

BRAGANTIA

Boletim Técnico do Instituto Agrônomo do Estado de São Paulo

Vol. 20

Campinas, outubro de 1961

N.º 43

CONTRIBUIÇÃO PARA O ESTUDO DA DESTILAÇÃO DO VETIVER (*VETIVERIA ZIZANIOIDES* NASH) (1)

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

RESUMO

Foram executadas experiências preliminares de destilação das raízes do vetiver, abrangendo alguns tratamentos prévios do material e, por outro lado, ensaiando-se processos para se melhorar a separação do seu óleo essencial.

Usou-se, por exemplo, material seco e, também, raízes submetidas a uma maceração prévia em água; empregou-se, nos dois sistemas, o material inteiro e o picado, adotando-se a picagem grossa, a média e a fina.

Os resultados obtidos não proporcionam conclusões definitivas e devem ser interpretados, simplesmente, como uma contribuição para que sejam oferecidas melhores condições no desenvolvimento dos futuros trabalhos experimentais nesse setor.

A primeira indicação é aquela que aponta a picagem fina das raízes e a sua maceração em água, como o preparo mais adequado. Tal medida traz maior facilidade na liberação da essência e, como fator de importância, um acréscimo na capacidade de carga do alambique, de até 37 por cento.

Quanto à destilação, os estudos subsequentes deverão abranger as questões relativas à duração do processo e à pressão e temperatura do vapor, buscando-se a solução dos problemas que dependem desses fatores. O aquecimento externo, ou indireto, não apresentou diferenças sensíveis.

O estudo da condensação patenteou a conveniência, para melhorar a separação, da manutenção da temperatura do condensado, entre 50 e 65°C.

No que diz respeito à decantação do óleo, no vaso separador, bons resultados foram obtidos com a instalação de um filtro retentor, de tecido fino.

1 — INTRODUÇÃO

O vetiver (*Vetiveria zizanioides* Nash) é uma gramínea aromática de cujas raízes se extrai, pela destilação a vapor, um óleo essencial de fina qualidade e de largo emprêgo na elaboração de composições odorizantes para perfumes e sabões. Existem, no Estado de São Paulo, al-

(1) Recebido para publicação em 23 de setembro de 1961.

guns produtores dêste óleo, que possuem extensas plantações e modernas destilarias.

A planta é propagada por meio de mudas provenientes da subdivisão das touceiras. Desenvolve-se com facilidade e atinge a uma altura de cerca de dois metros. Para fins da produção do óleo essencial, somente as suas raízes são aproveitadas. O seu sistema radicular expande-se num vasto emaranhado, atingindo a uma profundidade de aproximadamente 50 centímetros, embora, para fins de exploração, se considere uma profundidade menor (2).

É planta semiperene; todavia, possui um ciclo agrícola de 18 meses. O arrancamento das touceiras é uma operação penosa e requer o emprêgo de equipamento mecânico adequado. Por êsse motivo, recomenda-se o cultivo dessa espécie em solos arenosos, onde o arrancamento é facilitado pela sua textura mais favorável.

A destilação das raízes e a separação do óleo apresentam igualmente, algumas dificuldades decorrentes das próprias características físicas do produto. A sua alta viscosidade e o elevado ponto de ebulição de alguns dos seus componentes, fazem com que a destilação necessite ser muito mais prolongada do que a da maioria das outras espécies aromáticas. As frações de mais alto ponto de ebulição, justamente as mais valiosas, só destilam depois que os componentes mais leves foram volatilizados. Por sua vez, as densidades dessas frações são variáveis, existindo algumas mais leves e outras mais pesadas do que a água, além daquelas que possuem pesos específicos intermediários entre êsses dois limites. Isso vem complicar o processo da separação, exigindo o uso de vasos especiais para reter as frações que se depositam no fundo e as que flutuam na superfície da água, e o emprêgo de artifícios para se evitarem as perdas, por arrastamento, das frações intermediárias. Frequentemente, formam-se emulsões, o que exige sejam adotadas medidas adequadas para que não resultem em perdas sensíveis do valioso produto.

Os lavradores da Ilha de Reunião, de Java, de Haiti e de outros países produtores, destilam as raízes do vetiver durante 36 a 48 horas (1), enquanto que, no Estado de São Paulo, adota-se, em média, a extração de 36 até 60 horas.

O processo básico da extração é o da destilação a vapor direto. Contudo, a adição de água às dornas, frequentemente adotada, faz com que ocorra, também, a do vapor indireto, ou seja, a destilação de água-e-vapor. A coobação, isto é, o refluxo da água de descarga do vaso de separação à dorna, para ser vaporizada de novo, e, às vezes,

adotada. A injeção de vapor saturado é alternada, em alguns casos, com a de vapor superaquecido, porém, de qualquer maneira, a destilação do vetiver, pelo fato de ser prolongada, resulta em elevado consumo de combustível e em excessiva mão-de-obra, além do fato de ocorrerem, com freqüência, sensíveis perdas de essência, por emulsionamento, em virtude das dificuldades de ser mantido um perfeito e constante contrôlo da temperatura do condensado.

Nas observações e experiências feitas, ficou patenteada a necessidade de serem procedidos estudos destinados a esclarecer uma série de problemas relacionados com o preparo prévio do material a ser destilado, com o tempo exigido para uma perfeita extração, com as condições de temperatura e de pressão do vapor e com as temperaturas e os processos, em si, da separação, visando-se obter o máximo rendimento, o menor custo de operação e a desejável qualidade do produto.

2 — MATERIAIS E MÉTODOS

Foram realizadas várias experiências preliminares, com o objetivo de se obter indicações sôbre os melhores tratamentos prévios do material a ser destilado, bem como das influências dos fatores que interferem na marcha da destilação.

Foram comparados os seguintes tratamentos das raízes:

TRATAMENTOS	<i>Maceração</i>	<i>Picagem</i>
1	sem	sem
2	sem	grossa
3	com	sem
4	com	grossa
5	com	moderada
6	com	fina
7	ligeira	moderada

A maceração consistiu em se submergirem as raízes em um recipiente de capacidade adequada, cheio de água, durante um tempo variável, visando-se, não apenas lavá-las, isto é, livrá-las da terra que se lhes adheriu, mas, principalmente, provocar a turgescência dos tecidos, a fim de propiciar melhores condições para a hidrodifusão (1), fenômeno básico da destilação. Essa maceração foi ligeira (de 3 horas), em um dos tratamentos e mais prolongada nos demais, entre 15 e 48 horas. Depois da

imersão, as raízes foram colocadas sobre tabuleiros, durante uma hora, para deixar escorrer o excesso de água.

A picagem grossa foi efetuada manualmente a facão. A fina e a moderada foram obtidas mediante o emprêgo de máquina, com regulação apropriada para cada caso. O aparelho usado foi o do tipo do picador de forragem, provido de facas montadas em um disco giratório.

Conduziram-se as destilações em um destilador pilôto, de capacidade de 60 litros, dispondo de instrumentos para fornecer as seguintes indicações: **a)** pressão do vapor na entrada da dorna; **b)** temperaturas: do vapor na entrada da dorna; da mistura vaporizada, no início do tubo condutor de vapores; da água de resfriamento na entrada e na saída, em diversos níveis do condensador; **c)** quantidade de água utilizada pelo condensador. Os dados relativos à pressão do vapor na caldeira, à temperatura do condensado, ao tempo gasto na extração, aos pesos do material destilado e do óleo obtido, foram registrados à parte.

Outros dados registrados, necessários para completar as informações relativas a cada extração, foram os seguintes: **a)** densidade de carga, representada em quilos de raízes por metro cúbico de volume de dorna. Para melhor uniformização, foi sempre considerado o peso do material seco suficiente para encher o alambique pilôto, transformando-se o valor obtido na relação padronizada kg/m^3 . Isso dá uma idéia do grau de compactação da carga do alambique, que deve ser o maior possível no caso do vetiver, por razões econômicas, já que, pela sua própria natureza, as raízes não empastam na dorna, o que dificultaria a passagem do vapor, fato que se verifica na destilação de certas plantas; **b)** vazão do destilado: o fluxo do vapor condensado foi medido periodicamente e transformado em litros por hora, ou usando-se a expressão consagrada, em quilos de vapor por hora. No caso em apreço, foi calculada a vazão total da destilação, expressa em quilos de vapor por metro cúbico de dorna, partindo-se do fluxo horário, da duração da extração e da capacidade do alambique pilôto; **c)** aquecimento indireto: o destilador empregado nessas experiências é formado de dois corpos cilíndricos concêntricos, permitindo, pois, o aquecimento suplementar indireto da dorna, o que pode ser conseguido introduzindo-se água exteriormente ao corpo central e aquecendo-a com vapor. A finalidade desta providência foi a verificação do seu efeito sobre a destilação, reduzindo-se a condensação no interior da dorna como uma eventual causa capaz de contribuir para a melhoria do processo e do aprimoramento da qualidade final do produto.

2.1 — PRIMEIRA EXPERIÊNCIA

Seu objetivo foi a verificação do desempenho do alambique pilôto.

O material utilizado constou de raízes lavadas e sêcas, armazenadas durante 15 dias, após a colheita. Não sofreu preparo algum, antes da extração (tratamento prévio n.º 1).

A dorna foi carregada sem apêrto demasiado, com cinco quilogramas de material, o qual não foi umedecido na ocasião. Também não se colocou água no fundo da dorna. A densidade de carga foi de 83,3 quilos por metro cúbico.

Conduziu-se a destilação durante 15 horas, em dois períodos, sendo o primeiro de 8 e o segundo de 7 horas, com interrupção durante a noite. Empregou-se vapor direto, sob pressão de uma atmosfera, na caldeira, e temperatura média de 120°C, na entrada da dorna.

2.2 — SEGUNDA EXPERIÊNCIA

Objetivou êsse ensaio, melhorar a separação do óleo essencial, mediante o recebimento do condensado, sob temperatura mais alta, no vaso separador.

O material empregado constou de raízes sêcas, com 20 dias de armazenamento após a colheita e com dois dias de maceração prévia. Depois de postas a escorrer, por uma hora, foram picadas grosso, a facão (tratamento prévio n.º 4).

A dorna recebeu 18,3 kg de material úmido, correspondendo a 6 kg de raízes sêcas e a uma densidade de carga de 100 kg/m³.

A destilação prolongou-se por 17 horas, em dois períodos de 8 horas e meia, com interrupção durante a noite, tendo sido, a princípio, a de água-e-vapor, visto que inicialmente foi introduzida água na dorna, até à altura do fundo falso. O aquecimento foi auxiliado externamente, através da camisa de água fervente. A pressão na caldeira, de uma atm, no início, foi, logo a seguir, elevada a 1,5 atm, nível conservado até o final, sendo a temperatura do vapor mantida ao redor de 120°C, operando-se a caldeira grande, cujo funcionamento não está sujeito a oscilações.

2.3 — TERCEIRA EXPERIÊNCIA

Essa experiência objetivou ensaiar os efeitos dos artificios introduzidos na separação, destinados a promover melhor retenção, valendo-se da viscosidade característica do óleo do vetiver.

Foram usados 7 kg de raízes, armazenadas durante 25 dias depois da colheita, com maceração por 18 horas. Depois de escorridas em taleiro, para eliminação do excesso de água, o material foi submetido a uma picagem média, no picador de forragens (tratamento prévio n.º 5). A dorna recebeu 14 kg de material úmido, correspondentes a 7 kg de raízes secas, tendo sido calculada a densidade de carga em 116 kg/m³. A destilação abrangeu um total de 18 horas, em dois períodos de 10 e 8 horas, com interrupção à noite.

Não foi colocada água adicional na dorna. Injetou-se vapor direto, sob pressão de 1,5 atm, com temperaturas de 120 a 130°C desde o início. Foi empregado, igualmente, aquecimento suplementar indireto. Na fase final da destilação, a pressão foi elevada para duas atmosferas, durante duas horas.

2.4 — QUARTA EXPERIÊNCIA

Essa experiência foi idêntica à anterior, apenas com a diferença de que o material passou simplesmente por uma maceração ligeira. Usaram-se raízes armazenadas durante 28 dias após a colheita, as quais foram maceradas durante 3 horas, a seguir escorridas e submetidas a uma picagem média, em um picador de forragens (tratamento prévio n.º 7).

A carga da dorna correspondeu a 6,5 kg de material seco (antes da imersão) e, como no caso anterior, não foi colocada água no fundo da dorna. A densidade de carga foi de 108,3 kg/m³.

A destilação durou 17 horas, em dois períodos iguais de 8 1/2 horas, com interrupção durante a noite, e foi feita, desde o início, com vapor direto, à pressão de 1,5 atm, sob temperaturas de 120 a 130°C. Nas últimas duas horas de extração, a pressão foi aumentada para duas atm, na entrada da dorna. Promoveu-se o aquecimento suplementar externo indireto.

Na condensação, observou-se a mesma marcha do experimento anterior e a separação também foi idêntica, adotando-se os vasos e artificios descritos (fig. 3).

2.5 — QUINTA EXPERIÊNCIA

Destinou-se à verificação do teor em óleo nas raízes secas que estiveram ensacadas e armazenadas durante 30 meses.

O material (7,5 kg) foi macerado por 3 horas e pôsto a escorrer durante 18 horas, antes da picagem, no picador de forragem. Depois desse tratamento, o seu peso se elevou a 11,2 kg (tratamento prévio n.º 7). A carga da dorna correspondeu a 6,4 kg de raízes secas, dando uma quantidade de 106,7 kg/m³ de dorna. Não foi colocada água adicional no fundo, antes da destilação.

A extração durou 18 horas, em dois períodos de 9 horas cada, com interrupção noturna. Injetou-se vapor direto, a 1,5 atm, sob temperatura de cerca de 120°C, porém, durante a última hora de destilação, a pressão foi elevada para duas atmosferas.

2.6 — SEXTA EXPERIÊNCIA

Foi feita com raízes lavadas e secas e, depois de armazenadas por 30 dias após a colheita, procedeu-se a uma maceração ligeira, seguida de picagem a máquina, fazendo-se, em seguida, o escorrimento do excesso de água (tratamento prévio n.º 7).

A dorna foi carregada e bem compactada, não tendo sido colocada água suplementar no fundo, com material correspondente a 7,2 kg de raízes secas, sendo o seu peso, no momento da destilação, de 9,4 kg, o que significa uma densidade de carga de 120 kg/m³.

A destilação foi feita durante 10 horas, em um só período, tendo sido mantida, do começo ao fim, a pressão de 1,5 atm, e a temperatura de, aproximadamente, 120°C do vapor na entrada. Fêz-se, também, o aquecimento externo suplementar da dorna.

2.7 — SÉTIMA EXPERIÊNCIA

Para as observações previstas, utilizou-se raiz seca, com 30 dias de armazenamento, sem maceração (tratamento prévio n.º 2). A dorna foi carregada com 5,8 kg do material, dando-se-lhe boa compactação, o que resultou numa densidade de carga de 9,6 kg/m³. O alambique foi carregado de água até à altura do fundo falso.

A extração durou 8 horas, em um só período, usando-se vapor di-

reto, a 1,5 atm, sob temperatura de 120°C, sem aquecimento externo da dorna. Depois de 5 horas de destilação a pressão foi elevada para 2 atm, registrando-se a temperatura de 130°C.

2.8 — OITAVA EXPERIÊNCIA

Utilizou-se raiz seca, macerada durante 15 horas e, a seguir, posta a escorrer durante 90 minutos. O material foi picado e novamente picado no picador de forragem e era constituído de raízes armazenadas por 60 dias após a colheita (tratamento prévio n.º 6).

A carga correspondeu a 8 kg de material seco que, depois da maceração, passou a 26 kg, reduzindo-se a 20 kg após a picagem, e foi bem compactada na dorna. A densidade de carga obtida foi de 133 kg/m³ de dorna.

A destilação foi feita durante 15 horas, em dois períodos de 7 1/2 horas, com interrupção durante a noite, usando-se vapor direto a 1,5 atm. A pressão foi, logo depois, reduzida para 1,25 atm, em virtude da deficiência da pequena caldeira usada, em suprir o vapor. Durante uma hora, a pressão oscilou entre 0,75 e 1,25 atm, razão pela qual o nível de pressão foi abaixado para uma atmosfera, para se obter um trabalho mais regular da caldeira, nível este que permaneceu até o final. O aquecimento suplementar indireto não foi utilizado.

2.9 — NONA EXPERIÊNCIA

Foi feita com material inteiro, isto é, não picado, e com maceração prévia de 15 horas, pôsto a escorrer durante uma hora antes da destilação (tratamento prévio n.º 3). As raízes estiveram armazenadas durante 75 dias, após a colheita.

Procedeu-se à carga do alambique com 19 kg de material úmido, correspondentes a 5,5 kg de raízes secas, dando uma densidade de carga de 91,7 kg/m³ de dorna.

A destilação durou 15 horas, em dois períodos de 8 1/2 e de 6 1/2 horas, com interrupção à noite, e foi efetuada com vapor direto a 1,25 atm, a seguir, reduzida para uma atm, até o final. Não houve aquecimento externo, nem se adicionou água ao fundo da dorna, antes da extração. A temperatura do vapor, na entrada da dorna, esteve sempre entre 120 a 130°C, mediante a manutenção de pressão mais alta

na caldeira. Na fase final, ela chegou a 140°C, porém por breve espaço de tempo.

2.10 — DÉCIMA EXPERIÊNCIA

Este ensaio destinou-se à verificação da curva de destilação e, para a sua execução, utilizou-se raiz lavada e sêca, com cêrca de 2 1/2 meses de armazenamento. Colocada em maceração durante 15 horas, escorrida por uma hora, foi, a seguir, submetida a uma picagem média, em picador de forragem (tratamento prévio n.º 5).

A carga posta no alambique pesou 21 kg, que corresponderam a 7,6 kg de material sêco, resultando uma densidade de carga de 126 kg/m³.

A destilação teve uma duração de 8 1/2 horas, em um só período, tendo sido introduzido, prèviamente, meio litro de água no fundo da dorna. Não foi feito aquecimento indireto e a extração teve lugar com vapor direto à pressão constante de uma atmosfera e temperatura entre 115 e 125°C, na entrada da dorna.

3 — RESULTADOS

3.1 — PRIMEIRA EXPERIÊNCIA

Para a verificação de algumas características do aparelho, principalmente as oscilações do fluxo do condensado, em função da pressão do vapor na entrada da dorna e da apreciação da disponibilidade de água de refrigeração do condensador, procurou-se reduzir ou elevar a pressão do vapor, em certos momentos, desde meia até duas atmosferas, registrando-se conseqüentemente, as variações na vazão do destilado, entre 18 e 50 litros por hora (respectivamente, 18 e 50 quilos de vapor por hora).

O consumo de água de resfriamento do condensador dependeu, como é óbvio, da temperatura de recebimento e da vazão do condensado, tendo variado entre 150 até 710 litros por hora.

Registraram-se flutuações na temperatura do vapor, oriundas das variações de pressão do vapor da caldeira geradora, algumas vèzes propositais, porém, quase sempre, decorrentes da sua pequena capacidade em volume de água e do seu sistema de alimentação, inconveniente que se procurará sanar nas destilações posteriores. A dorna não recebeu aquecimento suplementar indireto. O total de vapor utiliza-

do foi de 450 kg, durante a destilação, o que correspondeu a um consumo básico da ordem de 7.500 kg por metro cúbico de carga.

A vazão média do condensado foi de 50 litros por hora e a sua temperatura oscilou entre 65 e 70°C, mantendo-se o condensador a cerca de 75°C. A água de refrigeração escoou-se sob temperaturas entre 90 e 92°C.

A produção de óleo recolhida, sem o emprêgo de artifícios especiais para a sua máxima retenção, foi de apenas 21 g, o que corresponde a um rendimento de 0,7 por cento sôbre o material sêco.

Os vasos separadores empregados nessa experiência foram os mesmos em uso nas destilações comuns do alambique pilôto e acham-se representados na fig. 1-A.

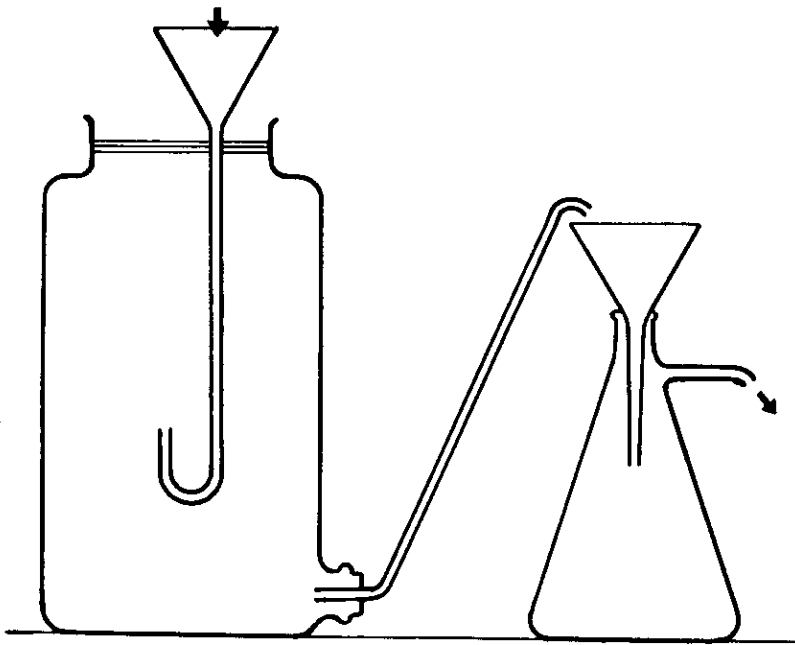
3.2 — SEGUNDA EXPERIÊNCIA

Usou-se, durante o período completo da destilação, 650 kg de vapor, o que corresponde a um consumo básico, da ordem de 11.333 kg/m³ de carga.

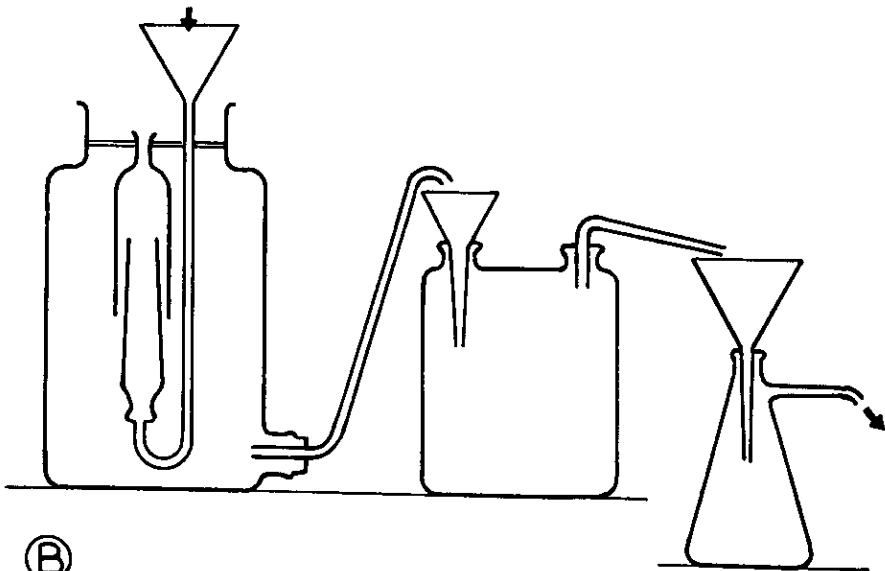
A vazão do condensado foi de 30 litros/hora, enquanto que a pressão do vapor, na entrada da dorna, estêve a uma atm, elevando-se a 40 litros/hora, com o vapor a 1,5 atm. O condensado foi recebido sob temperatura bastante elevada (80 a 85°C), com o fim de se verificar qualquer possível facilidade na separação do óleo. A temperatura média do condensador foi de cerca de 86°C.

A produção de óleo, 36 g, ainda foi muito baixa, correspondendo a um rendimento de 0,6 por cento.

O esquema (fig. 1-B) mostra a montagem dos vasos separadores adotada no presente experimento. O primeiro vaso destinou-se a reter as frações mais leves do óleo, cabendo aos dois seguintes o recolhimento das mais densas. Não obstante se melhorar, assim, a separação, em razão da maior fluidez do óleo, a temperatura muito alta poderá prejudicar a sua qualidade e acarretar perdas por evaporação. No presente caso, não foi possível concluir se o baixo rendimento verificado deva ser atribuído à evaporação ou à maior dispersão através dos vasos separadores, o que torna difícil a recuperação, por se tratar de quantidades muito pequenas de óleo. Todavia, notou-se que a maior parte das frações pesadas se depositou no segundo e no terceiro vasos. Registrou-se, também, que a colocação de água no fundo da dorna, depois de haver sido o material bastante umedecido pela pro-



Ⓐ



Ⓑ

FIGURA 1. — Montagem dos vasos de separação: **A** — primeira experiência: retenção das frações leves no primeiro vaso e das pesadas no segundo; **B** — segunda experiência; aprisionamento das frações leves no primeiro vaso e das pesadas nos dois subsequentes.

longada maceração, retardou sensivelmente o aquecimento e o início da destilação.

3.3 — TERCEIRA EXPERIÊNCIA

Da pressão de 1,5 atm, resultou uma vazão de 40 litros por hora, a qual passou a 48 litros/hora de condensado, quando a pressão, na entrada da dorna, foi elevada para duas atm. A temperatura do condensado foi regulada entre 60 e 70°C, sendo a temperatura média do condensador, de 70°C.

A produção de óleo foi prejudicada, em parte, por acidente. Entretanto, os resultados puderam ser considerados satisfatórios, principalmente quanto à qualidade do óleo obtido. A parte que foi possível reter acusou o peso de 62 g, o que corresponde a um rendimento de 0,89 por cento, o qual, mesmo nessas condições, foi superior aos verificados nos dois experimentos precedentes.

A montagem dos vasos separadores, nesta experiência, obedeceu ao esquema representado na fig. 2-A, que mostra o artifício usado para reter o óleo. A inovação consistiu em efetuar-se o recebimento do condensado em um funil de vidro, provido de uma camada envolvente de algodão, protegida por um pequeno saco de tecido fino, cuja tara foi previamente anotada. O artifício mencionado objetivou promover maior retenção das partículas de óleo, utilizando-se do seu elevado grau de viscosidade, propriedade que tem de aderir às superfícies de contacto. Impede-se, assim, a sua dispersão pela água circulante e conseqüente arrastamento e perda através do dreno. A extremidade do funil recebedor ficou mergulhada no vaso e, não só reteve quase todo o óleo, como apresentou a vantagem de reduzir o impacto do fluxo do condensado, evitando a turbulência no interior do vaso, o que favoreceu a decantação da parcela que atravessou o filtro. No final da destilação, o líquido do primeiro vaso apresentou, na superfície, uma tênue camada das frações mais leves, ao mesmo tempo em que se notava pequena deposição das frações mais pesadas do óleo, no fundo. No segundo e no terceiro vasos, ao contrário do que se verificou na experiência anterior, havia apenas leves traços de óleo depositado.

O sistema adotado nesta experiência mostrou-se satisfatório, indicando, todavia, a necessidade de ser melhorado.

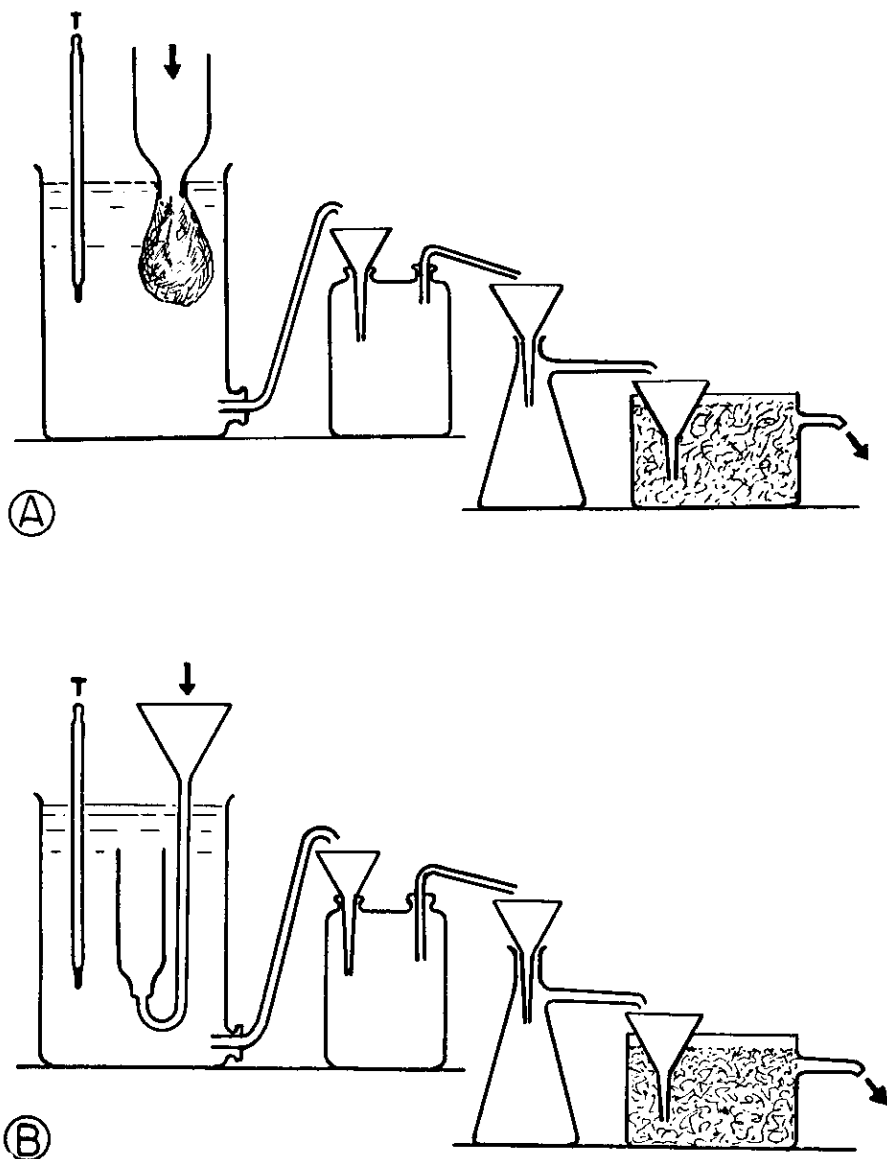


FIGURA 2. — **A** — Conjunto de vasos separadores, montados em série, adotado na terceira experiência: o primeiro, destinado a reter as frações mais leves, acha-se provido de um saquinho de algodão, cuja finalidade é reduzir a emulsão; o segundo e o terceiro vasos visam a retenção das frações pesadas; e o último, contendo raízes, destina-se a promover o aprisionamento, por aderência, do óleo que porventura se escôe dos vasos precedentes. — **B** — montagem adotada na 5.ª experiência, idêntica à anterior, porém sem o saquinho, que foi substituído por um dispositivo decantador.

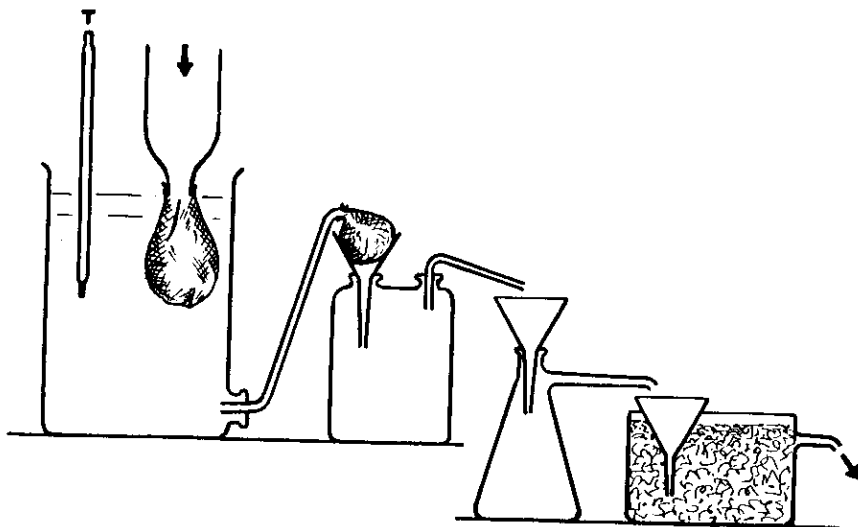


FIGURA 3. — Montagem de 4 vasos, em série (sexta experiência), idêntica à da fig. 2, acrescentando-se um segundo saquinho, na passagem do primeiro para o segundo vaso.

3.4 — QUARTA EXPERIÊNCIA

O total de vapor utilizado foi de 696 kg e correspondeu ao consumo básico, da ordem de 11.600 kg/m^3 de carga.

Apurou-se uma produção de 73 gramas de óleo, ou seja, um rendimento de 1,12 por cento sobre o peso do material seco. A única anomalia verificada foi a coloração escura do óleo, não constatada nas experiências precedentes, cujo motivo só poderia ser atribuído a circunstâncias estranhas à experiência e que, a não ser por esse pormenor, não lhe alteraria o resultado.

A comparação entre este ensaio e o anterior ficou prejudicada pelo acidente ocorrido na retenção do óleo, conforme foi mencionado na terceira experiência.

3.5 — QUINTA EXPERIÊNCIA

O total do vapor consumido foi de 728 kg, o que correspondeu ao nível básico de 12.130 kg/m^3 de carga.

Registrou-se a vazão de 40 litros/hora de condensado e de 48 litros/hora, respectivamente, sob as pressões de 1,5 e de duas atmosferas,

do vapor na entrada da dorna. A temperatura média do condensado foi mantida entre 60 e 70°C, sendo que a do condensador foi 72°C e a da água de refrigeração, na saída do aparelho, de 92°C.

A produção de óleo foi pequena, acusando 37 gramas, obtidas unicamente no primeiro período da destilação. No dia seguinte, o recolhimento foi feito separadamente, só tendo sido constatados traços de óleo. O rendimento final foi da ordem de 0,58 por cento.

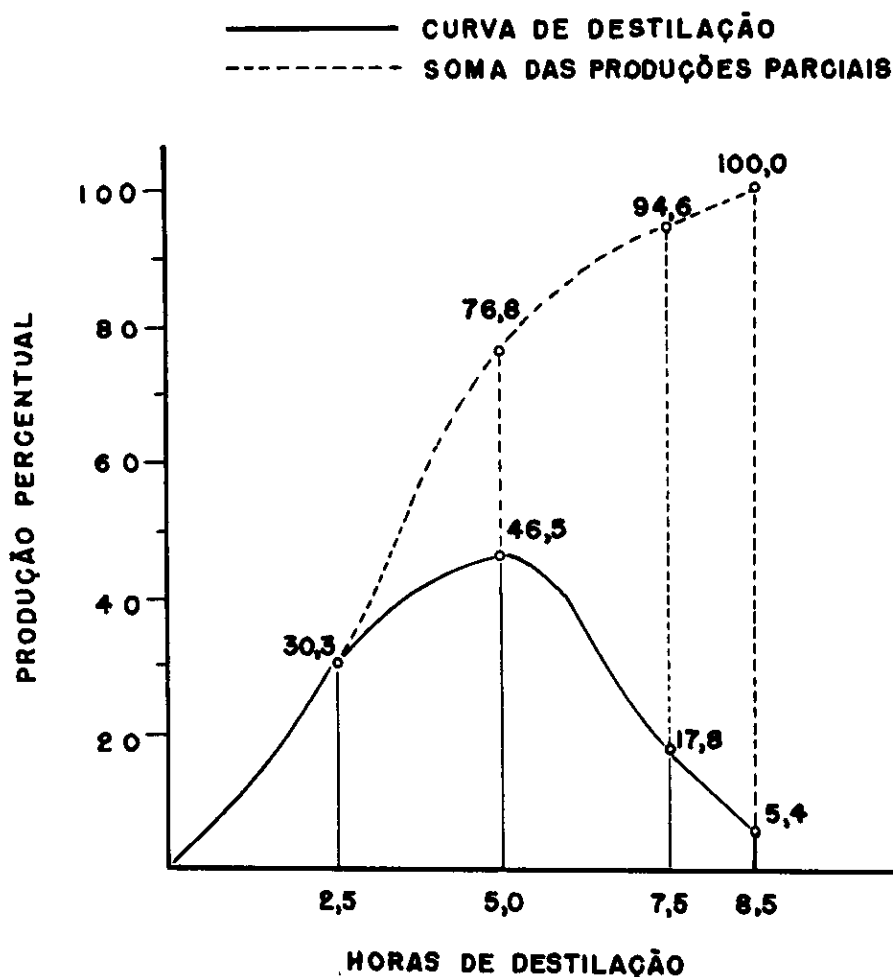


FIGURA 4. — Curva de destilação obtida na décima experiência, determinada em 4 sub-períodos da extração.

Adotou-se a mesma montagem dos vasos separadores dos três ensaios precedentes, no primeiro período da destilação. No segundo período, o primeiro vaso foi substituído por outro, com dispositivo especial para a retenção das frações pesadas e com o objetivo de se verificar, também, a quantidade obtida no primeiro. O novo conjunto dos vasos obedeceu ao esquema apresentado na fig. 2-B.

Antes de se iniciar o segundo período da destilação, foram retirados 6 litros de água do fundo da dorna e, no final, mais 8 litros. A média de consumo de água de resfriamento do condensado foi de 356 litros/hora, tendo a temperatura da água, na entrada do aparelho, variado entre 23 e 25°C.

3.6 — SEXTA EXPERIÊNCIA

Foram gastos 400 quilos de vapor durante a destilação, ou seja, um consumo de 6.670 kg/m³ de carga.

A vazão do condensado foi de 40 litros/hora, uniformemente, sendo a sua temperatura mantida entre 60 e 70°C, ao passo que a do condensador foi de 72°C e a da água de resfriamento, na saída do aparelho, de 92°C.

A produção de óleo totalizou 90 gramas, isto é, apresentou um rendimento de 1,25 por cento, exibindo o produto a cor âmbar peculiar e características gerais aparentemente boas.

Adotou-se o mesmo sistema de separadores da terceira e da quarta experiências, com a diferença de não ter sido colocado o algodão no interior do saquinho retentor de óleo. Foi, todavia, colocado um segundo saquinho na passagem do primeiro para o segundo vaso (fig. 3). O tecido usado foi o cretone desengomado. Verificou-se que a quase totalidade do óleo ficou retida no primeiro saquinho, sendo mínimo o remanescente no outro.

3.7 — SÉTIMA EXPERIÊNCIA

A vazão do condensado foi de 40 litros/hora, sob a pressão de vapor de 1,5 atm, passando a 48 litros/hora ao se elevar para duas atmosferas. O condensado foi mantido entre 60 e 70°C, sendo 72°C a temperatura média do condensador e de 92°C a da água de resfriamento, na saída do aparelho.

Consumiram-se 344 kg de vapor, correspondentes a uma utilização básica de 5.730 kg/m³ de carga.

O óleo obtido pesou 90 gramas, ou seja, apresentou um rendimento de 1,03 por cento, exibindo uma coloração âmbar claro e exalando um aroma agradável.

A montagem dos vasos separadores foi a mesma da experiência anterior. Ao se aumentar a pressão, de 1,5 para duas atmosferas, a destilação do óleo passou a ser bem perceptível. Por ter-se revelado desnecessário, na experiência precedente, não foi utilizado o saquinho retentor do segundo vaso de separação.

3.8 — OITAVA EXPERIÊNCIA

Consumiram-se 450 kg de vapor no decorrer dessa experiência, o que equivale a 7.500 kg/m³ de carga.

O fluxo do destilado foi da ordem de 30 litros/hora, mantido a 50-60°C, tendo a água de refrigeração atingido a temperatura média de 90°C na saída do condensador.

A produção de óleo correspondeu ao seguinte: primeiro período obteve-se a quantidade de 97 gramas, ou seja, 85 por cento do total e, no segundo, 17 gramas, isto é, 15 por cento da produção global. O rendimento foi de 1,42 por cento, cabendo ao primeiro período 1,21 por cento e, ao segundo 0,21 por cento. O óleo possuía côr âmbar claro e bom aroma.

A montagem dos vasos separadores foi idêntica à das duas experiências anteriores.

O ensaio diferiu quanto ao tempo, que foi mais longo, e quanto à pressão mais baixa do vapor, além do preparo prévio diferente do material.

3.9 — NONA EXPERIÊNCIA

O total do vapor utilizado durante a destilação, foi de 450 kg, dando um consumo básico de 7.500 kg/m³ de carga.

A vazão do condensado regulou 30 litros/hora e a sua temperatura foi mantida entre 50 e 60°C. A temperatura média do condensador foi de 62°C e a da água de refrigeração, na saída do aparelho, de 90°C.

No primeiro período, obtiveram-se 66 gramas de óleo, correspon-

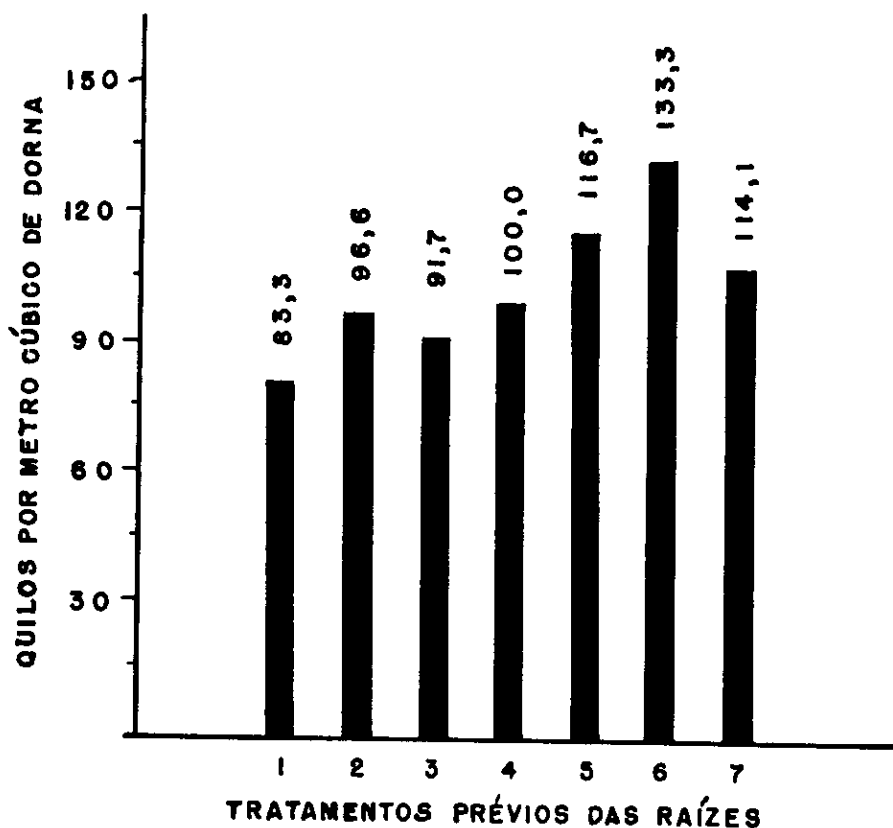


FIGURA 5. — O gráfico mostra as diferentes densidades de carga, expressas em quilos de raízes por metro cúbico de dorna, de acôrdo com os tratamentos prévios.

dendo a 86,6 por cento do total e, no segundo, 10 gramas, ou seja, 13,16 por cento. O rendimento foi de 1,38 por cento sôbre o pêso do material sêco.

Os vasos separadores foram montados de maneira idêntica à da sexta experiência (fig. 3), em razão dos melhores resultados obtidos. A única variável, nesta destilação, foi a alteração do tratamento prévio do material.

3.10 — DÉCIMA EXPERIÊNCIA

O total de vapor utilizado foi de 255 kg, correspondentes a um consumo básico, da ordem de 4.250 kg/m³ de carga.

A vazão do condensado foi de cêrca de 30 litros por hora, tendo a sua temperatura sido mantida entre 40 e 50°C, mais baixa, portanto, do que a das destilações anteriores. A média do condensador foi de 54°C e a da água de refrigeração, na saída do aparelho, de 80°C.

O óleo essencial foi recolhido em quatro parcelas correspondentes a três sub-períodos de 2 1/2 horas e a um último de uma hora de destilação. Os dados, em produções e em rendimentos, aparecem no quadro 1.

Na figura 4, acham-se registradas as curvas de destilação referentes a esta experiência, expressando as porcentagens do óleo extraído em cada um dos quatro períodos e os dados acumulados.

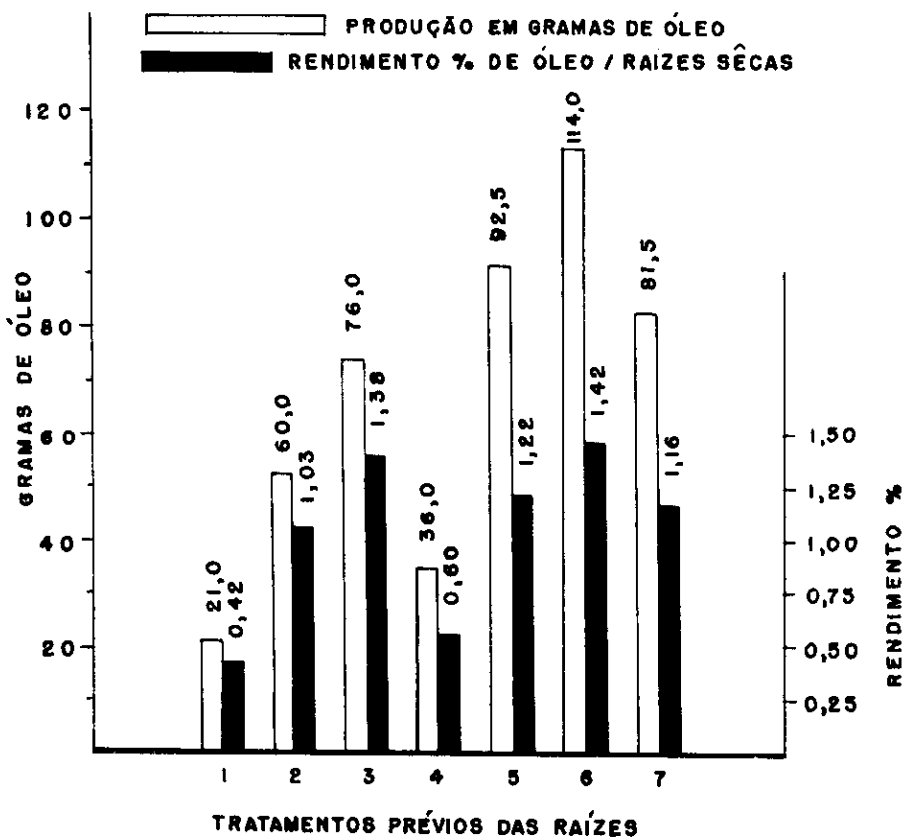


FIGURA 6. — Produções em gramas e rendimentos percentuais de óleo, calculados sôbre o pêso sêco das raízes destiladas, relativos aos 7 tratamentos prévios.

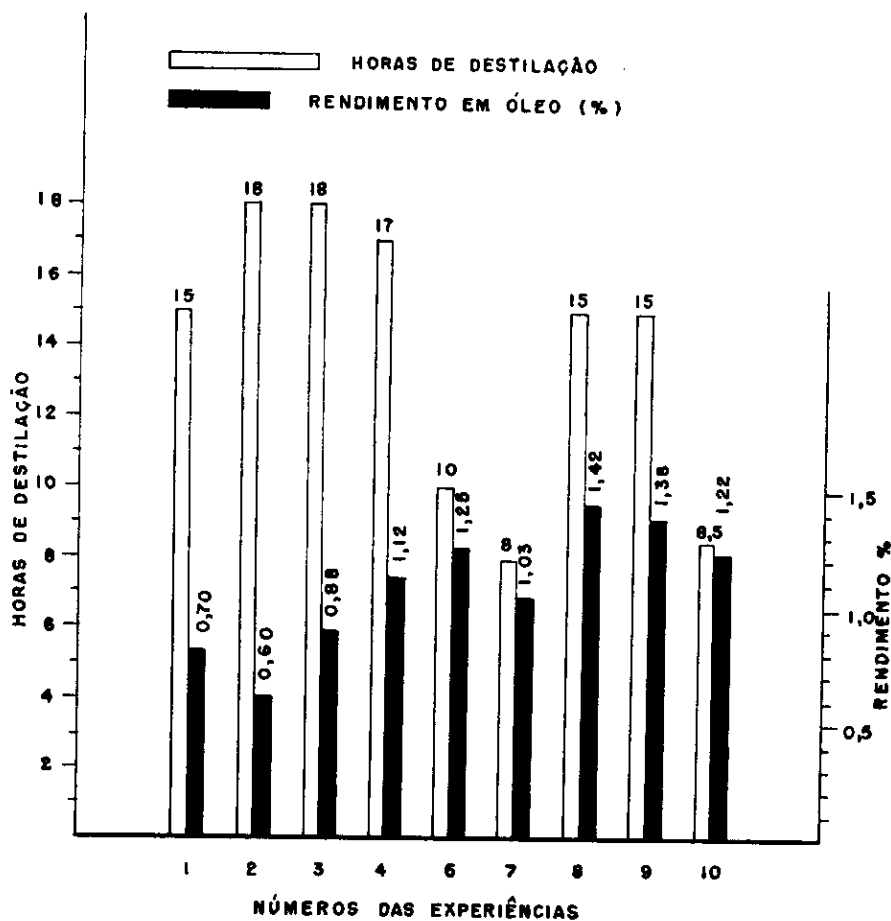


FIGURA 7. — Rendimentos percentuais em óleo essencial, relativos às 10 experiências efetuadas.

4 — DISCUSSÃO

O objetivo, ao se programarem as experiências realizadas, foi, principalmente, o de se estudar os efeitos dos fatores variáveis capazes de interferir na marcha do processo de destilação do vetiver, para se poder adotar, em experiências futuras, um roteiro mais estreitamente delimitado, com a eventual eliminação das medidas que fôsem julgadas desnecessárias ou prejudiciais.

QUADRO 1. — Produções e rendimentos de óleo essencial obtidos em subperíodos de 2 1/2 horas de destilação, sendo o último de uma hora, na 10ª experiência de destilação de raízes de vetiver.

Subperíodos de destilação	Produção de óleo	Porcentagem dos subperíodos sobre o total	Rendimento sobre o peso seco
	<i>gramas</i>	<i>%</i>	<i>%</i>
1º — até 2 1/2 horas	28,0	30,3	0,37
2º — de 2 1/2 a 5 horas	43,0	46,7	0,57
3º — de 5 a 7 1/2 horas	16,5	17,8	0,22
4º — de 7 1/2 a 8 1/2 horas	5,0	5,4	0,07
Total	92,5	100,0	1,22

4.1 — DENSIDADE DE CARGA

Quanto mais fino fôr picado, tanto maior será o peso do material que poderá ser carregado na mesma dorna. Isso indica que há um visível proveito em se operar com a maior densidade de carga possível, em razão da economia em tempo, em mão-de-obra e em combustível para a caldeira. No caso específico do vetiver, não há desvantagem na extração com carga muito compacta, dada a própria natureza do material, a qual favorece a circulação do vapor no alambique (fig. 5).

O custo adicional da operação de picagem das raízes é mais do que coberto pelas vantagens que se obtêm com êsse trabalho. Já que não há alteração, praticamente, no rendimento, a produção global do óleo, em cada destilação, aumentará com o acréscimo da carga no alambique.

Nos ensaios preliminares, a picagem grossa foi efetuada manualmente, a facão, ao passo que as picagens média e fina foram com o auxílio de um picador motorizado de forragem, provido de facas montadas em um disco giratório. Êsse picador, entretanto, mostrou não ser o tipo indicado ou apropriado para o caso do vetiver, por provocar o enrolamento e engasgamento das raízes nas facas. Nesse caso, indicar-se-ia o emprêgo de máquinas do tipo guilhotina.

4.2 — PRODUÇÃO E RENDIMENTOS

Os valores relativos à produção e aos rendimentos, registrados na fig. 6, indicam, também, acréscimo para o material macerado previamente e submetido a uma picagem fina. Os resultados ali expostos não podem, contudo, ser aceitos como definitivos, porquanto, outros fatores, tais como o tempo de destilação, o sistema de aquecimento, as temperaturas do vapor ou as de recebimento do condensado no vaso separador, foram variáveis e, como tais, não permitem termos de comparação.

O gráfico em questão mostra, apenas, os resultados obtidos nas experiências feitas. Essas destilações preliminares tiveram o objetivo principal, conforme já foi explicado, de fornecer as diretrizes desejadas para a realização futura de novas experiências, indicando as condições mais favoráveis e possibilitando a eliminação do maior número possível dos fatores variáveis, para poder restringir o campo de investigações a objetivos mais definidos.

Indicações obtidas com a realização desses ensaios, como as relativas ao preparo prévio do material, às melhores temperaturas de recebimento do condensado e àquelas fornecidas pelo emprêgo de artifícios para se obter uma separação mais perfeita do óleo, constituem, já, as bases necessárias para a execução de novos trabalhos.

4.3 — TEMPO DE DESTILAÇÃO E RENDIMENTO

A fig. 7 registra os rendimentos obtidos e a duração da destilação nos ensaios efetuados. Pelas mesmas razões citadas no caso anterior, também aqui não se pode ainda estabelecer uma relação entre o tempo de extração e o rendimento em óleo. Outros fatores interferiram nos resultados obtidos, fatores esses representados por tratamentos isolados, visando fornecer informações individuais que se destinavam, justamente, a estabelecer normas para futuros ensaios de destilação do vetiver, inclusive alguns do estudo do rendimento em óleo essencial em função do tempo de destilação.

Esses tratamentos isolados foram, aliás, de bastante utilidade, pois, demonstraram a melhoria dos rendimentos à medida que aperfeiçoamentos foram sendo introduzidos no sistema de separação, os quais permitem, através de dispositivos especiais, a retenção, com mais precisão, de quantidades pequenas de óleo, condições indispensável em trabalhos dessa natureza. A questão da temperatura de recebi-

mento do condensado, no vaso de separação, e vários detalhes concernentes à pressão e à temperatura do vapor, também foram investigados, de molde a proporcionar as indicações preliminares requeridas.

5 — CONCLUSÕES

O exame dos resultados obtidos com a realização da série das destilações experimentais, permite que se adote, como rumo, para o planejamento dos novos trabalhos a serem desenvolvidos, as indicações seguintes:

Melhores resultados foram obtidos com a maceração prévia e picagem fina das raízes. A máquina apropriada para a picagem do material será, preferivelmente, a do tipo guilhotina;

Os estudos a serem feitos deverão estabelecer a melhor relação entre o tempo de destilação e a pressão e temperatura do vapor, visando o máximo de rendimento e o aprimoramento da qualidade do óleo;

O aquecimento externo e indireto, suplementar, da dorna, parece não ter melhorado o rendimento. Contudo, nas instalações comuns, é recomendável o isolamento térmico, para se evitar a excessiva condensação no interior da dorna, uma das condições responsáveis pela diminuição da capacidade de volatilização dos alambiques;

Recomenda-se a manutenção da temperatura do condensado, na saída do condensador, entre 50 e 60°C, pois que, nesse nível, reduzem-se a viscosidade e a tensão superficial do óleo e acentua-se a diferença de densidade entre o óleo e a água, condições que favorecem o processo da separação;

A instalação de filtros retentores, feitos de tecido fino, favorece a captação das gotas de óleo. Esse detalhe básico do processo de separação contribuirá, sensivelmente, para se obter maior precisão nas futuras experiências, visto que, na verificação dos rendimentos, qualquer perda de óleo afeta o resultado e essa circunstância é de muita importância, principalmente na destilação de pequenas amostras. Além do mais, essa inovação constitui, por si mesma, um aspecto a ser investigado e desenvolvido na realização de estudos de separação do óleo de vetiver, que estão programadas.

A CONTRIBUTION OF THE STUDY OF VETIVER ROOTS DISTILLATION

SUMMARY

Because of the high boiling point of its chief volatile constituents, and their high viscosity, the distillation of vetiver roots is beset with considerable difficulties, particularly in regard to the separation of the oil from the distillation water. Its high peculiar viscosity and the troublesome emulsion which may occur make oil separation rather complex.

Distillation is usually carried out in 24 to 48 hours, depending on several factors which may affect the processing time. Tests listed below were intended to give better condition for further studies, including the shortening of cooking time.

Preliminary tests distillation of vetiver roots were performed in a pilot distilling unit. Several sets of test distillation, employing both long and chopped roots, combining with dried and wet roots were made up. Better results were obtained when wet and finely chopped roots were used.

It was found that separation improved as condensate temperature increased. By regulating the temperature of the water into the condenser, it was possible to check the milky emulsion and save some oil from being carried over through the outlet pipe fitted at the bottom of the separating can. Best temperature range lies between 50°C and 60°C as at this level oil viscosity is also lowered and specific gravity decreased.

Separation process can be better accomplished if adequately shaped separating receivers are to be used.

By fitting a small cotton sackcloth at the separating can inlet pipe, oil separation is rather improved. This side of the process, however, must be further developed.

LITERATURA CITADA

1. GUENTHER, ERNEST. The Essential Oils. Vol. IV, New York, D. van Nostrand Company, Inc., 1949, p| 161-167.
2. INFORZATO, ROMEU & PINTO, A. J. D'ANDRÉA. Sistema radicular do vetiver (*Vetiveria zizanioides* Nash). *Bragantia*, 18:[337]-341. 1959. ..