

ÓLEO ESSENCIAL DE CITRONELA FRACIONADO EM COLUNA DE DESTILAÇÃO A VÁCUO

**Eline Rosset; Stéphani Caroline Beneti; Marcos Lúcio Corazza*, Marco Di Luccio*,
José Vladimir de Oliveira**

Laboratório de Termodinâmica, Engenharia de Alimentos, URI – Campus de Erechim. Av. Sete de Setembro, 1621, Erechim – RS, Fone (54) 3520-9000.

**Email: mlcorazza@uricer.edu.br, diluccio@uricer.edu.br*

RESUMO

O uso de óleos essenciais vem crescendo em todos os segmentos das indústrias de alimentos, farmacêutica e química. O processo de destilação a vácuo em modo batelada possibilita o fracionamento e enriquecimento de produtos de interesse, de alto valor agregado, que estão presentes em pequenas quantidades nos óleos. A operação em pressões reduzidas permite maior flexibilidade nas condições de processo e utilização de condições amenas de temperatura, minimizando a degradação térmica dos compostos termolábeis. Neste sentido, o objetivo deste trabalho foi avaliar o perfil químico do destilado de uma coluna de fracionamento a vácuo ao longo da operação para o óleo essencial de citronela, variando-se a taxa de refluxo e a pressão do sistema. A utilização da coluna de fracionamento a vácuo estudada possibilitou um fracionamento significativo do óleo essencial de citronela, obtendo-se uma fração rica em citronelal e outra rica em uma mistura de citronelol e geraniol.

Palavras-chave: Destilação a vácuo, processo em batelada, geraniol

1 INTRODUÇÃO

O mercado de óleos essenciais vem apresentando amplo crescimento no âmbito nacional e internacional, devido ao grande número de aplicações encontradas na indústria química, farmacêutica, perfumes, de alimentos e agro-químicos.

Citronela é o nome vulgar de plantas da família das Gramíneas (atualmente denominada Poaceae), do gênero Cymbopogon, conhecidas pela característica repelência de

insetos, fornecendo matéria-prima para a obtenção de óleos repelentes, obtida por destilação a vácuo (BAUER *et al.*, 2001).

O óleo da citronela é usado não somente na área de perfumaria, fabricação de velas, cremes e loções. Este óleo tem um aroma de rosa-floral cítrico, e também é usado para obtenção do citronelal, geraniol e citronelol (BAUER *et al.*, 2001). O citronelal apresenta um odor intenso e característico de limão (NHU-TRANG *et al.*, 2006). É usado amplamente em sabões e detergentes (BAUER *et al.*, 2001). O geraniol é um composto incolor, de odor agradável. Assim como o citronelol tem um odor agradável de rosas, muito usado em perfumaria, em composição de perfumes de rosas, sabão, cosméticos e como *flavor* em indústrias, incluído nos aromas de pêra, melão, maçã vermelha, *blueberry* entre outros. Este é um composto muito difícil de ser isolado na forma pura (GUENTHER *et al.*, 1975).

As colunas de fracionamento a vácuo em modo batelada vêm sendo utilizadas no fracionamento de óleos essenciais, já que permitem a utilização de temperaturas amenas, evitando a degradação térmica dos compostos termolábeis. Ainda, o processo é conduzido sem a necessidade de solventes adicionais. Os processos em batelada apresentam boa flexibilidade favorecendo o trabalho com pequenas quantidades.

Neste sentido, o objetivo deste trabalho foi avaliar o perfil químico do destilado de uma coluna de fracionamento a vácuo ao longo da operação para o óleo essencial de citronela, variando-se a taxa de refluxo e a pressão do sistema.

2 DESENVOLVIMENTO

2.1 Material e Métodos

A coluna de fracionamento a vácuo foi construída em vidro de borossilicato, fornecida pela FGG, empresa localizada em Sertãozinho, SP.

O balão contido na base da coluna de fracionamento era adicionado de 300 mL de óleo de citronela. O uso do vácuo tem como objetivo principal a redução da temperatura de ebulição dos compostos, permitindo assim uma temperatura de operação mais amena. A taxa de refluxo era ajustada através do temporizador do eletro-ímã, que permite a drenagem do condensado para a coluna ou então para o amostrador.

As amostras eram coletadas de forma pontual. A Figura 1 apresenta o diagrama esquemático da coluna de destilação.

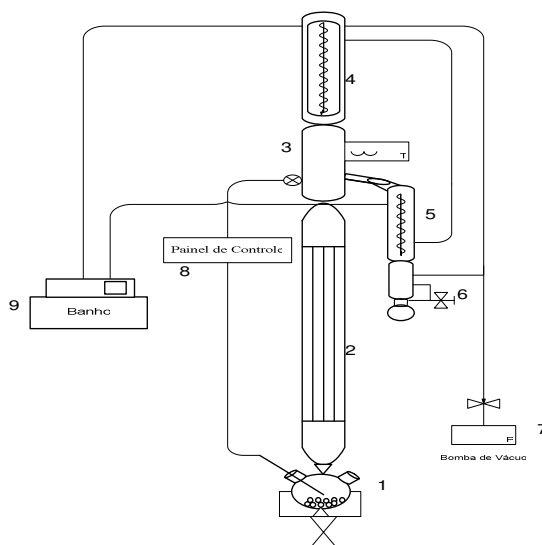


Figura 1: Diagrama esquemático da coluna de fracionamento. (1) – Balão de ebulição; (2) – Coluna de Fracionamento; (3) – Controlador do refluxo, temperatura do topo e saída para o amostrador; (4) – Condensador de vapores; (5) – Condensador secundário para o amostrado; (6) – Válvula de controle de vácuo na entrada da coluna, frasco coletor de amostra e balão de amostragem; (7) – Bomba de vácuo; (8) – Painel de controle; (9) – Banho de água refrigerada para os condensadores.

A Tabela 1 apresenta as condições experimentais dos ensaios realizados para o óleo essencial de citronela (*Cymbopogon winterianus*).

Tabela 1: Planejamento experimental realizado para o óleo essencial de citronela.

Experimento	Razão de Refluxo	Pressão
1	1:1 (-1)	5 mbar (-1)
2	1:1 (-1)	15 mbar (+1)
3	10:1 (+1)	5 mbar (-1)
4	10:1 (+1)	15 mbar (+1)
5*	5:1 (0)	10 mbar (0)
6*	5:1 (0)	10 mbar (0)
7*	5:1 (0)	10 mbar (0)

* Condição de ponto central

As análises das amostras foram realizadas em cromatógrafo gasoso (GC), com injetor automático e detector de ionização de chama (FID). Utilizou-se uma coluna capilar polar (RTx-Wax), de 30 m x 0,25 mm x 0,25 µm. A programação de temperatura da coluna seguiu

com manutenção da coluna a 40°C/8 min, aquecimento a 3°C/min até 180°C, seguido de um aquecimento a 30°C/min até 250°C, mantendo-se a coluna nesta temperatura por 3min, totalizando um tempo de corrida de 60 minutos. A temperatura do detector e do injetor foi de 250°C, o gás de arraste utilizado foi hidrogênio ultrapuro, a razão de *split* foi de 1:50.

As amostras continham cerca de 0,04 g de óleo a ser analisado, dissolvidas em n-hexano, completando-se o volume da solução para 1 mL.

2.2 Resultados e Discussão

Frações do óleo essencial de citronela eram coletadas em intervalos de 30 minutos e o final do processo era determinado em função da quantidade aproximada que restava no fundo. O óleo essencial de citronela era concentrado em torno de 7 vezes, o que é convencionalmente chamado de *7 fold*, definido como razão entre a concentração final de óleo no produto de fundo e a concentração inicial do mesmo, presente na amostra original (não processada) do óleo. O tempo de operação era relativo de acordo com as variáveis do processo.

A Figura 2 apresenta a variação na composição do destilado do óleo essencial de citronela para os experimentos 1 e 2, para os compostos limoneno, citronelal, citronelol e geraniol, que são os compostos majoritários para este óleo. O limoneno em ambos os experimentos é o primeiro a ser removido do sistema, assim sua concentração só é percebida no primeiro ponto de amostragem. O citronelal é o composto removido na seqüência, até sua completa remoção. Os compostos citronelol e geraniol apresentaram dificuldades na separação, devido a similaridade entre as moléculas.

Nota-se ainda, na Figura 2, que ao diminuir a pressão do sistema, mantendo-se a condição de refluxo, constata-se que o tempo de operação varia.

Os resultados dos ensaios 3 e 4 são apresentados na Figura 3. Com uma maior razão de refluxo, um tempo de operação maior é necessário para o esgotamento dos compostos. Entretanto, estes apresentam uma concentração ligeiramente mais elevada em comparação aos experimentos realizados com refluxo de 1:1. Um tempo menor de operação é vantajoso, pois além da maior produtividade do processo, os compostos do óleo essencial são expostos a altas temperaturas por menos tempo, diminuindo a degradação dos mesmos. As concentrações de geraniol e citronelol são maiores no experimento 3 quando comparados ao experimento 4.

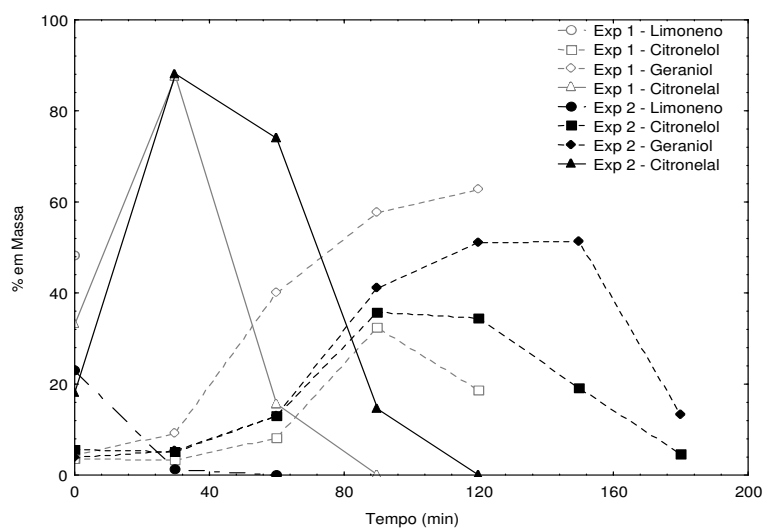


Figura 2: Variação da composição do destilado do óleo essencial de citronela.

Condições experimentais: Experimento 1: refluxo de 1:1 e pressão de 5 mbar; Experimento 2: refluxo de 1:1 e pressão de 15 mbar.

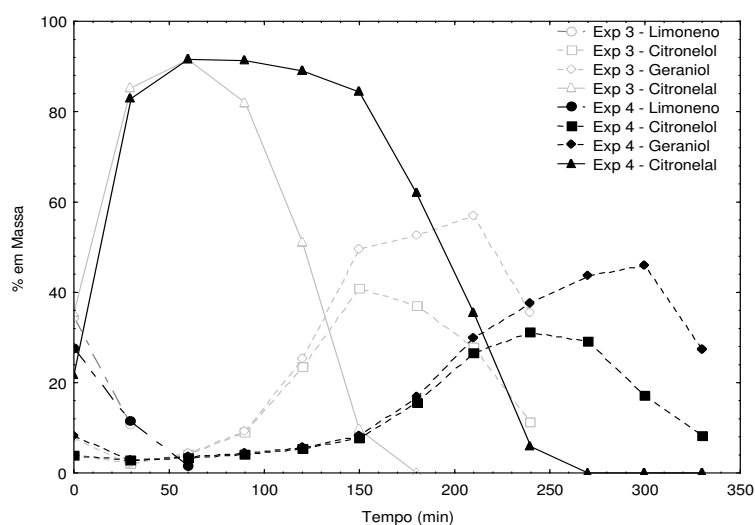


Figura 3: Variação da composição do destilado do óleo essencial de citronela na destilação a vácuo.

Condições experimentais: experimento 3: refluxo de 10:1 e pressão de 5 mbar. Experimento 4: refluxo de 10:1 e pressão de 15 mbar.

A Figura 4 apresenta variação da composição do destilado do óleo essencial de citronela na destilação a vácuo, para os ensaios 5, 6 e 7. Os resultados mostram que há uma boa reprodutibilidade dos experimentos. O comportamento da separação foi o mesmo dos demais ensaios, sendo o limoneno facilmente removido, seguido do citronelal e do citronelol e geraniol.

Não constam dados na literatura frente a destilação e fracionamento do óleo essencial de citronela, não havendo assim a comparação de resultados com trabalhos publicados na literatura.

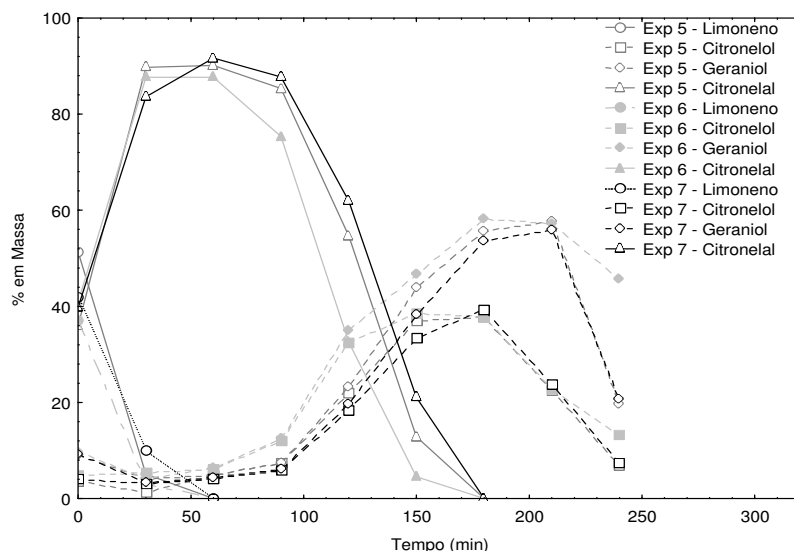


Figura 4: Variação da composição do destilado do óleo essencial de citronela na destilação a vácuo.

Experimento de ponto central: Experimento 5, 6 e 7 refluxo de 5:1 e pressão de 10 mbar.

3 CONCLUSÃO

A coluna de fracionamento apresentou uma boa separação dos compostos para o óleo essencial de citronela permitindo uma concentração de 7 *fold*. É possível obter uma boa concentração de citronelol e geraniol provido da coluna de destilação mediante um ponto de corte depois da remoção do citronelal, de acordo com cada experimento esse tempo de corte varia, os experimentos que apresentam uma melhor concentração dos compostos com um menor tempo de operação são os mais viáveis, pois evitam a exposição excessiva dos compostos as altas temperaturas.

REFERÊNCIAS

BAUER, K.; GARBE, D.; SURBURG, H. **Common fragrance and flavor materials.** Preparation, properties and uses fourth, completely revised edition. Wiley-VCH. Germany. 2001.

GUENTHER, E.; ALTHAUSEN, D. **The essential oils**: volume 2: the constituents of essential oils. Malabar (USA): Krieger Publishing Company, 1975.

NHU-TRANG, T.T.; CASABIANCA, H.; GRENIER-LOUSTALO, M. F. Authenticity control of essential oils containing citronellal and citral by chiral and stable-isotope gas-chromatographic analysis. **Anal Bioanal Chem.** v. 386, p. 2141–2152, 2006.