

ANÁLISE ESTATÍSTICA E CURVA DE SUPERFÍCIE DOS RENDIMENTOS DA EXTRAÇÃO POR SOLVENTE DO ÓLEO DE PINHÃO MANSO

B. K. S. A. ANDRADE¹, J. I. SOLETTI¹, S. H. V. de CARVALHO¹

¹ Universidade Federal de Alagoas, Departamento de Engenharia Química
E-mail para contato: bazkarolinne@gmail.com

RESUMO – O pinhão manso é uma fonte rica em óleo e de fácil cultivo. Desta forma, este trabalho tem como objetivo estudar o processo de extração por solvente do óleo de pinhão manso. Na extração por solvente foram avaliados o método (Soxhlet e contínuo), a granulometria (Tyler # 14/20 e # 28), o solvente (etanol e metanol) e o tempo (1 e 3 h). Através de análises estatísticas foi observado a influência dessas variáveis no rendimento do processo. O solvente, o tempo e a interação solvente/método se apresentaram como uma variáveis determinantes sobre o rendimento. Através desses resultados foi possível desenvolver um modelo do processo de extração por solvente em função das variáveis significantes.

Palavras-chaves: Pinhão manso, extração por solvente, óleo.

1. INTRODUÇÃO

O pinhão manso (*Jatropha curcas* L.) é cultivado no continente americano desde a época pré-colombiana, porém ainda não é uma espécie totalmente domesticada. Tem sido estudado como potencial matéria-prima na produção de biodiesel devido ao elevado teor de óleo. Além de ser adaptável a condições climáticas variáveis, resistir a longas estiagens, ser rústico e perene, seu ciclo produtivo é de aproximadamente 40 anos (PEREIRA, 2009).

1.1. Extração por solvente

A extração por solvente é uma opção mais eficiente. Independentemente do teor de óleo inicial do material a extrair, o emprego do solvente tem a vantagem de garantir um completo desengorduramento do grão, produzindo um resíduo com menos de 1% de óleo (OETTERER, REGITANO-D'ARCE, SPOTO, 2006; MORETTO & FETT, 1986 citado por CORREIA, 2009)

Consiste em dois processos: um deles rápido e fácil, o de “dissolução”, e o outro mais demorado dependente de “difusão” da mistura de óleo e solventes através da parede celular semipermeável. Assim, durante a extração, a velocidade do desengorduramento da semente é no começo muito rápido, decrescendo com o decurso do processo (MORETTO & FETT, 1986 citado por CORREIA, 2009). Os componentes contidos em uma matriz sólida são extraídos dissolvendo-os em um solvente líquido. A solução obtida chamada de miscela (óleo

+ solvente) é removida do extrator e encaminhada para um evaporador para a remoção do solvente (PEREIRA, 2009).

A extração pode ser realizada pelo método de Soxhlet e pelo contínuo. O primeiro é um processo com bateladas contínuas, onde há acúmulo de solvente junto à amostra. E o segundo como o próprio nome diz é um processo contínuo, sem acúmulo de solvente.

Este trabalho tem como objetivo analisar a eficiência dos processos de extração por solvente, avaliando as variáveis interferentes como: solvente, tempo, método e granulometria.

2. METODOLOGIA

Para a extração por solvente, as sementes de pinhão manso foram trituradas e peneiradas em peneiras da série Tyler (W.S. Tyler, USA) de acordo com duas granulometrias: Tyler #14/20 (1,19/0,84 mm) e #28 (0,59 mm).

A extração por solvente foi realizada em duplicata pelos métodos Soxhlet padrão e contínuo, com etanol e metanol, granulometrias de Tyler #14/20 e #28 e nos tempos de 1 e 3h no equipamento B-811. Os experimentos avaliaram os tipos de métodos, o solvente, a granulometria e o tempo.

Cerca de 10 g de pinhão manso triturado na granulometria determinada foi envolvido em papel filtro e introduzido no extrator. O bquer do equipamento foi preenchido com 250 mL do solvente determinado. O B-811 (Figura 4) foi programado de acordo com o tempo e o método.

As extrações foram feitas segundo o planejamento para o fatorial 2^4 mostrado na Tabela 1. Na qual x_1 é a granulometria, x_2 é o solvente, x_3 é o método e x_4 , o tempo. Em relação à granulometria o fator (-1) representa Tyler #14/20 e o (1), Tyler #28; ao solvente, (-1) é o metanol e (1), etanol; ao método, (-1) é o contínuo e (1), Soxhlet; e ao tempo, (-1) é 1 h e (1), 3 h.

Tabela 1 - Matriz do planejamento 2^4

| Ensaio | Replicata | X ₁ | X ₂ | X ₃ | X ₄ |
|--------|-----------|----------------|----------------|----------------|----------------|
| 1 | 1 | -1 | -1 | -1 | -1 |
| 2 | 1 | 1 | -1 | -1 | -1 |
| 3 | 1 | -1 | 1 | -1 | -1 |
| 4 | 1 | 1 | 1 | -1 | -1 |
| 5 | 1 | -1 | -1 | 1 | -1 |
| 6 | 1 | 1 | -1 | 1 | -1 |
| 7 | 1 | -1 | 1 | 1 | -1 |
| 8 | 1 | 1 | 1 | 1 | -1 |
| 9 | 1 | -1 | -1 | -1 | 1 |
| 10 | 1 | 1 | -1 | -1 | 1 |
| 11 | 1 | -1 | 1 | -1 | 1 |
| 12 | 1 | 1 | 1 | -1 | 1 |
| 13 | 1 | -1 | -1 | 1 | 1 |
| 14 | 1 | 1 | -1 | 1 | 1 |
| 15 | 1 | -1 | 1 | 1 | 1 |
| 16 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 |
| 17 | 2 | -1 | -1 | -1 | -1 |
| 18 | 2 | 1 | -1 | -1 | -1 |
| 19 | 2 | -1 | 1 | -1 | -1 |
| 20 | 2 | 1 | 1 | -1 | -1 |
| 21 | 2 | -1 | -1 | 1 | -1 |
| 22 | 2 | 1 | -1 | 1 | -1 |
| 23 | 2 | -1 | 1 | 1 | -1 |
| 24 | 2 | 1 | 1 | 1 | -1 |
| 25 | 2 | -1 | -1 | -1 | 1 |
| 26 | 2 | 1 | -1 | -1 | 1 |
| 27 | 2 | -1 | 1 | -1 | 1 |
| 28 | 2 | 1 | 1 | -1 | 1 |
| 29 | 2 | -1 | -1 | 1 | 1 |
| 30 | 2 | 1 | -1 | 1 | 1 |
| 31 | 2 | -1 | 1 | 1 | 1 |
| 32 | 2 | 1 | 1 | 1 | 1 |

As misturas óleo-solvente foram conduzidas para o processo de separação no próprio extrator. O rendimento de óleo foi estimado através da diferença entre a massa da amostra inicial e a massa de amostra final.

3. RESULTADOS

Na extração por solvente foi avaliado o solvente, o tempo, o método e a granulometria. A Tabela 2 apresenta os rendimentos obtidos utilizando o etanol como solvente com tempos de extração de 1 e 3h, nos métodos Soxhlet e contínuo em granulometrias de Tyler #14/20 e #28.

Tabela 2 – Rendimentos da extração por etanol e metanol

| Método | Tempo (h) | Granulometria (Tyler #) | Rendimento (%) | |
|----------|-----------|----------------------------|----------------|---------|
| | | | Etanol | Metanol |
| Soxhlet | 1 | 14/20 | 71,46 | 39,47 |
| | | 28 | 78,99 | 41,66 |
| | 3 | 14/20 | 100 | 64,91 |
| | | 28 | 100 | 81 |
| Contínuo | 1 | 14/20 | 64,75 | 23,12 |
| | | 28 | 74,88 | 33,65 |
| | 3 | 14/20 | 100 | 56,91 |
| | | 28 | 100 | 69,91 |

O tempo de imersão da amostra no solvente pelos constantes ciclos que renovavam o solvente possibilitou maiores rendimentos obtidos através do método de Soxhlet. O tempo de 1 hora é insuficiente para atingir o máximo de rendimento da extração. As duas horas a mais proporcionaram um rendimento 30% mais elevado, aproximadamente. Deve-se então analisar a viabilidade do custo do processo em função do rendimento.

O rendimento apresentou uma pequena elevação para uma menor granulometria. Isso pode ser explicado pelo fato do solvente percolar os interstícios da semente mais triturada com maior facilidade.

Realizando uma análise comparativa entre os solventes nota-se uma superioridade do rendimento obtido com a utilização do etanol. Com o metanol, em nenhum dos métodos foi possível obter 100% de extração. Nota-se que o etanol é melhor que o metanol, possivelmente devido à maior polaridade das moléculas envolvidas na extração. Lipídeos costumam ser fracamente polares, como o etanol é menos polar que o metanol é mais solúvel nos óleos, isto garante maiores rendimentos de extração.

3.1 Análise estatística dos resultados

O planejamento experimental do projeto foi feito pelo método fatorial 2^k que consiste em realizar testes com cada uma das combinações da matriz experimental (GALDÁMEZ, 2002). As análises estatísticas foram realizadas com o auxílio do software STATISTICA 12.

Foram obtidos através do STATISTICA os efeitos principais e os efeitos de interações sobre o rendimento. O primeiro é a mudança da resposta média ao alterar um fator de (-1) para (1) com os demais constantes. O segundo, mudança do resultado com a interação de dois ou mais fatores.

Apenas três valores absolutos foram significativos para um intervalo de confiança de 95% (apresentam $p \leq 0,05$). O solvente e o tempo que foram as variáveis que mais contribuíram para aumento do rendimento da extração, muito significativas, e interação solvente/método que reduziu o rendimento é significativa. A influência de cada fator sobre o rendimento pode ser observada na Tabela 3.

Tabela 3 – Efeitos principais dos fatores

| Fator | Efeito | P - valor |
|-------------------|--------|-----------|
| Solvente | 35,80 | 0 |
| Tempo | 31,58 | 0 |
| Solvente x Método | -8,640 | 0,039 |

O fator que mais interfere no rendimento é o solvente, favoreceu o processo promovendo um aumento de 35,80%, seguido pelo tempo, que elevou em 31,58%. O solvente e o tempo apresentaram valores significativos ao nível de 5% de significância ($p \leq 0,05$). A interação solvente/método reduziu o rendimento em 8,6%. O erro padrão foi de 3,866.

Os coeficientes de regressão da Tabela 4 permitiram validar um modelo polinomial para as variáveis analisadas que se mostraram significativos na análise de variância.

Tabela 4 – Coeficiente de regressão para as variáveis significativas

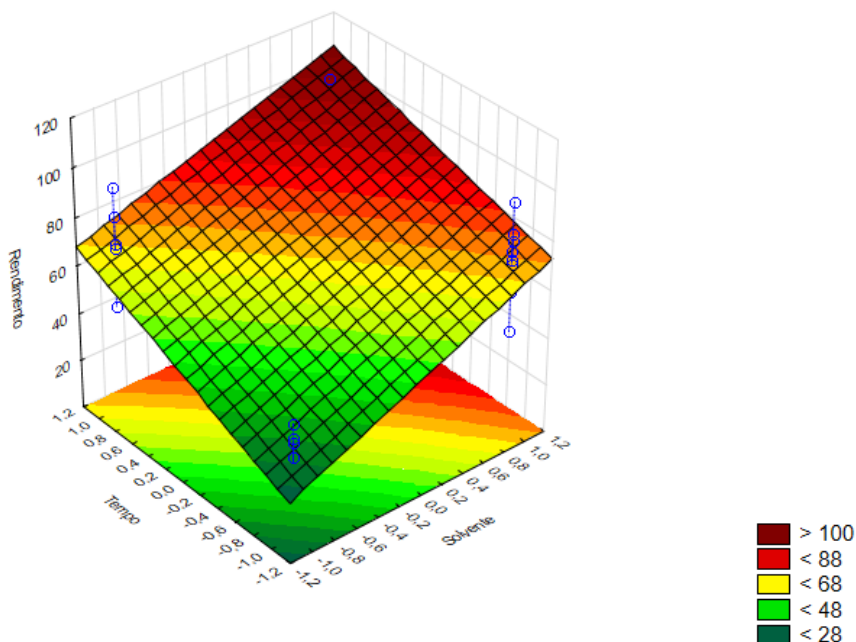
| Fatores | Coeficiente de regressão | Erro padrão | P |
|------------------|--------------------------|-------------|--------|
| Média/Interação | 67,90141 | 1,933109 | 0 |
| Solvente | 17,89953 | 1,933109 | 0 |
| Tempo | 15,79005 | 1,933109 | 0 |
| Solvente x Tempo | -1,59140 | 1,933109 | -8,398 |

O modelo polinomial de terceira ordem da extração por solvente é dado segundo a Equação 1 na qual S é o solvente e T, o tempo.

$$\text{Rendimento óleo (\%)} = 67,90141 + 17,89953S + 15,790T - 1,59140S.T \quad (1)$$

A partir do modelo polinomial foi possível obter as curvas de nível para o rendimento apresentadas na Figura 1.

Figura 1 – Curva de nível para rendimento do óleo



A Figura 1 mostra que o rendimento da extração foi maior quando foi utilizado etanol e tempo 3 horas sendo extraído 100% de óleo. A melhor condição para a extração por solvente é utilizar etanol num tempo de 3 horas.

4. REFERÊNCIAS

- CORREIA, I. M. S.; Extração e Pirólise do Óleo de Girassol (*Helianthus annus L.*) visando a Produção de Biocombustíveis. Universidade Federal do Rio Grande do Norte, **2009**.
- GALDÁMEZ, E. V. C. Aplicação Das Técnicas De Planejamento E Análise De Experimentos Na Melhoria Da Qualidade De Um Processo De Fabricação De Produtos Plásticos. Dissertação apresentada à Escola de Engenharia de São Carlos da Universidade de São Paulo, São Carlos, **2002**.
- MORETTO, E.; FETT, R. Óleos e gorduras vegetais (Processamento e análises). Florianópolis: Editora da UFSC, **1986**.
- OETTERER, M.; REGITANO-D'ARCE, M. A. B.; SPOTO, M. H.. Fundamentos de Ciência e Tecnologia de Alimentos, São Paulo. Ed. Manole, **2006**.
- PEREIRA, C. de S. S.; Avaliação De Diferentes Tecnologias Na Extração Do Óleo Do Pinhão-Mansô (*Jatropha Curcas L.*). UFRRJ - Dissertação de Pós-Graduação em Engenharia Química. Rio de Janeiro, **2009**.