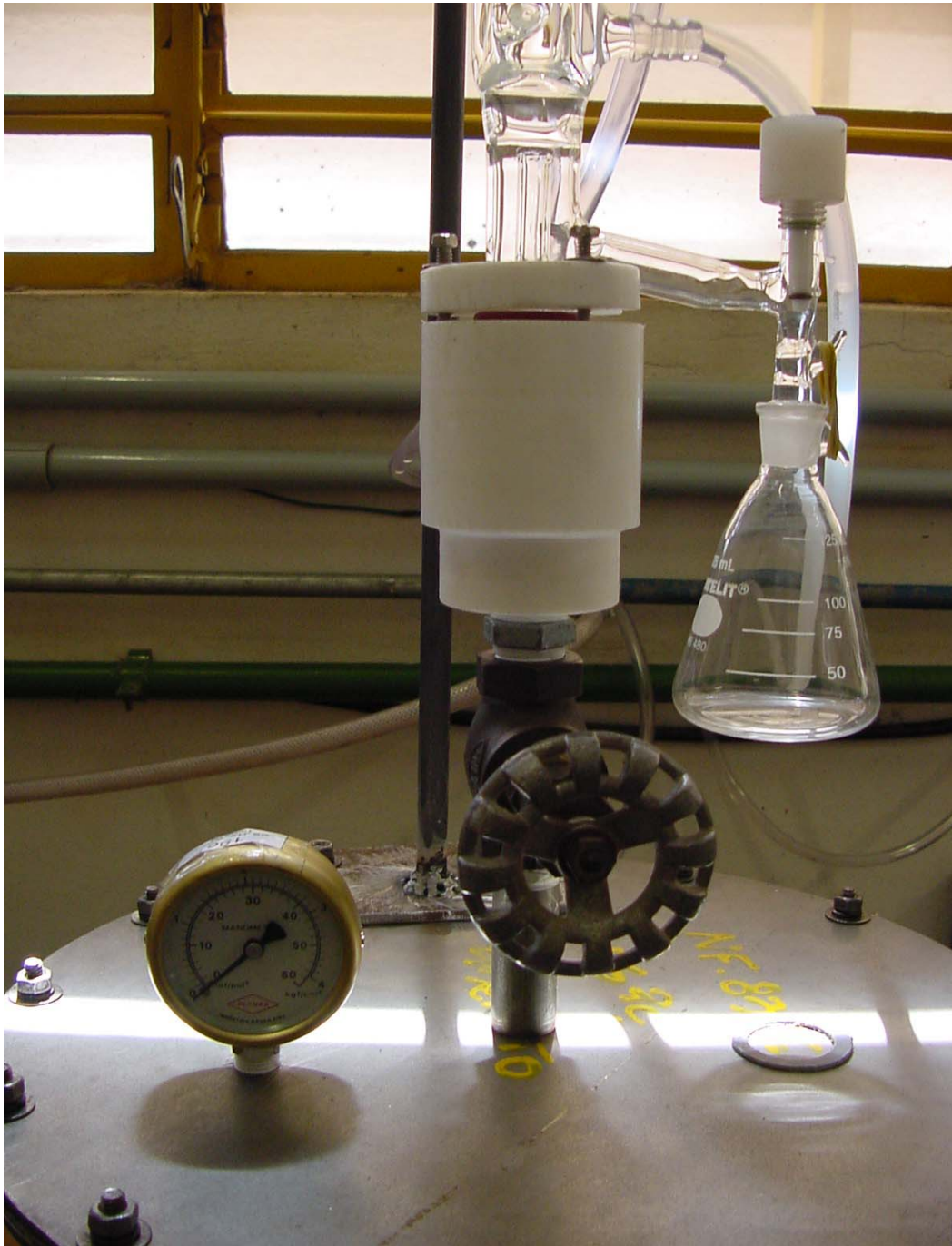


Figura 4.9 – Tampa com manômetro e válvula de vapor.

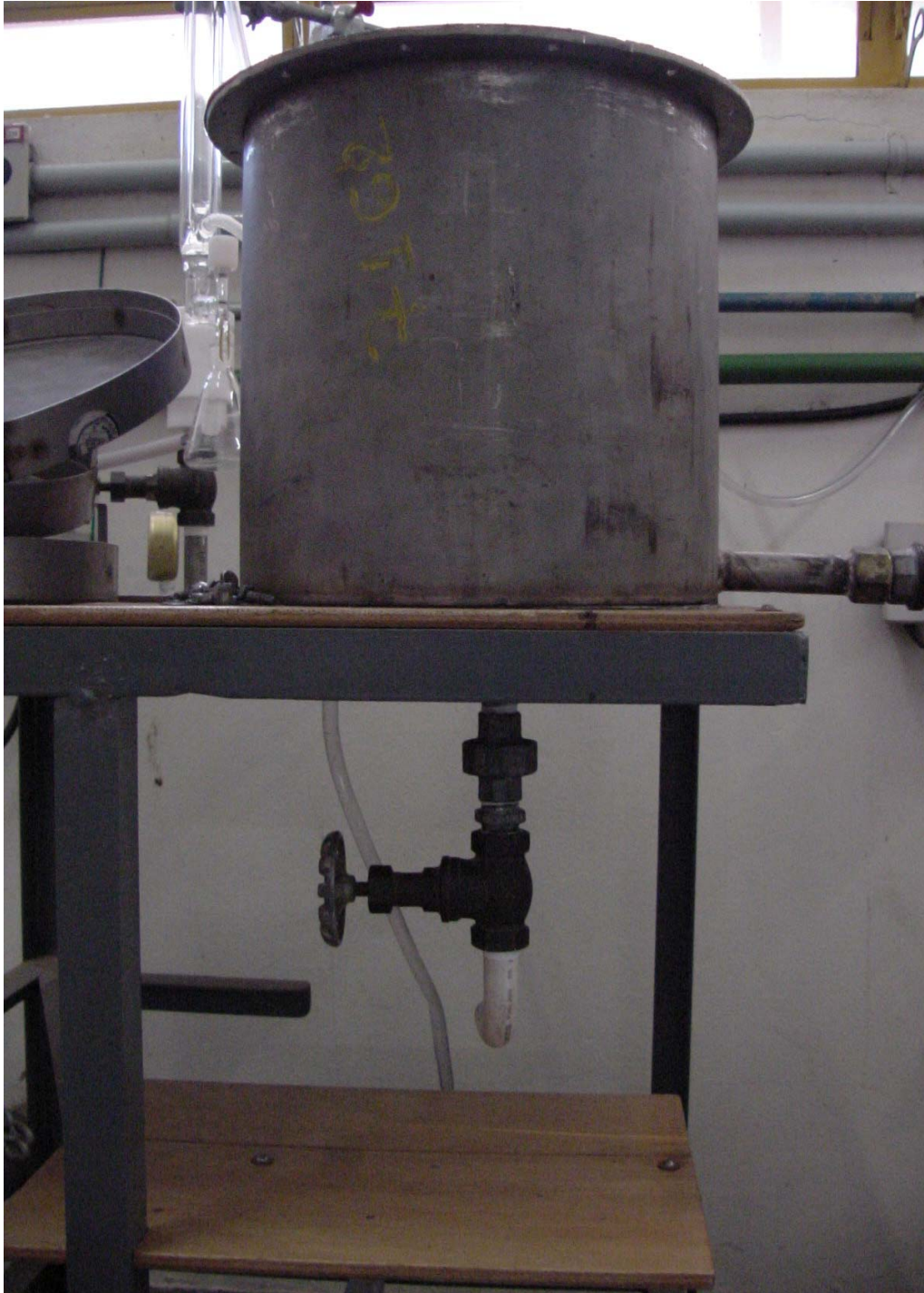


Figura 4.10 – Válvula para retirada do vapor condensado.

Na Figura 4.11 vê-se um desenho esquemático do destilador, todo em vidro, construído com 3 tubos concêntricos de 33,0 cm de comprimento para se obter desempenho semelhante aos convencionais, com tamanho superior. O diâmetro dos tubos, externo, intermediário e interno são de 3,4 cm, 2,04 cm e 1,24 cm, respectivamente. Os tubos, interno e externo, são alimentados com vazão contínua de água para troca de calor com o vapor que passa no tubo intermediário. Uma foto do destilador está apresentada na Figura 4.12.

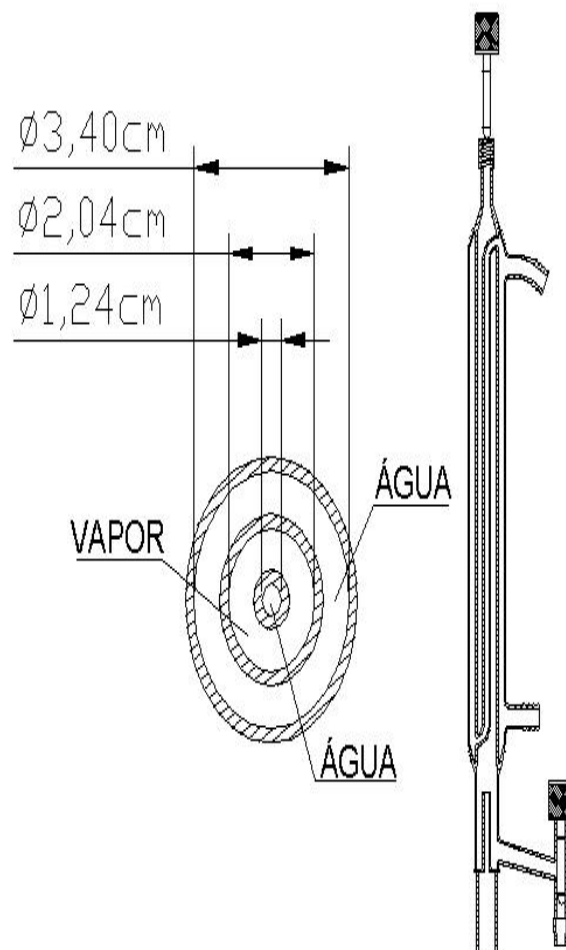


Figura 4.11 – Desenho esquemático do destilador.

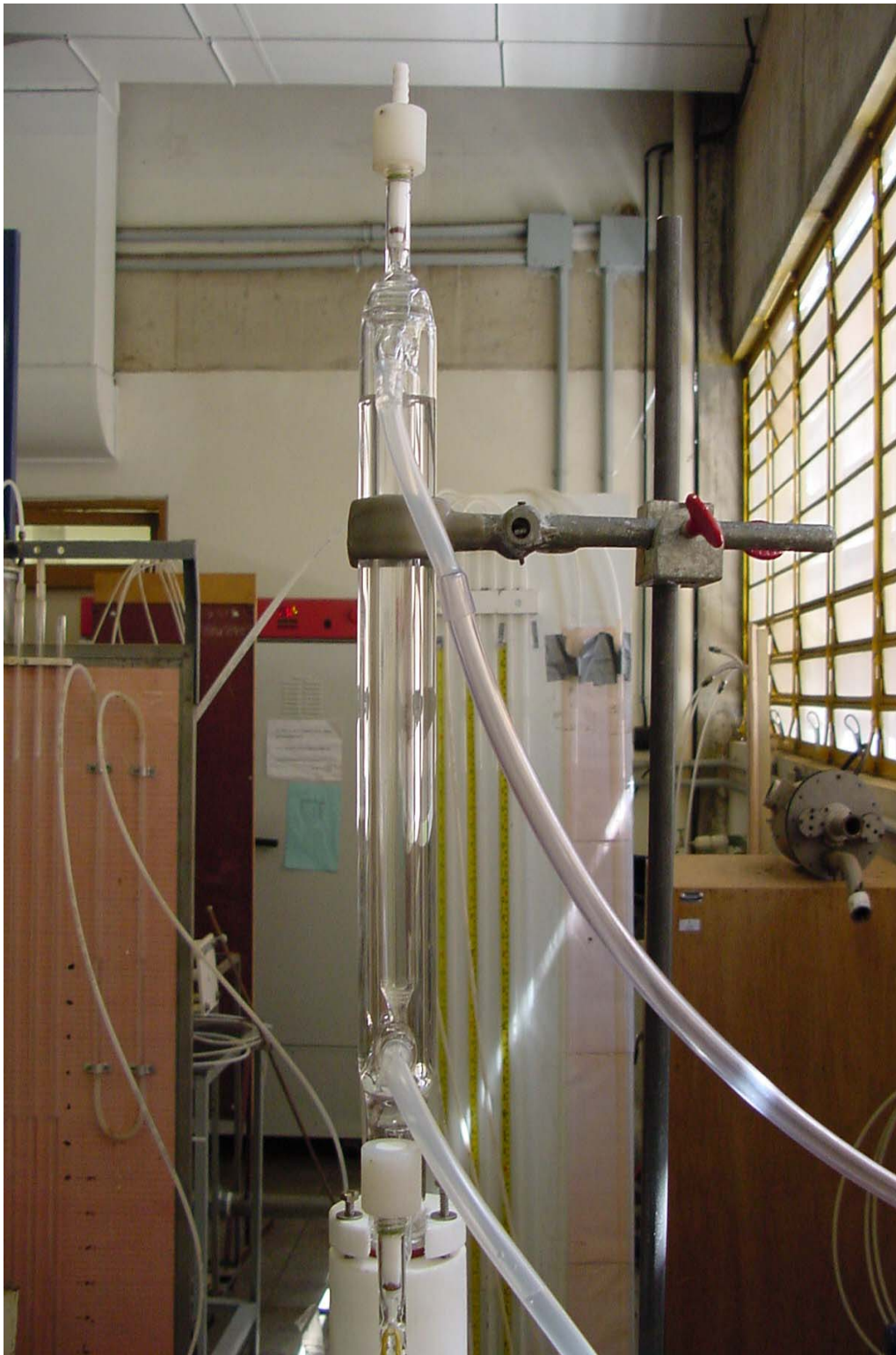


Figura 4.12 – Destilador.

O condensado é liberado após passar por um reservatório que retém o óleo, por diferença de densidade, conseqüentemente, liberando a água em uma válvula que está localizada na base do destilador, mostradas na Figura 4.13.



Figura 4.13 – Reservatório do óleo e válvula.

## 4.2 Extração de Óleo de Gengibre

### 4.2.1 Extração Via Clevenger MA 553

Os resultados da extração no destilador de óleos essenciais Clevenger MA 553 estão mostrados na Tabela 4.1, para 400g de gengibre com densidade de 1,03 g/cm<sup>3</sup> e umidade de 86,23% b.u., em 800ml de água, à temperatura de 98 °C no balão, em 7 horas de extração. A massa de óleo extraída foi de 0,961g correspondendo a um teor de 1,70%.

Tabela 4.1 – Extração do óleo de gengibre no destilador de óleos essenciais Clevenger MA 533.

Massa de gengibre (g)	Volume de água (ml)	Temperatura (°C)	Tempo (h)	Massa de óleo extraído (g)	Teor de óleo (%)
400,00	800,00	98,0	1,0	0,301	0,53
			2,0	0,522	0,92
			3,0	0,645	1,14
			4,0	0,720	1,27
			5,0	0,810	1,43
			6,0	0,880	1,55
			7,0	0,961	1,70

As Figuras 4.14 e 4.15 mostram a quantidade de óleo extraído em função do tempo e a mesma quantidade em função do teor de óleo respectivamente. Da Figura 4.14 observa-se que a quantidade de óleo extraído aumenta com tempo de extração e este é limitado pela quantidade de água (volume do balão), adicionada à amostra, uma vez que este processo é em batelada. Com relação aos resultados

apresentados na Figura 4.15, o comportamento do teor de óleo também é crescente.

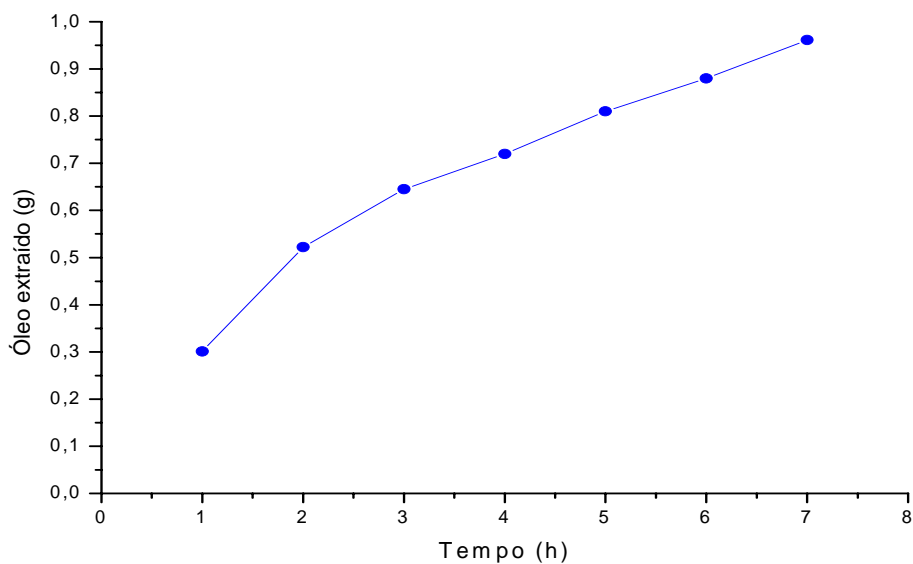


Figura 4.14 – Quantidade de óleo extraído em função do tempo para massa de 400g de gengibre.

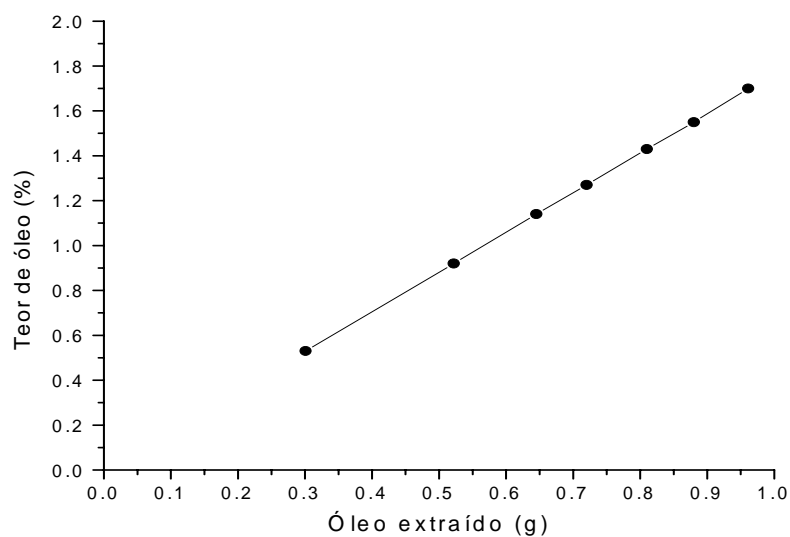


Figura 4.15 – Quantidade de óleo extraído em função do teor de óleo para massa de 400g de gengibre.



#### 4.2.2 Extração Via Equipamento Desenvolvido

Para a extração do óleo de gengibre, a caldeira e a câmara de extração trabalharam nas condições de operação mostradas na Tabela 4.2, com vazão média de destilado de 0,831 l/h e vazão média de água no destilador de 125 l/h.

Tabela 4.2 – Pressão na caldeira, pressão na câmara de extração e temperatura.

<b>Pressão na caldeira (Kgf/cm<sup>2</sup>)</b>	<b>Pressão na câmara (Kgf/cm<sup>2</sup>)</b>	<b>Temperatura na câmara (°C)</b>
1,2	0,4	75,4
	0,8	93,0
	1,2	104,2
2,4	1,6	112,7
	2,0	119,6
	2,4	125,5
3,6	2,8	130,5
	3,2	135,1
	3,6	139,2

Para cada pressão na caldeira foi realizada a extração com diferentes pressões na câmara de extração e os resultados para a massa de óleo extraído e o respectivo teor estão apresentados na Tabela 4.3, cuja extração foi realizada por um tempo de 4 horas com uma massa de 400g colocada em uma única bandeja. Para melhor visualização, a Figura 4.16 mostra estes mesmos resultados, onde se observa que a extração do óleo apresentou um comportamento crescente para as pressões de 1,2 kgf/cm<sup>2</sup> e 2,4 kgf/cm<sup>2</sup> na caldeira, mas, à pressão de 3,6 kgf/cm<sup>2</sup>, também na caldeira, verificou-se que, na câmara de extração com pressão de 3,2 kgf/cm<sup>2</sup>, houve diminuição da quantidade extraída em relação às pressões

menores na caldeira. Essa diminuição da quantidade de óleo extraída foi acompanhada de uma mudança de coloração, verificada visualmente, o que pode ser decorrência da perda das características da amostra. Ainda, nesta figura observa-se que para  $P_{cal} = 1,2 \text{ kgf/cm}^2$ , a massa de óleo extraída aumentou de 0,36g para 0,85g, enquanto para a pressão de  $2,4 \text{ kgf/cm}^2$  a massa foi de 0,40g para 0,99g, correspondendo aos teores de óleo extraído de 1,50 e 1,75% respectivamente (vide Tabela 4.3).

Tabela 4.3 – Extração com uma bandeja e 400g de gengibre em diferentes pressões e temperaturas.

Bandeja	Massa de gengibre (g)	Tempo (h)	$P_{cal}$ (kgf/cm <sup>2</sup> )	$P_{cam}$ (kgf/cm <sup>2</sup> )	$T_{cam}$ (°C)	Massa de óleo extraído (g)	Teor (%)
1	400,00	4,00	1,20	0,40	75,42	0,36	0,64
				0,80	92,99	0,76	1,34
				1,20	104,25	0,85	1,50
			2,40	1,60	112,73	0,40	0,71
				2,00	119,62	0,61	1,08
				2,40	125,46	0,99	1,75
			3,60	2,80	130,55	1,17	2,07
				3,20	135,08	0,73	1,29
				3,60	139,18	1,57	2,77

Na Figura 4.17 pode-se observar o aumento na extração do óleo e no teor, com o acréscimo da temperatura, verificando-se o mesmo comportamento na extração do óleo em função da pressão discutida na Figura 4.16.

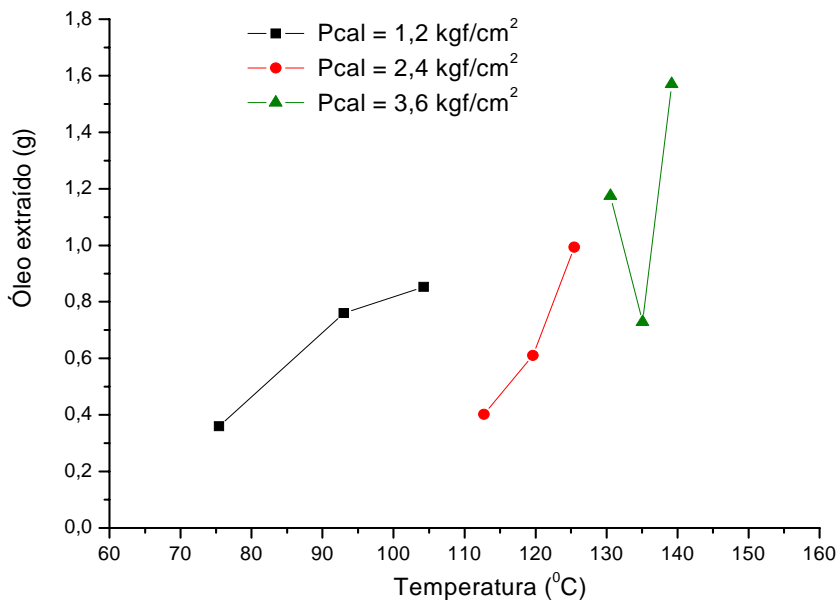


Figura 4.16 – Quantidade de óleo de gengibre extraído em função da temperatura para diferentes pressões na caldeira.

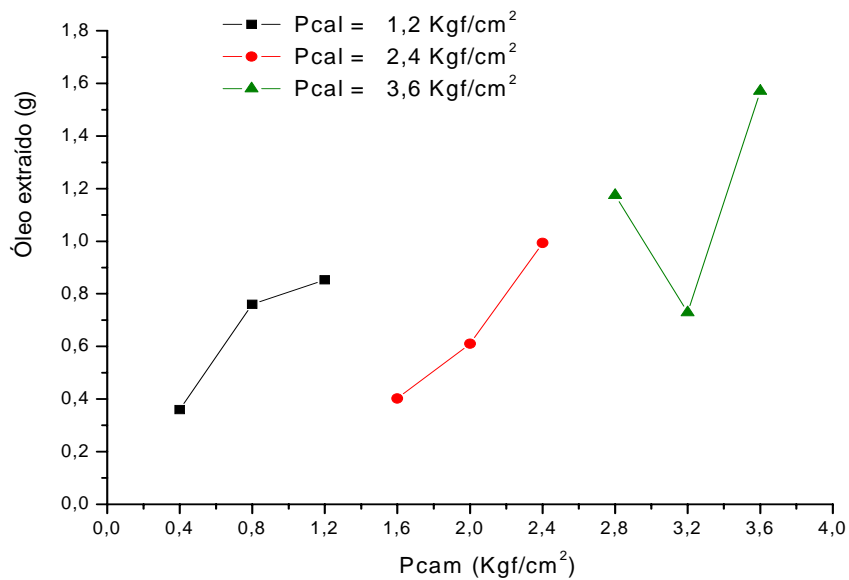


Figura 4.17 – Quantidade de óleo de gengibre extraído em função da pressão na câmara para diferentes pressões na caldeira.

Para a obtenção de mais resultados, usou-se até três bandejas com o equipamento operando nas condições apresentadas na Tabela 4.4.

A análise foi feita sobre o extrator de óleos essenciais em relação ao tempo, sendo que o melhor resultado obtido foi para a extração durante as 4 primeiras horas e, não houve aumento significativo de extração após esse tempo.

A melhor extração de óleo em relação à massa e quantidade de bandejas foi para uma massa total de 400g, distribuídas igualmente em três bandejas (Tabela 4.4).

Tabela 4.4 – Extração do óleo de gengibre com uma, duas e três bandejas.

Número de Bandejas	Massa de gengibre em cada bandeja (g)	Tempo (h)	Pcal (Kgf/cm <sup>2</sup> )	Pcam (Kgf/cm <sup>2</sup> )	Tcam (°C)	Massa de óleo extraído (g)	Teor de óleo (%)
1	200,0	1,0	2,4	1,6	112,73	0,123	0,43
		2,0				0,161	0,57
		3,0				0,175	0,62
		4,0				0,209	0,74
1	400,0	1,0				0,280	0,49
		2,0				0,482	0,85
		3,0				0,560	0,99
		4,0				0,636	1,12
2	200,0	1,0				0,613	1,08
		2,0				0,741	1,31
		3,0				0,754	1,33
		4,0				0,844	1,49
3	133,3	1,0				0,614	1,08
		2,0				0,722	1,27
		3,0				0,903	1,59
		4,0				0,965	1,70

A Tabela 4.5 mostra a quantidade de óleo de gengibre extraído em função da massa de gengibre para uma, duas e três bandejas, com pressão na câmara de  $1,6 \text{ kgf/cm}^2$  e temperatura de  $112,73^\circ\text{C}$ , obtendo-se melhor resultado do teor de óleo extraído para massa de 400g de gengibre, inferindo-se que foi a quantidade de massa que resultou em melhor distribuição e espessura da torta ( $1,0 \pm 0,2 \text{ cm}$ ) dentro das bandejas, e que proporcionou um maior contato do vapor com a amostra.

Tabela 4.5 – Extração do óleo de gengibre com uma, duas e três bandejas em diferentes quantidades de amostras.

Número de Bandejas	Massa de gengibre em cada bandeja (g)	Tempo (h)	Pcal ( $\text{kgf/cm}^2$ )	Pcam ( $\text{kgf/cm}^2$ )	Tcam ( $^\circ\text{C}$ )	Massa de óleo extraído (g)	Teor de óleo (%)
1	200,0	4,0	2,4	1,6	112,73	0,209	0,74
	400,0					0,636	1,12
	600,0					0,927	1,09
	1200,0					1,870	1,10
2	100,0					0,462	1,63
	200,0					1,071	1,89
	300,0					1,563	1,84
	600,0					2,279	1,34
3	66,6					0,374	1,32
	133,3					0,965	1,70
	200,0					1,318	1,55
	400,0					2,518	1,48

A Figura 4.18 mostra a quantidade de óleo de gengibre extraído em função do tempo para massa de 400g de gengibre, distribuído igualmente em duas bandejas com pressão na câmara de  $1,6 \text{ kgf/cm}^2$  e temperatura de  $112,73^\circ\text{C}$ ,

obtendo uma massa de óleo de 0,844g, enquanto que ao se distribuir a massa de gengibre em uma única bandeja, a massa extraída foi de 0,636g. Comparando as quantidades extraídas com uma e duas bandejas, verificou-se que a extração com duas bandejas é 30% superior que a extração com uma bandeja.

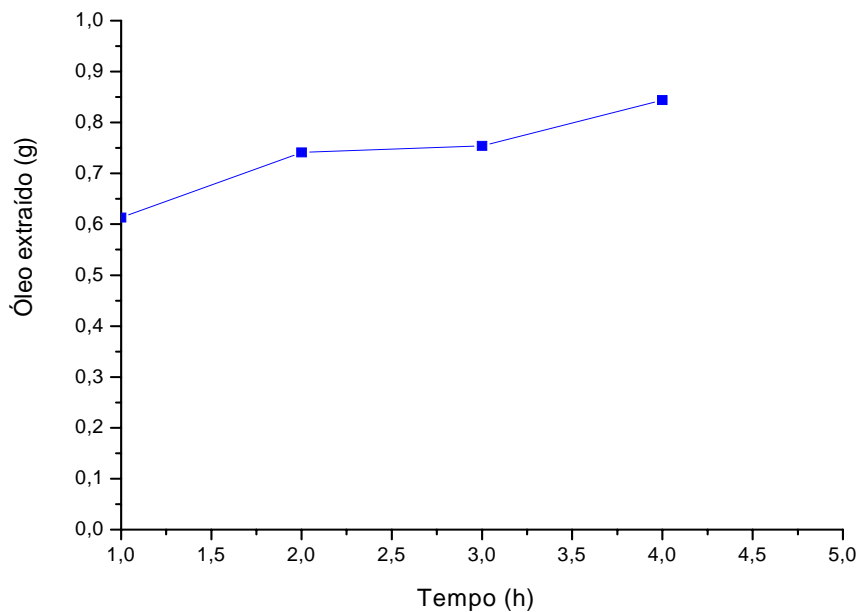


Figura 4.18 – Quantidade de óleo extraído em função do tempo para uma massa de 400g de gengibre em duas bandejas.

A Figura 4.19 mostra a quantidade de óleo de gengibre extraído em função do tempo nas mesmas condições do que com uma e duas bandejas, obtendo uma massa de óleo de 0,965g, enquanto que ao se distribuir a massa de gengibre igualmente em duas bandejas, a massa extraída foi de 0,844g. Comparando as quantidades extraídas com duas e três bandejas, verificou-se que a extração com três bandejas é 14% superior que a extração com duas bandejas; nas mesmas condições operacionais.

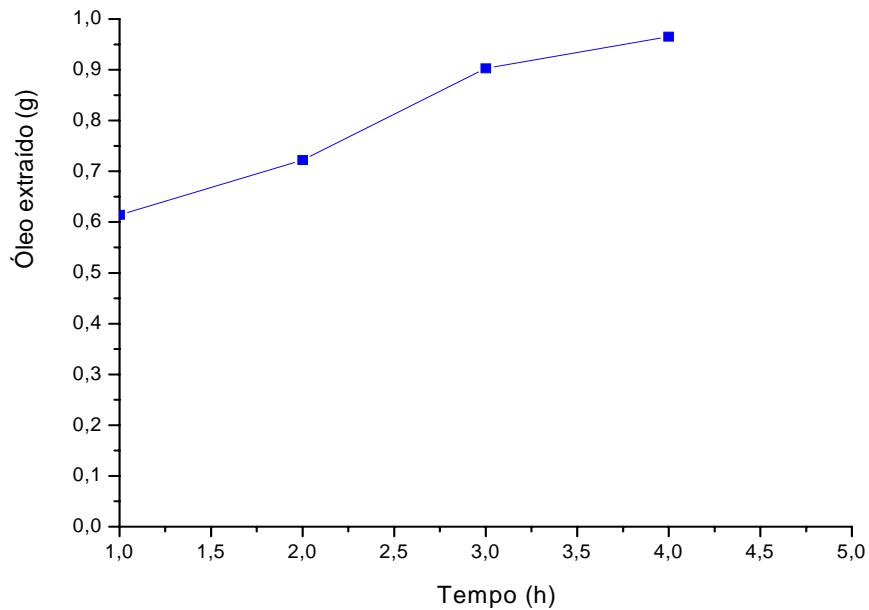


Figura 4.19 – Quantidade de óleo extraído em função do tempo para uma massa de 400g de gengibre em três bandejas.

Nas figuras anteriores foram apresentados os resultados da extração com relação à quantidade de bandejas no extrator, e, para uma melhor análise, estes foram sobrepostos e estão mostrados na Figura 4.20. Os resultados das extrações com uma, duas e três bandejas, mostram que o melhor resultado foi para a extração com três bandejas por haver maior contato do gengibre com o vapor e, conseqüentemente, maior arraste de óleos essenciais. A figura também mostra maior extração de óleo no extrator com duas e três bandejas em relação ao Clevenger, mas com uma bandeja a extração é menor, com relação ao tempo, o extrator apresenta uma diminuição de 3 horas de extração em relação ao Clevenger (Tabelas 4.1 e 4.3).

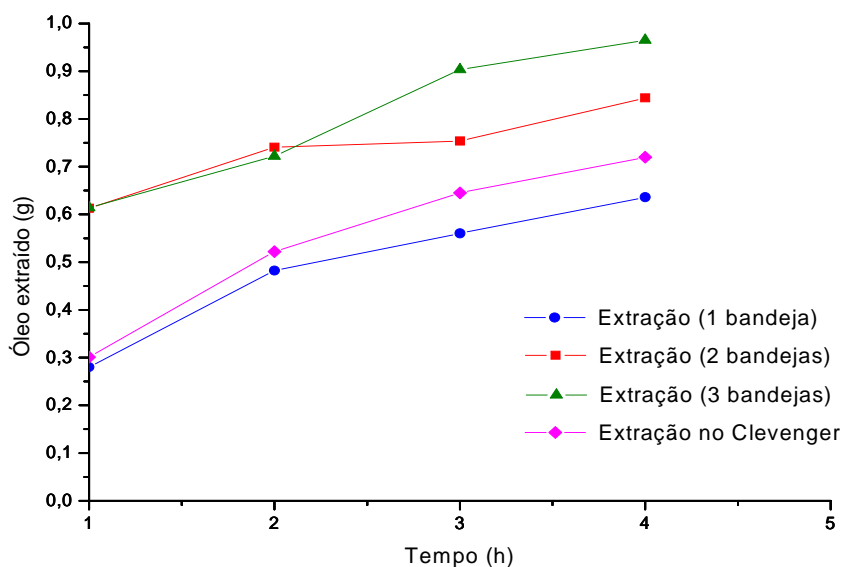


Figura 4.20 – Quantidade de óleo extraído em função do tempo para massa de 400g de gengibre em uma, duas e três bandejas e também no Clevenger.

Com estes resultados ficou evidenciado que operar o equipamento dividindo a amostra nas 3 bandejas permite uma maior extração de óleo, o que era de se esperar, uma vez que a área de contato entre a amostra e o vapor ficou aumentada, promovendo uma maior extração.

### 4.3 Caracterização da Matéria-Prima

Para a caracterização do gengibre foram feitas as seguintes análises: densidade aparente, calor específico, viscosidade do óleo essencial e conteúdo de umidade; e para o óleo extraído: densidade aparente, calor específico, viscosidade, identificação dos grupos funcionais e teor de óleos essenciais.



#### 4.3.1 Densidade Aparente

A densidade aparente do rizoma do gengibre foi determinada para todos os lotes de amostras, adquiridos no mercado local, obtendo a densidade média aparente de  $1,04 \pm 0,03 \text{ g/cm}^3$  e, para o óleo extraído do mesmo, foi calculado na  $P_{cal} = 2,4 \text{ kgf/cm}^2$  e  $P_{cam} = 1,2$  a  $2,0 \text{ kgf/cm}^2$  com intervalo de  $0,4 \text{ kgf/cm}^2$ , assim, obtida a densidade aparente média do óleo de  $0,855 \pm 0,035 \text{ g/cm}^3$ . Todos os resultados encontram-se nas faixas descritas por Franco (1992), Bender (1982) e Ishimura *et al.* (1988).

#### 4.3.2 Calor Específico

A calorimetria diferencial de varredura (DSC) realizou análise em diferentes amostras. A Figura 4.21 apresenta os resultados de milivoltagem (mV) em função da temperatura, para as amostras de gengibre analisadas em atmosfera de ar: *in natura*, seco, bagaço seco, bagaço e óleo de gengibre. O gengibre seco foi obtido em estufa a  $105^{\circ}\text{C}$  por um período de 24 h. O bagaço é a massa de gengibre resultante da extração do óleo e que também foi seco em estufa. Todas mostraram picos de oxidação, exceto a amostra do bagaço. Já para o pico de fusão, apenas as amostras *in natura* e o bagaço, os apresentam sendo que os picos de fusões são endotérmicos e os picos de oxidações são exotérmicos.

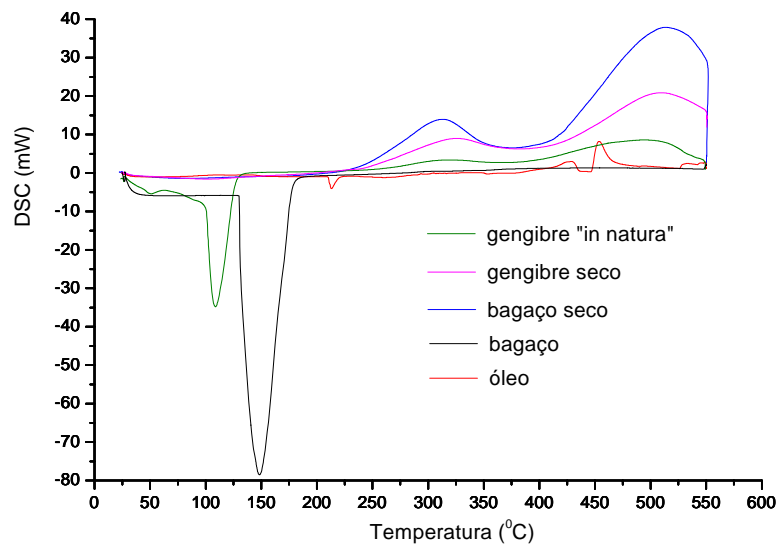


Figura 4.21 – Análise da calorimetria diferencial de varredura (DSC) para diferentes amostras.

A análise da calorimetria diferencial de varredura (DSC), com atmosfera de ar e  $N_2$ , mostrado na Figura 4.22 indicaram pico de fusão ( $\cong 220^\circ C$ ) e oxidação ( $\cong 450^\circ C$ ) acentuado para atmosfera de ar. Na atmosfera com  $N_2$  mostrou picos baixos de umidade ( $\cong 250^\circ C$ ) e oxidação ( $\cong 430^\circ C$ ), identificando assim traços de água, carboidratos, fibras e proteínas.

A Figura 4.23 mostra os resultados para o óleo de gengibre exposto à luz durante 24 horas e não exposto à luz, armazenado em recipiente recoberto com papel alumínio, durante 24 horas, onde podem ser observados picos de umidade ( $\cong 140^\circ C$ ) e oxidação (no intervalo de  $\cong 370^\circ C$  a  $\cong 460^\circ C$ ) na mesma faixa de temperatura, apresentando o mesmo comportamento, mas com intensidade em mV diferentes, o que indica interferência da luz sobre o óleo do gengibre que foi exposto à mesma.

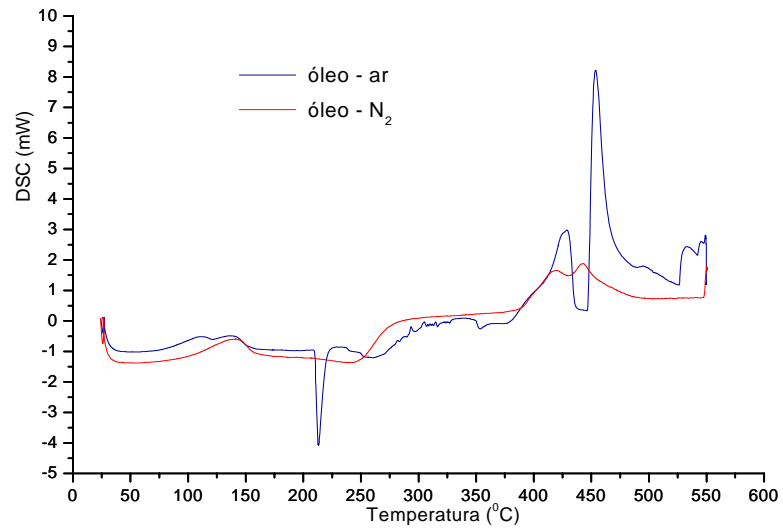


Figura 4.22 – Análise da calorimetria diferencial de varredura (DSC) para o óleo em atmosfera de ar e N<sub>2</sub>.

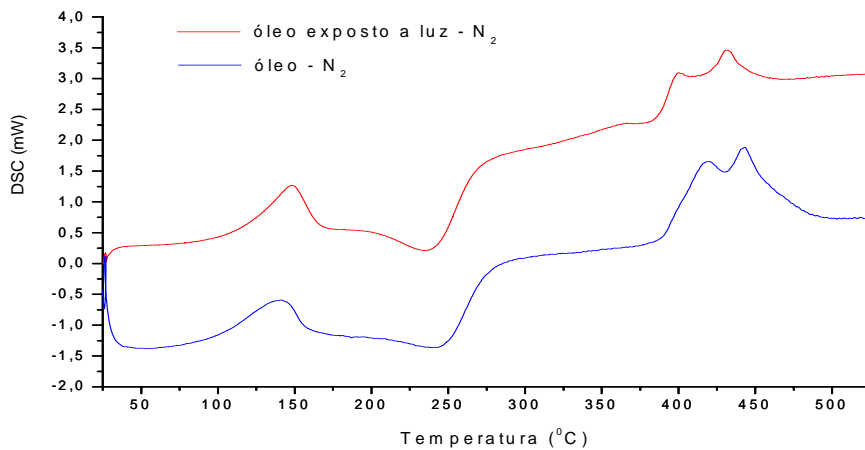


Figura 4.23 – Análise da calorimetria diferencial de varredura (DSC) para o óleo de gengibre exposto e não exposto à luz.

A Tabela 4.6 apresenta valores de calor específico ( $C_p$ ) em função da temperatura para as seguintes amostras de gengibre *in natura* e o bagaço seco e também para o óleo. Em destaque está o calor específico na temperatura de 27,38°C que está de acordo com os valores encontrados na literatura (MSPC, 2006).

Tabela 4.6 – Calor específico do gengibre *in natura*, bagaço seco e óleo em função da temperatura.

Temperatura (°C)	Calor específico do gengibre <i>in natura</i> (J/g.k)	Calor específico do bagaço seco (J/g.k)	Calor específico do óleo de gengibre (J/g.k)
<b>27,38</b>	<b>1,0190</b>	<b>0,6031</b>	<b>0,3912</b>
64,36	0,3559	0,2491	0,5344
143,6	0,1312	0,1033	1,4830
190,1	0,4964	0,4810	0,4277
265,6	1,1890	1,0210	1,1960
513,2	1,5420	1,8090	2,3790
534,0	1,3090	1,5090	1,7680
548,9	1,0510	1,4480	2,0710

A Figura 4.24 mostra os gráficos sobrepostos para melhor comparação do calor específico das amostras, não apresentando nenhuma diferença brusca, exceto no intervalo de 303°C a 313°C.

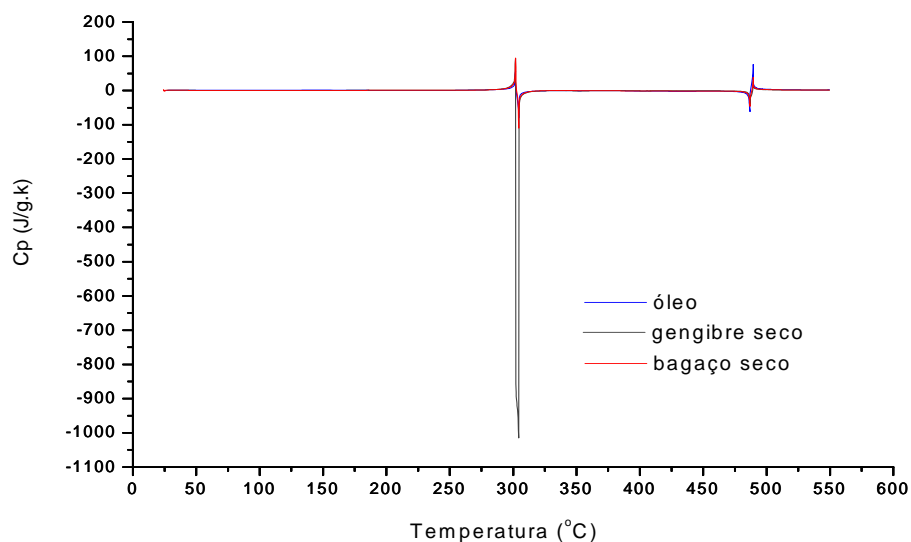


Figura 4.24 – Calor específico em função da temperatura para diferentes amostras.

### 4.3.3 Viscosidade do Óleo Essencial

A viscosidade do óleo de gengibre foi de  $0,004 \pm 0,0005$  kg/m.s na temperatura de  $23,8^\circ\text{C}$ , esse valor representa a média entre todas as medidas feitas. Valor que está dentro dos parâmetros encontrados na literatura para os óleos essenciais.

### 4.3.4 Conteúdo de Umidade

O conteúdo de umidade média do rizoma do gengibre foi de  $85,83 \pm 3\%$  b.u., esse valor representa a média entre todas as medidas feitas, para cada vez que a matéria-prima era adquirida.

### 4.3.5 Identificação dos Grupos Funcionais

Nas Figuras 4.25 a 4.29, são apresentados os espectros de infravermelho dos óleos extraídos em diferentes condições experimentais: na Figura 4.25 tem-se os resultados da extração feita com o tempo de 2 horas no extrator projetado; na Figura 4.26 para o tempo de 4 horas no mesmo extrator; na Figura 4.27 para o gengibre que foi pré-tratado osmoticamente com sacarose a 50% em massa, durante 4 horas, e na Figura 4.28 para a extração feita no destilador Clevenger com o tempo de 4 horas. Todas as amostras analisadas não foram expostas à luz.

Para completar a análise foi feita também a extração do óleo no equipamento projetado, por um período de 4 horas e o mesmo foi exposto à luz por 3 semanas e os resultados estão mostrados na Figura 4.29.

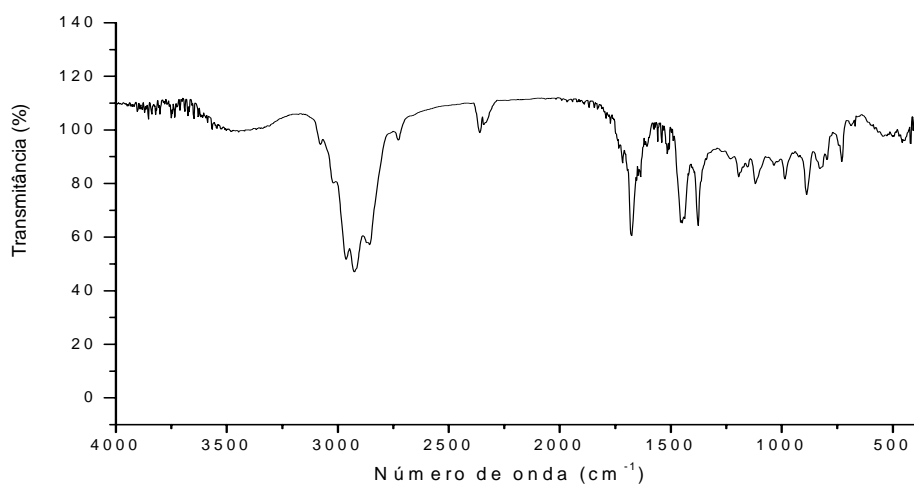


Figura 4.25 – Espectro de infravermelho do óleo extraído de 400g do gengibre no tempo de 2 horas a  $P_{cam}=1,6 \text{ kgf/cm}^2$  e  $T_{cam}=112,73^\circ\text{C}$ .

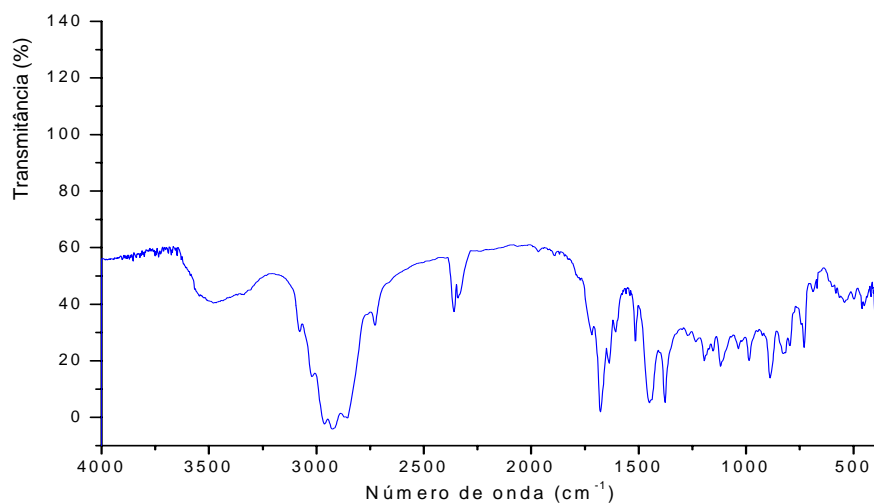


Figura 4.26 – Espectro de infravermelho do óleo extraído de 400g do gengibre no tempo de 4 horas a  $P_{cam}=1,6 \text{ kgf/cm}^2$  e  $T_{cam}=112,73^\circ\text{C}$ .

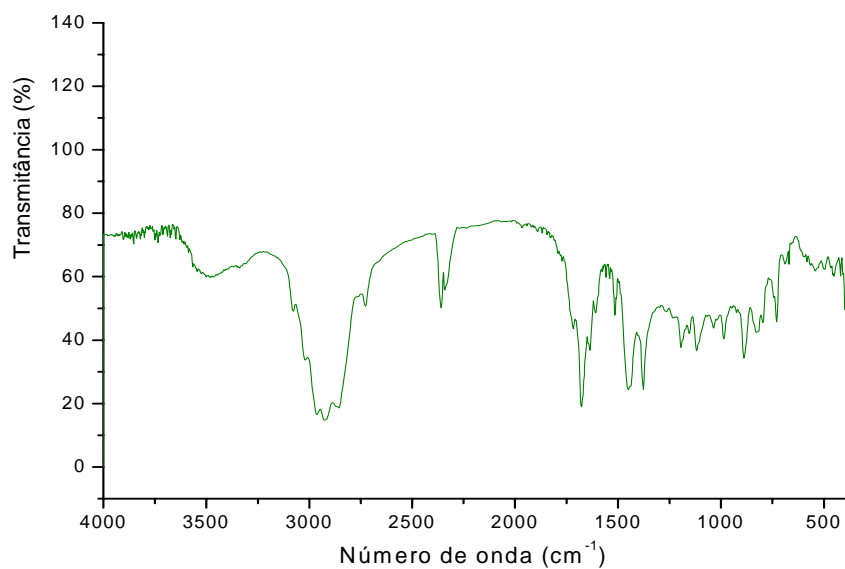


Figura 4.27 – Espectro de infravermelho do óleo extraído de 400g de gengibre (pré-tratado osmoticamente) no tempo de 4 horas  $P_{cam}=1,6 \text{ kgf/cm}^2$  e  $T_{cam}=112,73^\circ\text{C}$ .

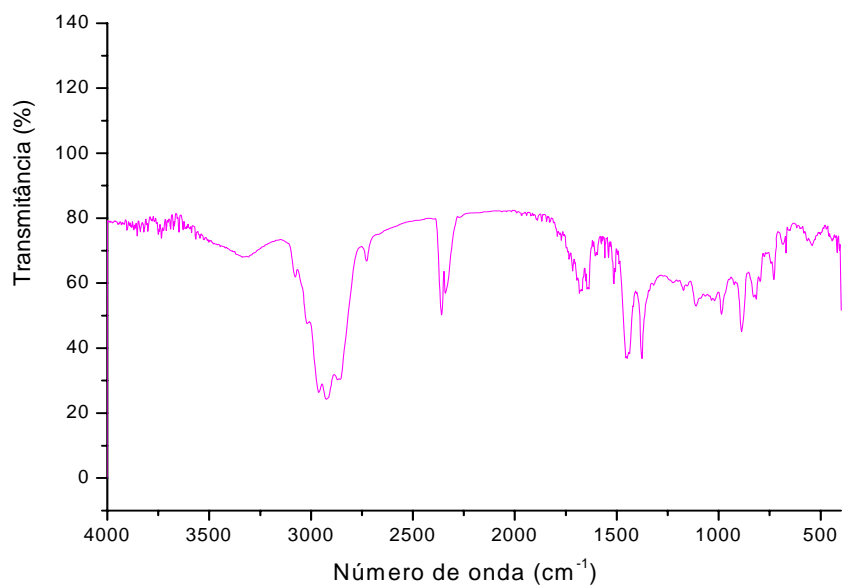


Figura 4.28 – Espectro de infravermelho do óleo extraído de 400g de gengibre no Cleveger com tempo de 4 horas à temperatura de 98°C.

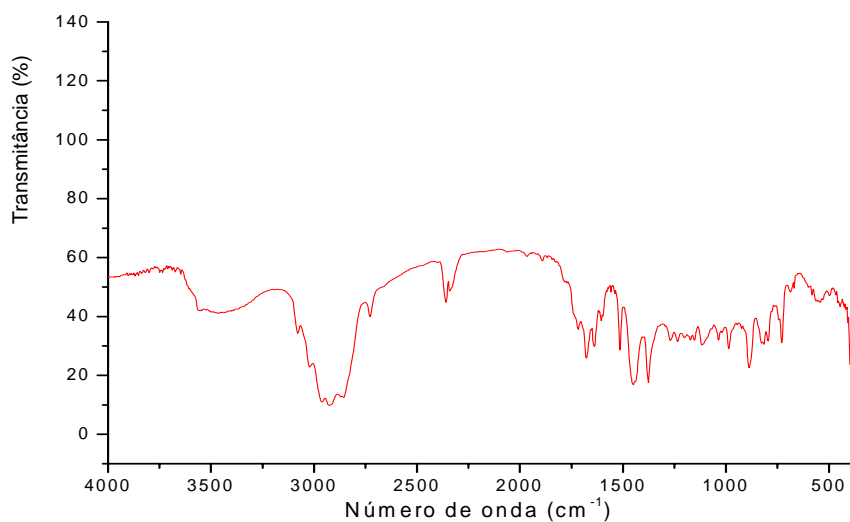


Figura 4.29 – Espectro de infravermelho do óleo (exposto à luz), extraído de 400g de gengibre a  $P_{cam}=1,6 \text{ kgf/cm}^2$  e  $T_{cam}=112,73^\circ\text{C}$ .



Os espectros estão visualizados em bandas de absorções para facilitar a visualização dos grupos funcionais. Na faixa entre 2720-2820  $\text{cm}^{-1}$  são observados os aldeídos; os álcoois estão na faixa de 3200-3400  $\text{cm}^{-1}$  e os hidrocarbonetos em diversas faixas de 670-1675  $\text{cm}^{-1}$ , resultados esses que estão de acordo com os apresentados no Quadro 4.1, que mostra as faixas de absorção das principais substâncias do óleo de gengibre extraído de diversas amostras para identificar os principais constituintes.

Quadro 4.1 – Faixa de absorções das ligações em moléculas orgânicas (Wikipedia, 2006).

Ligação	Tipo de ligação	Tipo específico de ligação	Faixa de absorção e intensidade
C-H	alquil	Metil	1380 $\text{cm}^{-1}$ (fraca), 1460 $\text{cm}^{-1}$ (forte) e 2870, 2960 $\text{cm}^{-1}$ (ambas médias a fortes)
		Metileno	1470 $\text{cm}^{-1}$ (forte) e 2850, 2925 $\text{cm}^{-1}$ (ambas de médias a forte)
	vinil	C=CH <sub>2</sub>	900 $\text{cm}^{-1}$ (forte) and 2975, 3080 $\text{cm}^{-1}$ (média)
		alcenos monossubstituídos	900, 990 $\text{cm}^{-1}$ (ambas fortes)
		alcenos cis-dissubstituídos	670-700 $\text{cm}^{-1}$ (forte)
		alcenos cis-dissubstituídos	965 $\text{cm}^{-1}$ (forte)
		alcenos trissubstituídos	800-840 $\text{cm}^{-1}$ (de média a forte)
	aromática	benzeno	3070 $\text{cm}^{-1}$ (fraca)
		benzeno monossubstituído	700-750 $\text{cm}^{-1}$ (forte) e 700±10 $\text{cm}^{-1}$ (forte)
		benzeno orto-dissubstituído	750 $\text{cm}^{-1}$ (forte)

Quadro 4.1 (continuação)

		<b>benzeno meta-dissubstituído</b>	<b>750-800 cm<sup>-1</sup> (forte) e 860-900 cm<sup>-1</sup> (forte)</b>
		<b>benzeno para-dissubstituído</b>	<b>800-860 cm<sup>-1</sup> (forte)</b>
	<b>alcinos</b>		<b>3300 cm<sup>-1</sup> (média)</b>
	<b>aldeídos</b>		<b>2720, 2820 cm<sup>-1</sup> (média)</b>
<b>C-C</b>	<b>C-C acíclico</b>	<b>alcenos monossubstituídos</b>	<b>1645 cm<sup>-1</sup> (média)</b>
		<b>alcenos 1,1-dissubstituídos</b>	<b>1655 cm<sup>-1</sup> (média)</b>
		<b>alcenos trans-1,2-dissubstituídos</b>	<b>1675 cm<sup>-1</sup> (média)</b>
		<b>alcenos tri e tetrasubstituídos</b>	<b>1670 cm<sup>-1</sup> (fraca)</b>
	<b>C-C conjugado</b>	<b>Dienos</b>	<b>1600, 1650 cm<sup>-1</sup> (forte)</b>
		<b>com anéis benzênicos</b>	<b>1625 cm<sup>-1</sup> (forte)</b>
		<b>com C=O</b>	<b>1600 cm<sup>-1</sup> (forte)</b>
	<b>C=C aromático</b>		<b>1450, 1500, 1580, 1600 cm<sup>-1</sup> (de fraca a forte) - sempre todas as 4!</b>
<b>O-H</b>	<b>álcoois, fenóis</b>		<b>3610-3670 cm<sup>-1</sup></b>

Os espectros de infravermelhos foram sobrepostos para facilitar a visualização das bandas de absorções de grupos funcionais em diferentes amostras de óleo de gengibre e estão mostrados na Figura 4.30. Os resultados obtidos demonstram que não houve diferença na composição do óleo e que os intervalos de intensidade de ondas são semelhantes em todas as análises. No entanto houve uma diferença na transmitância em função da quantidade de amostra analisada.

O método analisou diferentes amostras do óleo de gengibre extraído mostrando os mesmos picos de intensidades de ondas, o que indica não haver interferência nas propriedades do óleo para os diferentes tipos de extração.

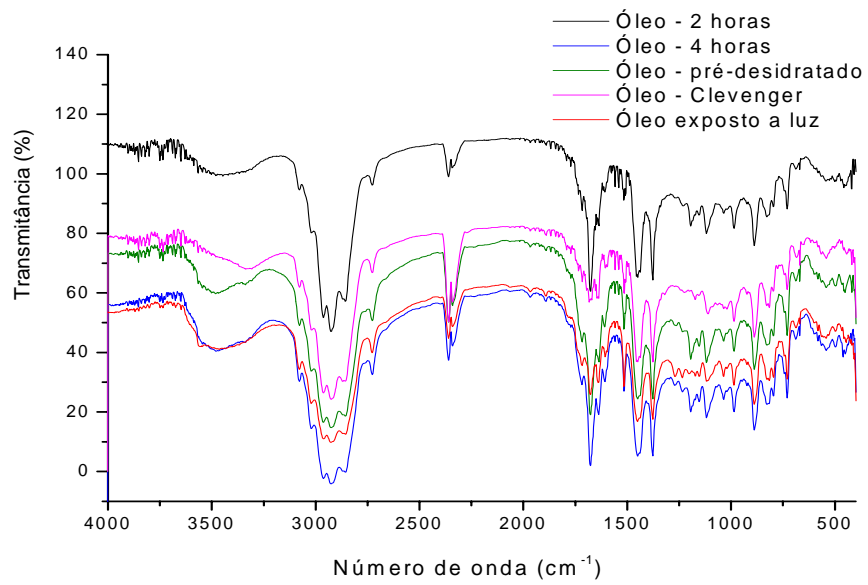


Figura 4.30 – Espectro de infravermelho do óleo extraído para diferentes amostras.

## 5 CONCLUSÃO

A partir dos resultados analisados foi possível tirar conclusões sobre: o equipamento desenvolvido, os resultados da extração e a comparação com os resultados obtidos com o Clevenger e também da caracterização do gengibre e do óleo extraído.

### - Equipamento

O equipamento operou nas seguintes condições:

- pressão na caldeira – 1,2 kgf/cm<sup>2</sup> a 3,6 kgf/cm<sup>2</sup>;
- pressão na câmara de extração - 0,4 kgf/cm<sup>2</sup> a 3,6 kgf/cm<sup>2</sup>;
- temperatura: 75°C a 140°C;
- vazão média de destilado em 0,831 l/h;
- vazão média de água no destilador de 125 l/h;
- número de bandejas – uma, duas e três e
- massa de gengibre – 200g, 400g, 600g e 1200g.

### - Extração

- Para cada pressão da caldeira, foi realizada a extração em diferentes pressões na câmara de extração e a massa de óleo extraída, em geral, aumentou com o aumento da pressão.

- Na obtenção dos resultados, usou-se até três bandejas, obtendo-se o melhor resultado na extração com três bandejas e massa de 400g de gengibre, por ter espessura da torta de  $1,0 \text{ cm} \pm 0,2$ , facilitando, dessa forma, a passagem do vapor entre o gengibre, conseqüentemente tendo maior área de contato com o vapor.

#### - Comparação

- Na comparação entre o extrator projetado e o Clevenger, projetado extraiu mais óleos nas mesmas condições e com 3 horas a menos de operação, podendo, ainda, manipular-se a pressão e temperatura.

#### - Caracterização

- A densidade média aparente do rizoma do gengibre é de  $1,04 \pm 0,03 \text{ g/cm}^3$  e, para o óleo extraído do mesmo à  $P_{cal}$  de  $2,4 \text{ kgf/cm}^2$  e  $P_{cam}$  de 1,2 a 2,0  $\text{kgf/cm}^2$ , com intervalo de  $0,4 \text{ kgf/cm}^2$ , é de  $0,855 \pm 0,035 \text{ g/cm}^3$ .
- O calor específico calculado à temperatura de  $27,38^\circ\text{C}$  é para o gengibre *in natura* de  $1,0190 \text{ J/g.k}$ , para o bagaço de  $0,6031 \text{ J/g.k}$  e para o óleo de gengibre de  $0,3912 \text{ J/g.k}$ .
- A viscosidade do óleo de gengibre é de  $0,004 \pm 0,0005 \text{ kg/m.s}$  à temperatura de  $23,8^\circ\text{C}$ .
- O conteúdo de umidade média do rizoma do gengibre é  $85,83 \pm 3 \%$  b.u..

- Na identificação dos grupos funcionais, através do espectro de infravermelho, observou-se os aldeídos na faixa de 2720-2820  $\text{cm}^{-1}$ , os álcoois na faixa de 3200-3400  $\text{cm}^{-1}$  e os hidrocarbonetos na faixa de 670-1675  $\text{cm}^{-1}$ .

A importância e relevância da biodiversidade de matéria-prima encontrada no Brasil, motivaram o desenvolvimento e operação de um extrator de óleos essenciais que possibilitou o manuseio de grandezas físicas como a pressão e temperatura por um custo mais baixo de construção e de operação comparado com outros extratores nessas condições possibilitando também a extração sem o uso de solventes que podem contaminar o óleo.

No decorrer deste trabalho houve algumas dificuldades como por exemplo de recursos financeiros e de adequação do equipamento projetado e construído nas condições de operação, mas, mesmo com esses obstáculos foi possível obter resultados, extraíndo óleo de gengibre.

## **6 SUGESTÕES**

- Construir uma tampa com formato cônico para a câmara de extração o que deve possibilitar melhor fluxo do vapor para o destilador.
- Realizar a extração usando outros vegetais.
- Estudar as características do leito, como espessura, porosidade e permeabilidade.
- Construir um destilador com um material diferente de vidraria, por exemplo, aço inox, com maior capacidade de troca térmica.

## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- ANVISA Disponível na internet ([www.anvisa.gov.br](http://www.anvisa.gov.br) - Resolução RDC no. 17 de 21 de fevereiro de 2000, acesso em dezembro de 2006).
- ATKINS, P. W. (1990), *Physical Chemistry*. Oxford University Press, 5<sup>th</sup> Edition.
- BEEK, T. A. V.; POSTHUMUS, M.A.; GERRIT, P. L.; PHIET, H.V.; Yen, B.T. (1987), Investigation of the essential oil of Vietnamese ginger. *Phytochemistry*; v. 26(11) p. 3005-3010.
- BENDER, E.(1982), *Dicionário de nutrição e tecnologia de alimentos*, ed. Livraria Rocca, São Paulo, 85p.
- BERNA, A.; TÁRREGA, A.; BLASCO, M.; SUBIRATS, S. (2000), Supercritical CO<sub>2</sub> extraction of essential oil from orange pell; effect of the height of the bed. *Journal of Supercritical Fluids* 18; p. 227-237.
- BRAGA, N. P. e CREMASCO, M. A. (2003), Estudo do Tempo de Secagem das Folhas da Decomposição do Óleo Essencial de *Eucalyptus citriodora*. Anais do 30<sup>o</sup>. Congresso Brasileiro de Sistemas Particulados (ENEMP), São Carlos – SP. (in CD-Rom).
- BRAGA, N. P.; BRITO, J. O. ; CREMASCO, M. A. (2001), Estudo do efeito da temperatura na composição do óleo essencial de *Eucalyptus citriodora* durante a secagem em leito fixo. In: XXIX Congresso Brasileiro de Sistemas Particulados, São João Del Rey. Anais.
- ESCRITA e ARTE (2005), Disponível na Internet: (<http://www.jardimdeflores.com.br>. Acesso em agosto de 2005).
- EXTRAÇÃO DE ÓLEOS ESSENCIAIS (2005), Disponível na internet: (<http://pensologosou.no.sapo.pt/etnobotanica/oleosessenciais.htm>. Acesso em agosto de 2005 e outubro de 2006).
- FERNANDES, J. B.; DAVID, V.; FACCHINI, P. H.; SILVA, M. F. G. F.; RODRIGUES, E.; VIEIRA, P. V. (2002), Extrações de óleos de sementes de citros e suas atividades sobre a formiga cortadeira *Atta sexdens* e seu fungo simbionte. *Química Nova*, vol. 25, No. 6B pp. 1091-1095.
- FRANCO, G. (1992), *Tabela de composição química dos alimentos*. São Paulo, Atheneu, 160p.
- GOUVEIA, J. P. G. (1999), Avaliação da cinética de secagem do gengibre (*zingiber officinale*, Roscoe) em um secador de leito fixo. Campinas: Departamento de Engenharia de Alimentos da Faculdade de Engenharia de Alimentos. (Tese de Doutorado).



- ISHIMURA, I.; SUGUINOTITA, L. N.; PENTEADO, L. A. C. (1988), Informações sobre cultura do gengibre. São Paulo, CATI.
- JORNAL DA UNICAMP (2003), Disponível na internet: [http://www.unicamp.br/unicamp/unicamp\\_hoje/ju/agosto2003/ju226pg09.html](http://www.unicamp.br/unicamp/unicamp_hoje/ju/agosto2003/ju226pg09.html). Acesso em 15 de outubro de 2005.
- KUNITA, M.H. (2005), Enxertia de metacrilato de glicidila em filmes poliméricos por processo com fluidos supercríticos. Maringá: Departamento de Química da Universidade Estadual de Maringá. (Tese de Doutorado).
- MARRONE, C., POLETTO, M., REVERCHON, E., STASSI, A. (1998), Almond oil extraction by supercritical CO<sub>2</sub>: Experiments and modeling, Chemical Engineering Science, Vol. 53, No. 21, pp. 3711-3718.
- MAUL, A. A. (1998), Extração de insumos farmacêuticos por fluido supercrítico. São Paulo, SP, Brasil. 142p. Faculdade de Ciências Farmacêuticas, Universidade de São Paulo (USP), São Paulo, SP, Brasil. (Dissertação de Mestrado)
- MSPC (2006), Disponível na internet: (<http://www.mspc.eng.br/ciemat/prop1.asp>). Acesso em dezembro de 2006).
- ÓLEOS ESSENCIAIS (2006). Disponível na internet: ([http://www.aromalandia1.hpg.ig.com.br/naturais\\_sinteticos.htm](http://www.aromalandia1.hpg.ig.com.br/naturais_sinteticos.htm)). Acesso em outubro de 2006).
- SANTOS, A. S.; ANDRADE, E. H. A.; ZOGHIBI, M. G. B.; LUZ, A.I. R.; MAIA, J. G. S. (1998), Sesquiterpenes on Amazonian Piler Species. Acta Amazônica, v. 28, n. 2, p. 127-130.
- SANTOS, A. S.; ALVES, S. M.; FIGUEIREDO, F. J. C.; ROCHA, O. G. (2004), Descrição de sistema e de métodos de extração de óleos essenciais e determinação de umidade de biomassa em laboratório. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento, ISSN 1517-2244.
- SBTR (2006), Disponível na internet: ([www.sbrt.ibict.br/upload/sbrt3619.pdf?PHPSESSID=15a5f73eac2b09e0a615475f22464f72](http://www.sbrt.ibict.br/upload/sbrt3619.pdf?PHPSESSID=15a5f73eac2b09e0a615475f22464f72)) acesso em junho de 2006).
- SILVA, L. V., CONSTANCIO, S. C. M., MENDES, M. F., COELHO, G. L. V. (2005), Extração do Óleo Essencial da Pimenta Rosa (*shinus molle*) usando Hidrodestilação e Soxhlet, Anais do VI Congresso Brasileiro de Engenharia Química em Iniciação Científica, Campinas – SP (in CD-Rom).

SPITZER, V.; SIMÕES, C. M. A. (2000), Farmacognosia. 3. ed. Brasil: Editora da Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Rio Grande, RS, Brasil.

TAVEIRA, M. M.; KOKETSU, M.; GONÇALVES, S. L.; DUARTE, F. R.; GODOY, R. L. O e LOPES, D. (1997) Gengibre( Zingiber Officinales Roscoe) Brasileiro: Aspectos gerais, óleo essencial e oleoresina. Ciência e Tecnologia de Alimentos, Campinas 17(1): 1-72, jan/abr.

WIKIPEDIA (2006), Disponível na internet ([http://en.wikipedia.org/wiki/Main\\_Page](http://en.wikipedia.org/wiki/Main_Page). acesso em dezembro de 2006).