

BRAGANTIA

Boletim Técnico do Instituto Agrônômico do Estado de São Paulo

Vol. 20

Campinas, agosto de 1961

N.º 37

TEMPO DE SEPARAÇÃO DE ALGUNS ÓLEOS ESSENCIAIS (1)

CYRO CÔRTE BRILHO, SAMUEL RIBEIRO DOS SANTOS e ALCIDES JOSÉ D'ANDRÉA PINTO,
*engenheiros-agrônomo, Seção de Fumo, Plantas Medicinais e Inseticidas, Instituto
Agrônômico*

RESUMO

Provas de separação de diversos óleos essenciais foram efetuadas em laboratório, sob temperaturas compreendidas entre 10 e 80°C, em progressão de 5 em 5°C. Dez óleos de densidade inferior à da água, produzidos comercialmente no Brasil, foram estudados. Tomaram-se de cada um quatro amostras de 50 ml, correspondentes às 4 repetições da experiência. Em um frasco Erlenmeyer de 500 ml, contendo 350 ml de água destilada, foi adicionada a amostra a ser estudada. Fêz-se o ajuste da temperatura desejada com a introdução do frasco em uma cuba de gelo ou pelo seu aquecimento em banho-maria. Durante o processo de adaptação do meio à temperatura externa, o frasco foi agitado levemente, a fim de que o óleo e a água se mantivessem em mistura, aquecendo-se ou resfriando-se uniformemente. Uma vez obtida a temperatura desejada, agitou-se o frasco a mão, durante 30 segundos, de maneira uniforme em tôdas as observações. Deixado, a seguir, em repouso, foi anotado o tempo gasto até a formação de linha divisória, nítida, entre as camadas.

As provas demonstraram, invariavelmente, que o tempo requerido para a separação diminuiu à medida que aumentou a temperatura de operação. Foram calculadas as velocidades médias de separação das gotículas de óleo, verificando-se que, nos vasos separadores dos alambiques, a velocidade de separação deve ser maior do que a velocidade de caminhamento da mistura, a fim de que a separação se processe com maior perfeição. Essa norma deve orientar a construção dos vasos separadores, no que diz respeito às suas dimensões e ao seu formato, visto que a velocidade de caminhamento da mistura é uma função do formato e da capacidade do recipiente separador e da vazão do condensado. Pode ser retardada para beneficiar a separação. A velocidade de separação das gotículas, por sua vez, depende apenas das propriedades físicas e mecânicas do produto e da temperatura de operação.

1 — INTRODUÇÃO

Na destilação a vapor-direto, processo normalmente empregado no Brasil para a extração dos óleos essenciais de diversas plantas aromáti-

(1) Recebido para publicação em 7 de junho de 1961.

cas, o vapor d'água, gerado em uma caldeira, é injetado na parte inferior da dorna, na qual se coloca o material vegetal a ser tratado. O vapor, em contacto com êsse material, libera, vaporiza e arrasta o óleo, encerrado nas chamadas glândulas oleíferas, fluindo a mistura de vapores para o condensador. Nesse aparelho, os vapores são resfriados pela água circulante, o que faz com que voltem à forma líquida. O condensado resultante, ou seja, a mistura de água e óleo essencial, é, então, recebida em um vaso especial, onde por diferença de densidades é separado o óleo.

Os óleos essenciais são formados de diversos constituintes que figuram em proporções variáveis na sua composição, cada um dêles exibindo propriedades físicas individuais (pêso específico, ponto de ebulição, viscosidade etc.) que, no seu conjunto, caracterizam o produto e podem interferir no processo da separação. Constata-se, algumas vezes, uma ligeira solubilidade de alguns dêsses componentes na água. Todavia, para fins práticos, ela é considerada desprezível. Na separação, os óleos isolam-se em camadas distintas, na superfície ou no fundo da água, conforme as suas densidades.

A proporção entre a água e o óleo, no condensado, é variável, durante a marcha da destilação. Os primeiros dez minutos, a partir do momento em que se abre o registro da entrada do vapor à dorna, são gastos em aquecer e umedecer a carga do material vegetal nela existente e, durante êsse período, dá-se a expulsão do ar encerrado no recipiente. Diz-se, então, que o aparelho «sopra» ou «venta». Em seguida, começam a fluir os vapores incondensáveis, curto período em que se diz que o alambique «fumege», após o que, inicia-se a vazão do condensado ou destilado.

Exemplificando-se com a destilação da menta, nos alambiques do tipo usual das zonas produtoras, pode-se dizer que, durante cêrca de uma hora de destilação efetiva, fluem 200 litros de água condensada e dez litros de óleo essencial. Amitindo-se que a vazão da água é mais ou menos constante, durante o transcorrer do processo, a proporção de óleo é, por outro lado, variável. Pode-se avaliar que, até a altura do 30.º minuto de extração, 70 por cento, ou mais, do total do óleo já tenham sido destilados, o que vale dizer que há momentos, no período inicial, em que o fluxo de óleo é da ordem de 30 litros por hora. A proporção média total de óleo, em relação à água, é de aproximadamente cinco por cento, devendo-se levar em conta, contudo, que ela é

muito mais alta no princípio da destilação do que no seu final, podendo atingir a mais de dez por cento, nos primeiros estágios.

No momento em que o condensado chega ao vaso separador, uma boa parte do óleo separa-se prontamente e sobe à superfície da água ali existente. O restante, porém, acha-se na forma de gotículas, finamente subdivididas, cuja movimentação no seio da massa líquida, é afetada, seja pela corrente que se estabelece no sentido descendente, em direção ao fundo do vaso, onde se localiza o tubo de descarga, seja pela força ascendente, oriunda da diferença de densidades entre o óleo e a água. A maior ou menor rapidez e perfeição, com que se efetua a separação completa, decorrerá, portanto, da amplitude da diferença entre as duas forças mencionadas.

O tempo de separação, em função da temperatura de recebimento do condensado, peculiar de cada óleo, e a vazão do alambique é que irão determinar a capacidade e o formato do vaso separador. Pode-se aumentar a diferença entre as forças descendente e ascendente, com uma disposição adequada dos dados disponíveis e, assim, assegurar uma separação mais perfeita do óleo.

O presente trabalho objetivou estudarem-se os tempos decorridos entre o recebimento do condensado no vaso e a completa separação da camada de óleo, de amostras provenientes de diversos óleos entre os produzidos comercialmente no Brasil. Essas investigações visaram indicar para cada produto a relação entre as propriedades físicas de cada óleo, a temperatura de operação e o prazo requerido para a mais perfeita separação.

As informações recolhidas dessas experiências permitirão estabelecerem-se as melhores condições de separação desses óleos, no que diz respeito às temperaturas mais favoráveis de trabalho e à capacidade dos vasos separadores.

2 — MATERIAIS E MÉTODOS

Foram estudados os óleos essenciais destilados das seguintes plantas:

1. Cabriuva (*Myrocarpus frondosus* Fr. Allem.)
2. Capim-limão (*Cymbopogon citratus* [D. C.] Stapf.)
3. Cedro (*Cedrella* sp.)
4. Citronela, tipo Java (*Cymbopogon Winterianus* Jowitt).

5. Eucalipto (*Eucalyptus citriodora* Hook.)
6. Gerânio, variedade Mogi (*Pelargonium* sp.)
7. Menta japonesa, var. IAC-701 (*Mentha arvensis* L.)
8. Palma-rosa (*Cymbopogon Martini* Stapf, var. *motia*)
9. Pau-rosa (*Aniba roseodora*, var. *amazonica* Ducke)
10. «Spearmint» (*Mentha spicata* Huds.)

Foram tomadas, de cada óleo, quatro amostras de 50 ml, correspondentes às quatro repetições, conforme o plano preestabelecido. Em um frasco Erlenmeyer de 500 ml, contendo 350 ml de água destilada, adicionaram-se os 50 ml do óleo, sendo o frasco perfeitamente vedado com uma rôlha perfurada para adaptar um termômetro com graduação centígrada, cujo bulbo atingia o conteúdo líquido.

As variações desejadas de temperatura foram obtidas pela introdução do frasco em uma cuba de gelo, ou em banho-maria, em aquecedor apropriado. Durante o processo de adaptação do meio à temperatura externa, o líquido foi levemente agitado, a fim de que o óleo e a água se mantivessem em mistura, aquecendo-se ou resfriando-se uniformemente.

O frasco, para as observações de separação, foi convenientemente iluminado, para propiciar um exame visual mais acurado da separação. A visibilidade das gotículas de óleo, em suspensão, na água, foi, assim, satisfatória, dispensando o emprêgo de corantes especiais (como o Sudan III), que coloriria o óleo, por ser solúvel neste e insolúvel na água. Julgou-se, contudo, que a adição de corante poderia acarretar uma possível alteração nas constantes físicas do óleo, razão pela qual preferiu-se dispensar o seu emprêgo.

Uma vez obtida a temperatura desejada, o frasco foi agitado, a mão, durante 30 segundos, da maneira a mais idêntica possível em tôdas as observações, visando-se, assim, a maior uniformidade nos resultados. A agitação objetivou, tão somente, obter-se uma mistura adequada de água e óleo, ao se iniciar a cronometração do tempo gasto, até se obter a distinção das duas camadas. Há óleos que se emulsionam facilmente e que, portanto, não podem ser submetidos a uma agitação muito vigorosa, tornando-se, pois, indispensável adotar-se um critério apropriado e uniforme para tôdas as observações.

O registro do tempo gasto, em segundos, para se atingir a separação, foi feito com cronômetro especial, provido de interruptor manual. A partir do período de 30 segundos de agitação, o frasco foi deixado em

repouso e o cronômetro posto a funcionar, anotando-se o tempo gasto até a formação de uma linha divisória, nítida, entre as duas camadas. Em alguns casos, em que essa linha não era suficientemente precisa ou definida, o registro do tempo de separação foi feito através da observação da transparência da água (mínimo de gotículas em suspensão).

Foi adotada uma escala crescente de temperaturas, partindo de 10°C e aumentando-se, gradativamente, de 5 em 5 graus, até o limite de 80°C. Cada registro de tempo representou a média de três observações e as médias finais de cada óleo derivaram de quatro repetições, feitas com amostras diferentes.

3 — RESULTADOS E DISCUSSÃO

Os dados obtidos, representados pelo número de segundos gastos, sob as diversas temperaturas, até a perfeita separação das misturas, aparecem nos quadros seguintes. Com êsses dados foram construídos os gráficos que expressam as curvas do tempo de separação dos diversos óleos estudados.

Inicialmente é apresentado, no quadro 1, o tempo médio de separação dos dez óleos examinados, sob as temperaturas previstas. Nesse quadro, poder-se-á verificar que foram consumidos entre 64,8 e 211,9 segundos, o que permite estabelecer a média de 138 segundos, como linha divisória entre dois grupos representados pelos óleos de separação mais rápida e pelos de separação mais lenta ou demorada.

A figura 1 representa um diagrama construído com os dados do quadro 1 e compõe-se de três curvas de tempo de separação, sendo que a primeira significa a média dos óleos de separação mais demorada, a segunda a média geral de todos os óleos estudados e a terceira o tempo médio dos óleos de separação mais rápida. A segunda curva representa a média geral de 120 observações, feitas em cada temperatura, com dez diferentes óleos essenciais. Esta circunstância concorre para corrigir, em boa parte, os possíveis erros havidos nas observações individuais. Apresenta-se bastante regular, entre limites razoáveis, pois, evidentemente, será infinita a 0°C, pelo congelamento da água, interrompendo-se o processo ao redor de 100°C, pela sua vaporização.

Considerando-se as temperaturas entre 40 e 55°C como limites, dentro dos quais ocorrem as melhores condições para uma separação mais perfeita, pode-se calcular as velocidades de separação de cada um dos óleos, levando-se em conta os tempos médios de separação e a distân-

QUADRO 1. — Tempos médios, em segundos, para a separação de alguns óleos essenciais, em função da temperatura

Óleos ensaiados	Temperaturas (graus centígrados)														Tempo médio	
	10	15	20	25	30	35	40	45	50	55	60	65	70	75		80
	seg	seg	seg	seg	seg	seg	seg	seg	seg	seg	seg	seg	seg	seg		seg
1.º grupo — óleos de separação rápida																
Citronela	128	107	92	75	69	65	61	58	55	53	49	45	42	39	36	64,9
Capim-limão	130	107	98	89	83	78	73	67	61	57	54	50	46	40	34	71,1
Menta, var. IAC-701	381	273	128	99	81	70	65	58	52	47	41	38	35	33	31	95,4
Pau-rosa	188	184	178	152	120	102	97	91	86	80	75	70	64	60	56	106,9
Cabriuva	245	211	199	191	180	169	150	135	120	101	61	33	21	16	15	123,1
Média	215	176	139	121	107	96	89	82	75	68	56	47	42	38	34	92,5
2.º grupo — óleos de separação lenta																
Gerânio, var. Mogi	420	365	328	280	232	194	156	118	109	84	72	63	55	50	47	170,9
Palma-rosa	—	440	352	302	255	219	185	152	118	101	84	74	65	61	59	176,2
«Spearmint»	377	334	203	255	209	188	168	149	139	129	122	117	114	110	106	187,3
<i>Eucalyptus citriodora</i>	414	345	302	277	250	235	217	198	176	157	142	128	119	108	102	211,8
Cedro	322	312	300	277	253	299	215	201	183	168	157	149	141	138	134	211,9
Média	383	359	315	278	242	213	188	164	143	128	115	106	99	94	90	191,9
Média geral	290	268	227	200	174	155	139	123	109	98	86	77	71	66	62	141,9

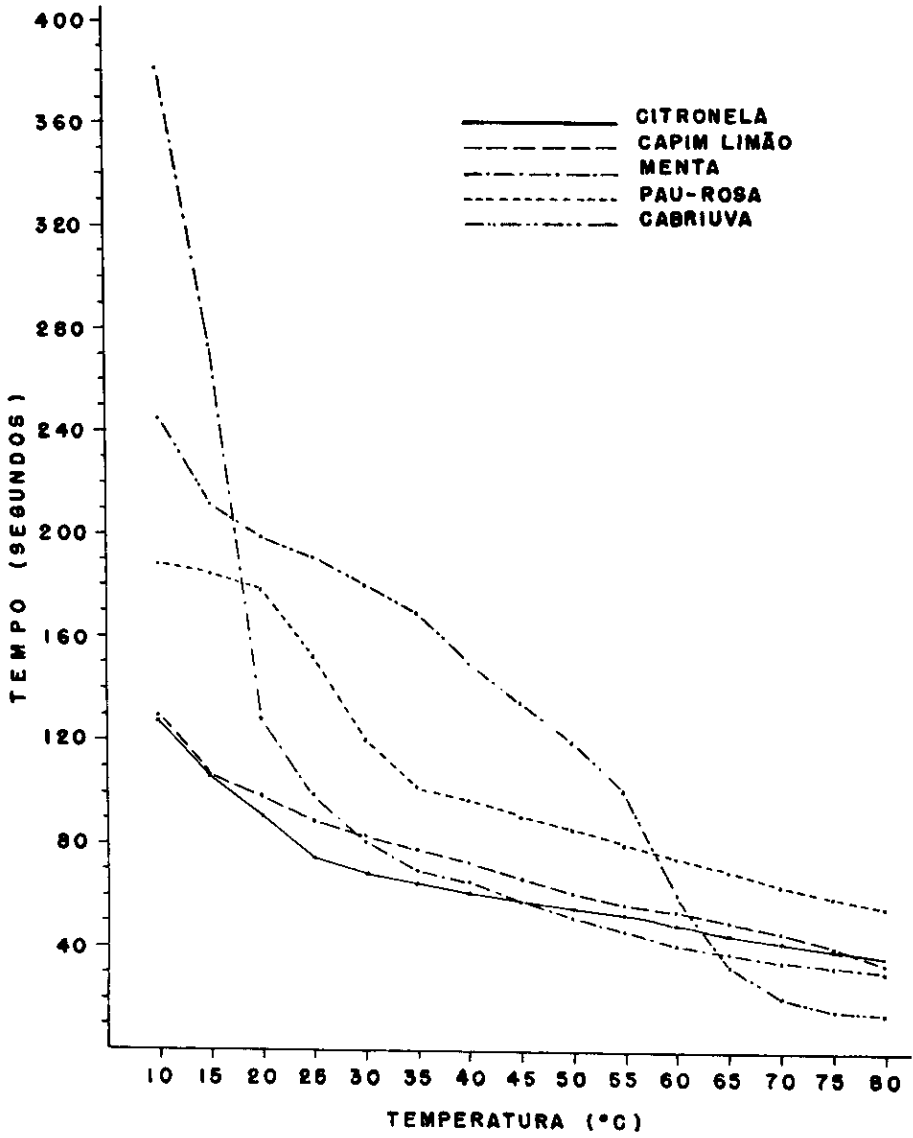


FIGURA 1. — Curvas do tempo de separação, em função das temperaturas, dos óleos essenciais de mais rápida separação (1.º grupo).

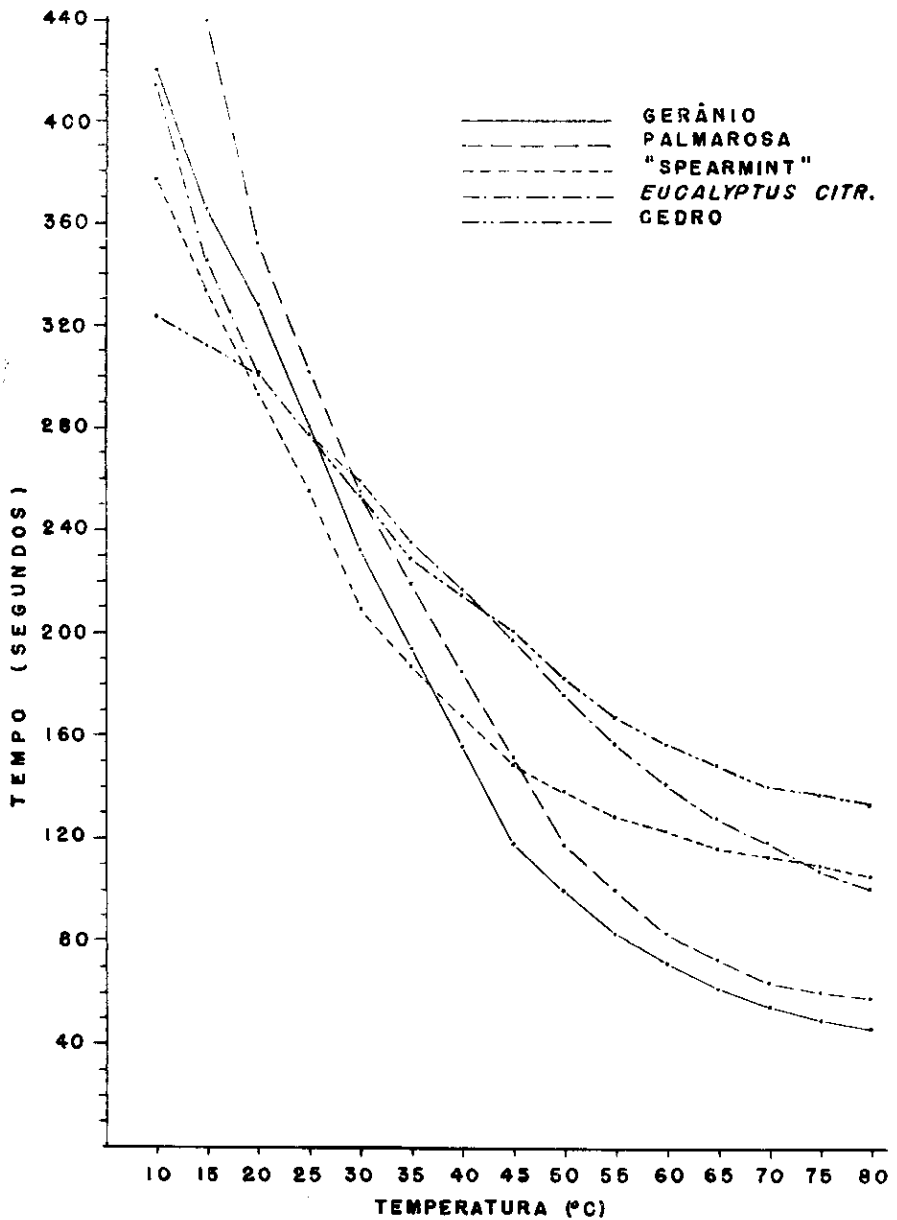


FIGURA 2. — Curvas do tempo de separação, em função das temperaturas, dos óleos essenciais de mais lenta separação (2.º grupo).

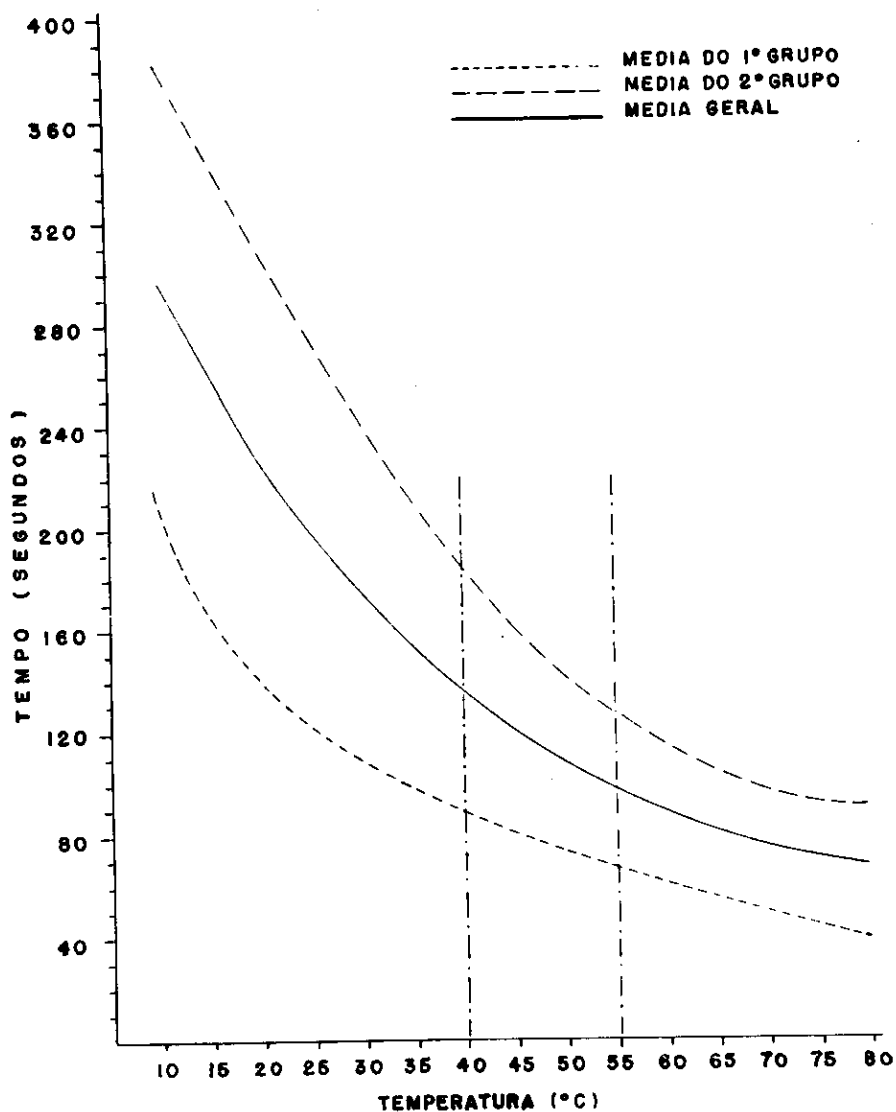


FIGURA 3. — Curvas das médias do tempo de separação, em função das temperaturas, dos óleos do 1.º e do 2.º grupos (respectivamente, os de mais rápida e os de mais lenta separação) e da média geral dos dez óleos ensaiados. A faixa vertical situada entre os limites de 40 e de 55°C representa a região mais favorável para o processo.

QUADRO 2. — Tempo de separação de alguns óleos essenciais, a temperaturas variáveis, entre 40 e 55°C

Óleos	Tempo (segundos)				Velocidade de separação
	40°C	45°C	50°C	55°C	
	<i>seg</i>	<i>seg</i>	<i>seg</i>	<i>seg</i>	<i>m/h</i>
Óleos de separação rápida					
Citronela	61	58	55	53	3,80
Capim-limão	73	67	61	57	3,34
Menta, var. IAC-701	65	58	52	47	2,89
Pau-rosa	97	91	86	80	2,44
Cabriuva	150	135	120	101	1,70
Média	89	82	75	68	3,03
Óleos de separação lenta					
Gerânio, var. Mogi	156	118	100	84	1,88
Palma-rosa	185	152	118	101	1,55
«Spearmint»	168	149	139	129	1,47
<i>E. citriodora</i>	216	198	176	157	1,15
Cedro	215	201	183	168	1,12
Média	188	164	143	128	1,43

cia de seis centímetros percorrida pelas gotículas de óleo, conforme aparece no quadro 2.

As curvas de separação aqui determinadas, apresentam, evidentemente, apenas um valor relativo, pois as proporções entre o óleo e a água, utilizadas nas provas, não são idênticas às que se constata na prática. Tais curvas, entretanto, são de utilidade quando se deseja conhecer a temperatura a ser mantida, em cada caso, para se obter melhor separação. De outro lado, o conhecimento do tempo necessário para a separação, em relação à vazão ou fluxo do condensado, determinará o volume ideal a ser dado ao vaso separador, de modo a assegurar a permanência do condensado por tempo suficiente para que se efetue uma separação adequada e se evitem as perdas de óleo, por arrastamento pela água de descarga.

Na maioria dos casos, as curvas mostram que a separação é mais rápida, à medida que se eleva a temperatura do meio, em virtude da redução da tensão superficial, ao mesmo tempo em que se acentuam as diferenças de densidade entre a água e o óleo. De outro lado, a diminuição da viscosidade propicia maior movimentação e entrechoque das

gotículas de óleo, do que resulta ocorrer mais facilidade para o seu agrupamento e formação de gotas maiores, que se movimentarão com mais rapidez, no seu trajeto ascendente, em direção à superfície da água. As vantagens que se obtêm com o aumento progressivo da temperatura de recebimento do condensado cessam, entretanto, quando intervém um novo fator: a evaporação do óleo ou, pelo menos, a das suas frações mais voláteis, o que virá acarretar alterações na composição ou nas propriedades físicas e, conseqüentemente, na qualidade do produto, além da redução em rendimento.

Nos vasos separadores, à **velocidade de separação**, indicada no quadro 2, soma-se a **velocidade de caminhamento** do condensado. Esta é resultante da relação entre o fluxo do condensado e a seção transversal do recipiente separador e varia, portanto, sob condições alheias às características do óleo que estiver sendo destilado. Ela auxilia, de certa forma, a condução das gotículas para a superfície da água do vaso, desde que não ultrapasse determinado limite, além do qual, provocará perdas, por arrastamento do óleo, através do tubo de escoamento.

9 — CONCLUSÕES

Os resultados obtidos durante as investigações realizadas sôbre a separação de diversos óleos essenciais demonstraram, invariavelmente, que o tempo requerido diminui à medida que se aumenta a temperatura de operação. Eles permitem fixar, como norma básica, que as temperaturas mais adequadas situam-se entre 40 e 55°C. limites, dentro dos quais, se obtêm uma separação mais rápida, sem os inconvenientes da evaporação que ocorrerá sob temperaturas maiores. Também foi possível o agrupamento dos óleos em duas classes: a dos de rápida e a dos de lenta separação. Na primeira, situam-se aqueles cujo tempo médio gasto para a separação vai de 65 a 123 segundos (citronela, capim-limão, menta var. IAC-701, pau-rosa e cabriuva), ao passo que na segunda, estão os óleos que demandam de 171 a 212 segundos (*Eucalyptus citriodora*, gerânio var. Mogi, palma-rosa, «spearmint» e cedro).

Pode-se, também, deduzir que a velocidade de separação do óleo deverá ser sempre maior do que a velocidade de caminhamento da mistura, nos vasos separadores, a fim de que haja tempo suficiente para a completa separação das gotículas.

DETERMINATION OF THE TIME NECESSARY FOR SOME ESSENTIAL ESSENTIAL OILS TO SEPARATE FROM WATER

SUMMARY

The period of time necessary for some essential oils to separate from water, at various temperatures, was determined. The tests were made with 10 essential oils produced commercially in Brazil, and the temperatures tried varied from 10°C to 80°C in 5°C steps.

Fifty milliliters of the oil under test was added to 350 ml of water in a 500 ml stoppered Erlenmeyer flask to which a thermometer was fitted to permit temperature readings of its contents. The whole flask was shaken for 30 seconds and then set down to allow the oil to separate from the water. The period necessary for separation was clocked from the end of the shaking operation to the time when a definite line appeared between the oil and water layers. Every observation was made three times and the whole experiment was replicated four times, each with a different oil sample.

The main conclusion to be drawn from the rate-of-separation curves (see figures) is that the time decreases with increasing temperatures. The results also indicated that a better separation occurred at the higher temperatures.

The average upward velocities of oil droplets were calculated and are given in table 2. A better separation of oil was obtained when the upward velocities were greater than the downward velocities. The former concerns the rising of oil droplets and the latter, the stream of the water moving down to the outlet pipe fitted to the bottom of the separating can.

In many common field distilleries, some oil carry-over can be easily noticed because the regular separating cans are not large enough to hold the condensate flow during the time necessary for a good separation of the oil. Moreover, the temperature is not kept high enough to permit complete separation at the rate of flow the mixture of water and oil passes through the separating can.

LITERATURA CITADA

1. HUGHES, A. D. Improvements in the field distillation of peppermint oil. Corvallis, Oregon State College, 1952. 60 p. (Station Bulletin 525).
2. POWNE, R. E. An improved separator for use in the field distillation of peppermint oil. Corvallis, Oregon State College, 1952. 52 p. (Thesis).