

OPERAÇÕES UNITÁRIAS PARA EXTRAÇÃO DE VEGETAL. ESTUDO DE CASO COM *Equisetum hyemale* (CAVALINHA)

W. M. ROCHA¹, F. G. M. PORTO^{2,3}, T. O. R. BEAN⁴, J. R. D. FINZER¹, L. C. ASSIS¹

¹ Universidade de Uberaba, PPGEQ – Mestrado Profissional em Engenharia Química

²SATIS- Satis Indústria e Comércio Ltda – Araxá – MG

³Univeridade Federal de Uberlândia, PPGEQ- Doutorado em Engenharia Química

⁴FAZU – Faculdades Associadas de Uberaba- Curso de agronomia

RESUMO – Atualmente a preocupação em relação a preservação do meio ambiente e a saúde humana tem se tornado foco no setor agroindustrial, assim a busca de alternativas benéficas a esses meios tem recebido atenção, e estudos para produção de agroquímicos com matérias primas alternativas (plantas medicinais), tem sido analisado. Algumas plantas medicinais apresentam ações de defensivos agrícolas e não resultam em efeitos maléficos ao meio ambiente e ao utilizador. A partir desta perspectiva, o objetivo deste trabalho foi descrever a utilização de operações unitárias na extração de vegetais, especialmente a *Equisetum hyemale* (Cavalinha) por apresentar concentrações de ácido silícico em sua composição. Este composto influencia na melhora da defesa imunológica das plantas, do aumento de tolerância à falta de água e da fotossíntese. Após colher a planta e sua higienização, as operações unitárias envolvidas foram: pré-secagem, moagem, extração sólido-líquido e filtração a vácuo. Realizou-se dezessete configurações experimentais para obtenção dos extratos, assim determinadas pelo método estatístico Planejamento do Composto Central, com variação de tempo de extração, temperatura e massa de solvente. Para avaliação do método de extração, a umidade e a taxa de sólidos extraídos foram quantificadas. Os extratos produzidos com 100g de álcool etílico demonstraram melhor taxa de sólidos extraídos comparados aos extratos com água e álcool.

Palavras-chave: Secagem, Moagem, Plantas Medicinais.

*ABSTRACT – Currently, the concern regarding the preservation of the environment and human health has become a focus in the agro-industrial sector, so the search for beneficial alternatives to these means is receiving attention. To this end, studies on the production of agrochemicals with alternative raw materials (medicinal plants) have been analyzed. Medicinal plants present actions of agricultural defensives and do not result in harmful effects to the environment and the user. Aiming at this segment, the objective of this work is the use of unitary operations in the extraction of vegetables, being used in the study the medicinal plant *Equisetum hyemale* (Horsetail) for presenting concentrations of silicic acid in its composition. This compound influences the improvement of the plants' immune defense, increased*

tolerance to lack of water and improved photosynthesis. The extract was obtained by harvesting Horsetail, after cleaning them, and undergoing pre-drying, grinding, solid-liquid extraction and vacuum filtration. Altogether, seventeen extracts were performed and these were arranged by the statistical method Planning the Central Compound, varying extraction time, temperature and solvent mass. To prove the extraction method, the moisture and the rate of extracted solids were quantified. The extracts produced with 100g of ethyl alcohol showed a better rate of extracted solids compared to the extracts with water and alcohol.

Keywords: Drying, Milling, Medicinal Plants.

1. INTRODUÇÃO

Atualmente o cultivo brasileiro está aberto a uma ampla gama de patógenos, que provocam doenças e causam prejuízo ao agricultor. A utilização de agroquímicos se torna necessária para controle de pragas e doenças, porém estes produtos podem acarretar efeitos nocivos ao utilizador e ao meio ambiente com uso inadequado (GUIMARÃES et al., 2015).

A utilização de operações unitárias aplicadas a plantas medicinais para obtenção de extratos vegetais se torna uma opção interessante, pois esses extratos, por vezes exibem propriedades de controle fitopatogênico e por isso apresentam ação similar à de um defensivo agrícola, contudo, sem seus efeitos nocivos (GUIMARÃES et al., 2015).

Para humanos as plantas medicinais contêm substâncias ou classes de substâncias responsáveis por ações terapêuticas. Atualmente estão sendo utilizadas como recurso alternativo para tratamento de diversas enfermidades em meio agrícola. Por ser matéria orgânica e mais acessível a população, o seu uso apresenta potencial contra pragas e doenças presentes neste meio por conta de suas composições, além de diminuir a degradação de solos (CARNEIRO et al., 2014).

A planta medicinal *Esquisetum hyemale* conhecida como cavalinha, cavalinha-gigante, erva-canudo, rabo-de-cavalo entre outros, apresenta potencial para uso como defensivo agrícola por suas propriedades patógenas. A *Esquisetum hyemale* pertence à família das *Equisetaceae* nativa do continente americano, ela é distribuída por todo território brasileiro sendo mais comum na região Sul do país. É composta por Ácido silícico, Ácido gálico, Resinas, Sais de Potássio, Tiaminas, Luteolina, Saponinas, Compostos Orgânicos (Ca, Mg, Na, F, Mn, Si, S, P, Cl e K), Triglicerídeos (Ácido Oléico, Esteárico, Lenoléico, Elinolênico), Óleos, Flavonóides (Isoquercetina, Esquitrina, Canferol, Galutenina, Fitosterol), Alcalóides (Metosapiridina, Nicotina, Palustrina, Palustrinina), Vitamina C e Taninos. (GUIMARÃES et al., 2015).

A ação do extrato de Cavalinha sobre as plantas atua na indução de sua resistência pela ativação das fitoalexinas, que são metabolitos secundários que demonstram grandes ações na proteção contra vários tipos de patógenos (GUIMARÃES et al., 2015). Com isso, devido as plantas serem organismos eucariontes multicelulares, e à existência de inúmeros microrganismos, cada espécie pode reagir de variadas formas sob ação do extrato de Cavalinha. Essa atuação na indução de resistência se deve a presença de ácido silícico, assim as plantas conseguem absorver silício. Além da indução o sílico consegue

fornecer melhor rendimento de fotossíntese e tolerância a falta de água (PEREIRA JÚNIOR et al., 2010).

O objetivo do presente estudo foi a utilização de operações unitárias para extração de vegetais, notadamente a *Equisetum hyemale* (Cavalinha), por apresentar concentrações de silício em sua composição.

2. OPERAÇÕES UNITÁRIAS PARA EXTRAÇÃO DE VEGETAIS

2.1. Secagem

É definida como uma etapa de transferência de calor entre o produto e o ar de secagem. A retirada de água (umidade) só pode ser realizada até o equilíbrio e o produto não deve perder suas qualidades nutritivas, e preservação de sua aparência. Assim pode-se dizer que a operação faz parte do pré-processamento de produtos, onde visa a retirada de água presente no material mantendo suas principais características (SILVA; AFONSO; DONZELLES et al., 2018).

Durante a secagem, a extração de umidade é obtida por movimentação de água, pela diferença de pressão de vapor d'água entre superfície do material a ser secado e o ar sobre ele. A velocidade de secagem, em questões gerais, depende muito do tamanho da partícula a ser analisada, partículas menores secarão em maior velocidade do que partículas de tamanhos maiores (SILVA; AFONSO; DONZELLES et al., 2018).

Uma das vantagens da exposição do material ao ar aquecido é a diminuição da proliferação de microrganismos, porém uma das desvantagens seria ocorrer um aumento de algumas transformações químicas devido a maior concentração de outros componentes moleculares presentes no material. Um exemplo é em materiais alimentícios com porcentagens consideráveis de óleo, naturalmente poderia ocorrer uma oxidação da gordura conhecida como rancificação (Bobbio, 2001). Assim, realizando a etapa de secagem, parte da umidade será retirada, controlando o crescimento microbiano por não ter um percentual de água necessário para seu crescimento desenvolvendo sua atividade metabólicas (FRANCO et al., 1996)

2.2. Moagem

A moagem é uma operação unitária com finalidade de redução de tamanhos de partículas, pela aplicação de forças de impacto, compressão e abrasão, sendo constantemente utilizada com grãos e cereais. Desta forma a moagem proporciona um novo produto ou apenas aumentar a superfície de contato entre sólido e solvente (ROCHA; SILVA; FERNANDES; FINZER et al., 2018).

As vantagens de redução da extensão de partícula com o processamento se devem ao aumento da relação superfície/volume, aumentando a eficiência de futuras extrações, aquecimentos, resfriamentos, dentre outros. Uniformidade do tamanho do produto é uma vantagem que o processo também apresenta, neste caso para a homogeneidade de produtos (ROCHA; SILVA; FERNANDES; FINZER et al., 2018).

2.3. Extração Sólido-Líquido

Extração define-se como um sistema de separação em que ocorre uma divisão de substâncias em uma mesma fase, essa fase podendo ser sólido ou líquido. Assim extração sólido-líquido ou lixiviação consiste na técnica de solubilizar um ou mais constituintes de uma mistura através do contato com um solvente líquido, com esse método é possível isolar um componente puro a partir de uma mistura por meio da separação deste componente com outros.

Este método pode ser tanto utilizado para a obtenção de uma nova substância quanto para purificação de uma substância. Sendo assim tem-se o interesse na separação de um soluto que seria o produto desejado, ou então, a remoção de impurezas de um sólido agregando valor no material e descartando ou reaproveitando o soluto extraído da substância utilizada inicialmente (COELHO et al., 2015).

2.4. Filtração

Essa operação é utilizada quando se deseja separar partículas sólidas de um fluido através de um meio filtrante, em razão de um diferencial de pressão (por ação da gravidade, ou aplicação de pressão superior à atmosférica, ou ainda sob vácuo), propiciando que o fluido flua através do meio com a consequente formação ou acúmulo do material sólido sobre o meio filtrante, denominada torta (MEIRELLES; DITCHFIELD; PESSOA FILHO; TELIS et al., 2019).

A filtração se constitui em um caso especial de escoamento de fluidos através de meios porosos, em que a resistência ao escoamento vai aumentando à medida que aumenta a espessura da camada da torta formada e/ou o entupimento dos poros do meio filtrante. A operação de filtração pode ser conduzida em condições de diferencial de pressão constante ou a vazão volumétrica constante (MEIRELLES; DITCHFIELD; PESSOA FILHO; TELIS et al., 2019).

Em laboratório o método de filtração mais utilizado ocorre com o papel filtro qualitativo e um funil comum. Outra opção é o método que é usado em análises quantitativas, no qual seu filtro, diferentemente do primeiro método, apresenta menores percentuais de cinzas por serem lavados com ácido clorídrico e fluorídrico e apresentam diversos modelos com inúmeras texturas. Já o funil é um sistema analítico que apresenta um tubo com saída longa, assim em contato com o líquido acelera a operação de filtração (FOUST et al., 1980).

A filtração com funil de Buchner ou Cadinho de Gooch, conhecida como filtração a vácuo, também é uma opção para a operação. Esse método é realizado com auxílio de uma trompa de vácuo e kitassato, onde uma placa plana perfurada é adaptada com um disco de papel filtro, assim com auxílio de vácuo ocorre a sucção, fazendo com que o composto seja separado entre parte líquida e sólida (FOUST et al., 1980).

3. MATERIAL E MÉTODOS

Os equipamentos utilizados nesta pesquisa foram: i) Secador Pardal, um desidratador de pequeno porte e fácil manuseio, modelo New Hobby Digital; ii) Medidor de umidade Mettler Toledo com sistema infravermelho, modelo HE53; iii) Bomba de vácuo Tecnal com sistema de filtração, modelo TE-058; iv)

Balança analítica Bel Engineering, modelo Mark; v) Moinho de fluxo contínuo para grãos e materiais secos Marconi, modelo MA600; e vi) Medidor de pH MS Tecbocon LUCA-210.

A obtenção do extrato de cavalinha foi efetuada pelas seguintes etapas:

- 1) A obtenção da planta é uma das mais influenciadoras etapas do processo, onde são selecionados exemplares mais desenvolvidos e com suas colorações características (Verde-amarelada), e que no laboratório são devidamente higienizadas.
- 2) Segue uma pré-secagem com ar em escoamento na temperatura de 50°C por 1 hora. Isso possibilita a ocorrência de redução de tamanhos com uso de moinho de facas. A Figura 1 apresenta o secador pardal modelo New Hobby Digital utilizado na pré secagem.

Figura 1 –Secador pardal utilizado na pré-secagem



Fonte: Autor (2020)

- 3) A moagem é efetuada visando a diminuição de tamanho das unidades de Cavalinha. A Figura 2 apresenta o moinho de fluxo contínuo Marconi modelo MA600.

Figura 2: Moinho de fluxo contínuo Marconi modelo MA600



Fonte: Autor (2020)

- 4) Após o preparo da Cavalinha com as operações preliminares, efetua-se a extração sólido-líquido. O material (Cavalinha triturada) entra em contato com o solvente, C_2H_5OH (Álcool Etílico) e H_2O (Água), usados no estudo atual. Para a operação, um mecanismo de extração foi montado e na Tabela 1 apresenta-se os equipamentos necessários para o mecanismo. A Figura 3 apresenta o mecanismo montado.

Tabela 1: Materiais para mecanismo de extração

Materiais
Suporte com garra para bureta
Balão fundo redondo com 3 bocas
Condensador Allihn 400mm 2 juntas
Manta aquecedora
Aquecedor com agitador magnético
Termômetro
Barra Magnética de agitação (Peixinho)

Fonte: Autor (2021)

Figura 3: Mecanismo de extração



Fonte: Autor (2020)

- 5) Posteriormente, por filtração a vácuo são separados o sólido da solução lixiviada. A Figura 4 apresenta mecanismo de filtração a vácuo.

Figura 4: Bomba de vácuo com Kitassato e Funil de Buchner



Fonte: Autor (2021)

- 6) Desta forma o extrato e o sólido lixiviado são analisados para quantificação do teor de sólidos e avaliação do desempenho do sistema de separação em termos da concentração de sólidos solúveis e umidade.

O estudo teve seu planejamento ajustado pelo método estatístico Planejamento do Composto Central, onde estipulou 17 extratos. Foram utilizadas três variáveis, concentração do solvente, tempo de extração e temperatura. A Tabela 2 apresenta as variações de extratos do planejamento.

Tabela 2: Variáveis propostas pelo Planejamento do Composto Central

Nº Procedimentos	Temperatura (°C)	Tempo (min)	Solvente (g)
1	25,00000	15,00000	33,3000
2	25,00000	15,00000	100,0000
3	25,00000	75,00000	33,3000
4	25,00000	75,00000	100,0000
5	50,00000	15,00000	33,3000
6	50,00000	15,00000	100,0000
7	50,00000	75,00000	33,3000
8	50,00000	75,00000	100,0000
9	20,58592	45,00000	66,6000
10	54,41408	45,00000	66,6000
11	37,50000	4,40620	66,6000
12	37,50000	85,59380	66,6000
13	37,50000	45,00000	21,4732
14	37,50000	45,00000	111,7268
15	37,50000	45,00000	66,6000
16	37,50000	45,00000	66,6000
17	37,50000	45,00000	66,6000

Fonte: Autor (2020)

Para cada etapa do projeto, a *Equisetum hyemale* apresentou um determinado valor de umidade, na parte *in natura* (ao ser colhida), no processo de pré-secagem e na moagem e os respectivos valores foram importantes para as etapas posteriores. A quantificação foi determinada com o auxílio da balança determinadora de umidade Mettler Toledo Moisture Analyze HE53 demonstrada na Figura 5.

Figura 5: Balança determinadora de umidade Mettler Toledo



Fonte: Autor (2021)

A Mettler Toledo apresenta a massa inicial do sólido e sua perda de massa de H₂O (Água) da *Equisetum hyemale* com o passar do tempo. Assim é possível a realização de cálculos para apresentação da umidade. A equação 1 apresenta a forma de obtenção da massa de água contida no sólido, dada pela diferença de massa de cavalinha inicial pela massa de cavalinha pós secagem:

$$\text{Massa de água} = \text{Massa inicial de sólidos} - \text{Massa final de sólidos secos} \quad (1)$$

Com o resultado de massa de H₂O (Água) calculado, a equação 2 apresenta o cálculo de umidade onde a Massa de H₂O (Água) dividida pela massa final de sólidos secos sendo este valor multiplicado por 100 descobrimos o valor final da porcentagem de umidade:

$$\text{Umidade} = \frac{\text{Massa de água}}{\text{Massa final de sólidos secos}} \times 100 \quad (2)$$

Assim, vemos o Teor de Sólidos apresentado pela equação 3, onde o cálculo nos permite aferir a porcentagem inicial de sólidos na cavalinha:

$$\text{Teor de Sólidos} = 100\% - \text{Umidade} \quad (3)$$

O cálculo da umidade em base seca é apresentado na equação 4, onde a Massa de H₂O dividida pela Massa final de sólidos secos:

$$\text{Umidade em base seca} = \frac{\text{Massa de água}}{\text{Massa final de sólidos secos}} \quad (4)$$

O teor de sólidos no filtrado foi o método adotado para verificação de eficiência da extração sólido-líquido, que permite a verificação da porcentagem de extração do soluto no líquido após a extração, e para tanto a obtenção deste valor se torna possível pela quantificação de umidade, a massa de cavalinha inicial e final e quantidade de extrato produzido ao fim da etapa de filtração. A equação (5) apresenta o método

de cálculo utilizado, onde é apresentado o teor de sólidos no filtrado. O teor é expresso em porcentagem que o extrato absorveu de nutrientes da Cavalinha.

$$\text{Teor de sólidos no filtrado} = \frac{(\text{Massa cavalinha inicial} \times \text{Teor de sólidos}) - \text{Cavalinha pós secagem}}{\text{Extrato final}} \quad (5)$$

4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

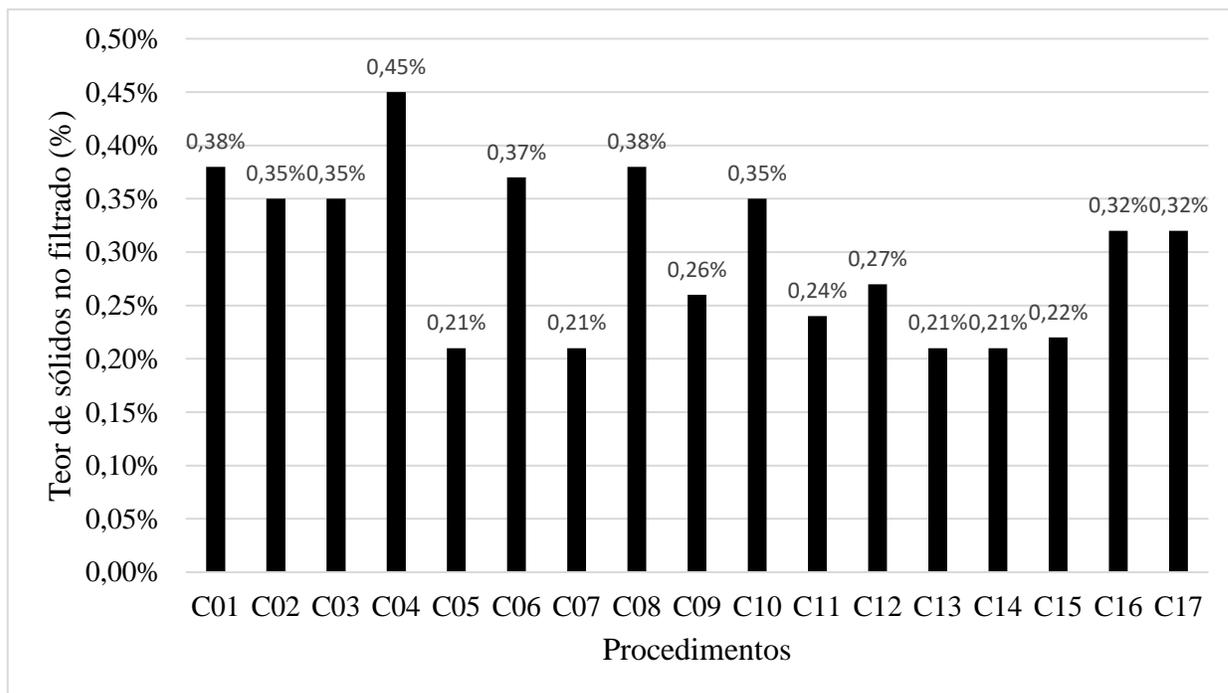
4.1. Umidade

É importante citar que em cada etapa de *operação unitária* que a cavalinha foi submetida, um teor de umidade diferente foi verificado, *in natura* apresentou 69,75% de massa de H₂O (água), após pré secagem 34,36% e posteriormente à moagem entre 23 a 32% de massa de H₂O. A diferença de umidade entre a pré secagem e a moagem se deve a energia que o Moinho Marconi gera em contato com o sólido, ocorrendo aumento de temperatura e assim, perda de H₂O (água). Os valores de umidade podem variar de acordo com a matéria prima.

4.2. Teor de Sólidos no Filtrado

Ao final da filtração, o sólido de *Equisetum hyemale* retido no filtro era levado para a balança Mettler Toledo, e por via de radiação infra vermelho determinava-se a massa final de sólidos secos, possibilitando determinar a umidade e o teor de sólidos no filtrado. O teor de sólidos no filtrado permite verificar a porcentagem de sólidos de *Equisetum hyemale* que o solvente extraiu durante a extração sólido-líquido. O gráfico da Figura 6 apresenta o os resultados quantificados.

Figura 6: Gráfico de barras teor de sólidos no filtrado



Fonte: Autor (2021)

Assim observa-se que os melhores resultados ocorrem nos procedimentos onde o solvente álcool etílico (C₂H₅OH) foi utilizado em 100g, sendo C04, C06 e C08. Desta forma, o solvente puro apresenta a melhor extração de sólidos, porém o ensaio C014 utilizou 111,72g de solvente, e apresentou resultados não satisfatórios comparados aos de 100g álcool etílico, isso se deve a saturação de solvente comparado a massa de sólidos inserida, ocorrendo assim uma baixa absorção de sólidos pelo solvente.

Na Figura 6 é notável que as melhores absorções ocorreram nas variações C04, C06 e C08, estes extratos com 100g álcool. Este fato pressupõe que pelo extrato apresentar maior absorção dos sólidos, ele apresentará maiores porcentagens de componentes ativos da *Equisetum hyemale*, portanto maior potencial em resposta antifúngica.

5. CONCLUSÃO

Além de comprovar o método de extração vegetal, o produto adquirido possui potencial como agroquímico, pois com os solventes determinados para o presente estudo, houve transferência de nutrientes da planta para o líquido, permitindo seu teste em futuros estudos. Além disso, este é um produto orgânico não prejudicial à saúde do utilizador e aos solos.

6. AGRADECIMENTOS

Agradeço a SATIS (Satis Industria e Comercio Ltda), FAZU (Faculdade Associadas de Uberaba), UNIUBE (Universidade de Uberaba) e a FAPEMIG (Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de Minas Gerais), por todos equipamentos e materiais disponibilizados ao projeto, e a todo auxílio que tive por essas instituições.

7. REFERÊNCIAS

LEAL, Marco Antônio. **Produção de fertilizante orgânico de origem 100% vegetal por meio da compostagem**: agroecologia e produção orgânica. Agroecologia e produção orgânica. 2014.

FWLER, João. **Defensivos Agrícolas: saiba o que são, os tipos e a importância dos agroquímicos para a produção rural**. Tecnologia do Campo, Agricultura, abr. 2020.

GUIMARÃES, SS; MAZARO, SM; FREDDO, ÁR; WAGNER JÚNIOR, A. **Potencial de preparados de cavalinha (*Equisetum sp.*) na síntese de metabólitos de defesa em cotilédones de soja (*Glycine max L.*) e o efeito sobre o crescimento de *Rhizoctonia solani* Kuhn, in vitro**. p. 1-7, 2015.

COELHO, Antonio Carlos de Andrade. **EXTRAÇÃO SÓLIDO-LÍQUIDO A QUENTE DE LIPÍDIOS DE ALIMENTOS INDUSTRIALIZADOS**. Universidade Federal de Alfenas, Poços de Caldas-MG, p. 1-31, 2015.

ROCHA, Welisson Martins; SILVA, Aluizio Paulo Rodrigues; FERNANDES, David Maikel; FINZER, José Roberto Delalibera. **Production of Pequi Powder by Drying Pulp**. *Scientific Research: Agricultural Sciences*, Uberaba-Mg, v. 9, n. 8, p. 1-11, 2018.

FOUST, A. S. **Princípios das operações unitárias**. 2.Ed. Rio de Janeiro. 1980

MEIRELLES, Antonio José de Almeida; DITCHFIELD, Cynthia; PESSOA FILHO, Pedro de Alcântara; TELIS, Vânia Regina Nicoletti. **Operações Unitárias**: na indústria de alimentos. Rio de Janeiro: Ltc, 2019. 260 p. 1 v. (1).

MAUL, Aldo Adolar; WASICKY, Roberto; BACCHI, Elfriede Marianne. **Extração por fluido supercrítico**. **SciELO**: Revista Brasileira de Farmacognosia. p.1-16, 1996.

ROSSI, Roberto L. de; REIS, Erlei Melo; BRUSTOLIN, Ricardo. **Deteção e quantificação da infecção natural de Exserohilum turcium em sementes de milho e milho pipoca**. Congresso Nacional de Milho e Sorgo, Águas de Lindóia-SP, p. 1-7, 2012.

PEREIRA JÚNIOR, Péricles; REZENDE, Pedro Milanez; MALFITANO, Stephan Carvalho; LIMA, Rafaela Karin; CORRÊA, Luíza Vasconcelos Tavares; CARVALHO, Everson Reis. **Efeito de doses de silício sobre a produtividade e características agrônômicas da soja [Glycine max (L.) Merrill]**. **SciELO**: Ciências Agrárias, Lavras-Mg, v. 34, n. 4, p. 908-913, ago. 2010.

GAVA, ALTANIR J. **Princípios de Tecnologia de Alimentos**. 1. ed. São Paulo: Nobel, 1984. 200p.

FRANCO, BERNADETTE DORA GOMBOSSY DE MELO; LANDGRAF, MARIZA. **Microbiologia dos alimentos**. São Paulo: Editora Atheneu, 1996.

BOBBIO, PAULO A; BOBBIO, FLORINDA ORSATI. **Química do processamento de alimentos**. 3. ed. São Paulo: Varela, 1992.