



## INFLUÊNCIA DO TAMANHO DA PARTÍCULA E DA AGITAÇÃO NA EXTRAÇÃO DE SOLÚVEIS

C.E.F. BORGES<sup>1\*</sup>, M.G. COSTA<sup>2</sup>, E.U. BUCEK<sup>1</sup>, J.R.D. FINZER<sup>1</sup>

<sup>1</sup>(UNIUBE) Universidade de Uberaba, PPGEQ-MP (Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química – Mestrado Profissional)

<sup>2</sup>IADES/AGRONELLI (Instituto Agronelli de Desenvolvimento Social)

\*e-mail: [dinelyefb@hotmail.com](mailto:dinelyefb@hotmail.com)

**RESUMO** – A caracterização do tamanho de partículas em diversas operações unitárias contribui em aspectos como na escolha de equipamentos e nos custos do processo. Na extração sólido-líquido a agitação e o tamanho de partícula exercem influência direta na eficiência da etapa de extração. Neste estudo, foi verificada a interferência do tamanho de partícula e da agitação na taxa e eficiência da etapa de extração sólido-líquido de folhas frescas de nim. A análise das partículas foi realizada após 10 extrações com Shake (n=2) e com agitador com corte (n=2). A metodologia aplicada para determinar o diâmetro médio de partículas >1mm, foi através do “Diâmetro de Feret”, e para quantificar a distribuição de tamanhos foi utilizada a série Tyler e os modelos de Gate-Gaudin-Schuhmann (GGS) e de Rosin-Rammler-Bennett (RRB). Os resultados obtidos demonstram que o agitador com corte, que apresenta maior grau de agitação e gera menor tamanho de partícula, 0,028 cm (n1) e 0,037 cm (n2), foi 343% mais eficiente quando comparado ao processo Shake, que gerou partículas de 1,389 cm (n1) e 1,078 cm (n2). Quanto maior a agitação e menor o tamanho de partícula gerada, maior a eficiência da extração.

### INTRODUÇÃO

A caracterização do tamanho da partícula é no sistema de particulados, uma das características físicas mais relevantes dos sólidos, uma vez que as mesmas podem influenciar na eficácia da etapa de extração, combustão, no transporte de grãos, na compactação, na pigmentação das tintas, entre outros, estando intimamente correlacionadas aos processos industriais (Djamarani *et al.*, 1997; Macías-García *et al.*, 2004). Os sistemas particulados são aplicados em diversos ramos da engenharia, sendo eles de suma importância para a elaboração de equipamentos e aprimoramento de processos em várias operações unitárias, como na extração sólido-líquido (Tadini *et al.*, 2016) onde a intensidade da agitação varia de processo para processo, como o shake que, normalmente, apresenta

uma agitação menos intensa que o misturador mecânico.

A extração sólido-líquido, que também é denominada de lixiviação, ocorre quando um determinado solvente agrega a parte solúvel de um sólido, até atingir o equilíbrio de fases. Quando as partículas do sólido são reduzidas, o soluto entra em contato com o solvente com maior facilidade (Richardson *et al.*, 2002; Treybal, 1981). Sobre a relação entre a partícula do sólido e o processo de extração, Maksimovic e colaboradores (2012) e Kuhn e sua equipe (2017), afirmam que os tamanhos de partículas influenciam de forma relevante na cinética da extração, sendo que, as partículas pequenas, induzem uma maior quantidade de soluto extraído em um mesmo volume de solvente.

O diâmetro médio de partículas grandes (>1mm) pode ser obtido pelo método

“Diâmetro de Feret” ( $D_{fe}$ ) que aplica a relação da imagem planeada, 2D da partícula, ao cálculo da distância entre duas paralelas em relação a altura (“ $F_{máx}$ ”) e a largura (“ $F_{mín}$ ”) da partícula (Peçanha, 2014; Ferreira, *et al.*, 2012, Ozen 2014).

A presença de partículas de tamanhos não uniformes em um sistema, como na produção do leite em pó e do café solúvel, torna-se fundamental a medição e a determinação da distribuição de tamanho de partículas. Entre os métodos usados para determinar a distribuição de tamanhos de partículas, o peneiramento, através da série de peneiras Tyler, é uma técnica utilizada (Tadini *et al.*, 2016). Outros métodos frequentemente empregados na determinação da distribuição de tamanhos de partículas são a distribuição Gate-Gaudin-Schuhmann (GGS) e a distribuição de Rosin-Rammler-Bennett (RRB), com os quais é possível obter o tamanho médio das partículas (Tadini *et al.*, 2016; Cho e Sohn, 2016).

O processo de extração é muito utilizado em plantas com fins alimentares e/ou medicinais. Na elaboração de extratos vegetais, para determinar o método mais eficiente em um menor período de tempo e com menor custo, devem-se realizar ensaios com diversos equipamentos e com diferentes solventes, como por exemplo, o ultrassom, agitadores em hélice, shake, água, etanol, solução hidroalcolica (Wang *et al.* 2014; Bergs *et al.* 2013). A literatura descreve que para o agitador Shake, os níveis de rotação vão de 100 a 200 rpm e o agitador mecânico com corte atinge até 6300 rpm, dependendo do tipo de hélice utilizada (Fleuri e Sato 2008; Stuni *et al.*, 2014)

O vegetal nim, *Azadirachta indica* A. Juss, syn *Antelara azadirachta*, *Melia azadirachta* L., é uma árvore que possui vastas aplicações comprovadas, na agropecuária, na indústria farmacêutica e de cosméticos (Mossini, Kimmelmeier, 2005; Yadav *et al.*, 2016), o que justifica o estudo do processo extrativo de seus órgãos. O extrato de nim pode ser obtido a partir da casca, dos frutos e das folhas, porém, a casca da árvore não pode ser coletada constantemente e os frutos desenvolvem-se, geralmente, entre os meses de

julho a setembro, sendo a folha uma opção viável para a produção de extrato durante todo o ano (Kudom *et al.*, 2011; Mossini e Kimmelmeier, 2005). Estudo realizado por Yadav e colaboradores (2016) demonstrou que o extrato das folhas de nim possui ação antioxidante, anticancerígena, anti-inflamatória, antibacteriana, antiulcera e anti-diabete, sendo um potencial a ser explorado.

## MATERIAIS E MÉTODOS

Foram utilizados 2 métodos de extração por batelada, com renovação de solvente empregando agitação por Shake e agitação mecânica com corte, a temperatura de 24°C, com repetição ( $n=2$ /processo). Para cada ensaio (ambos métodos de extração) foi utilizado 100 g de folhas frescas de nim fragmentadas grosseiramente por corte e agitadas por um período de 4 minutos para cada extração/batelada, totalizando 10 extrações. O solvente utilizado foi álcool etílico P.A. 99,6 °GL. Após cada extração o solvente foi filtrado (extrato), e os fragmentos transferidos quantitativamente aos equipamentos e submetidos à nova extração em mesmas condições. Os extratos foram secos em estufa de circulação de ar forçado a 38°C por 10 dias e pesados em balança semi-analítica com resolução 0,0001g.

Após as 10 extrações no Shake, as partículas obtidas foram determinadas em uma amostragem de 40 partículas, através do diâmetro médio pelo método de Feret (Peçanha, 2014), conforme a Equação (1), onde o “ $F_{máx}$ ” e o “ $F_{mín}$ ” foram determinados com o auxílio de paquímetro.

$$D_{fe} = \frac{F_{máx} + F_{mín}}{2} \quad (1)$$

Após as 10 extrações no agitador mecânico com corte, o diâmetro médio da totalidade das partículas obtidas foi determinado através da distribuição de tamanhos pelos métodos de peneiramento da série Tyler, pelo método de Gate-Gaudin-Schuhmann (GGS) e pelo método de Rosin-Rammler-Bennett (RRB) (Tadini *et al.*, 2016).

A sequência de abertura (mm) das peneiras utilizadas foram: 2,360, 2,000, 0,850, 0,425, 0,300, 0,212, 0,150. O diâmetro médio de partícula, diâmetro de Sauter,  $D_s$ , foi definido pela Equação (2), em que  $X_n$  representa a fração mássica retida na peneira  $n$  ( $\text{g.g}^{-1}$  total) e  $a_n$  é a média da abertura entre duas peneiras (mm).

$$D_s = \frac{1}{\sum_i \frac{X_n}{a_n}} \quad (2)$$

Para o método de Gate-Gaudin-Schuhmann (GGS) foi utilizado a Equação 3, na qual  $X_f$  é a fração mássica do material passante ( $\text{g.g}^{-1}$  total),  $K_{GGS}$  é o parâmetro que caracteriza o tamanho médio da partícula (mm) e  $I_{GGS}$  corresponde a dispersão.

$$X_f = \left( \frac{a_n}{K_{GGS}} \right)^{I_{GGS}} \quad (3)$$

Para a resolução, a Equação (3) foi linearizada conforme fornece a Equação 4.

$$\ln X_f = I_{GGS} \ln \left( \frac{a_n}{K_{GGS}} \right) = I_{GGS} \ln a_n - I_{GGS} \ln K_{GGS} \quad (4)$$

Em relação ao método Rosin-Rammler-Bennett (RRB), utilizou-se a Equação 5, no qual  $K_{RRB}$  é o parâmetro que caracteriza o tamanho médio da partícula (mm) e  $I_{RRB}$  corresponde a dispersão.

$$X_f = 1 - \exp \left[ \left( \frac{a_n}{K_{RRB}} \right)^{I_{RRB}} \right] \quad (5)$$

Para a resolução, a Equação 5 foi linearizada conforme fornece a Equação 6.

$$\begin{aligned} \ln(-\ln(1 - X_f)) &= I_{RRB} \ln \left( \frac{a_n}{K_{RRB}} \right) = \\ &= I_{RRB} \ln a_n - I_{RRB} \ln K_{RRB} \end{aligned} \quad (6)$$

Com relação à agitação realizada no Shake, as rotações por minuto (rpm) foram determinadas em com repetições ( $n=4$ ), com auxílio de cronômetro, colocando-se na

plataforma uma massa de 500 mL de água em balão de fundo chato. A rotação do agitador mecânico com corte foi determinada pelo fabricante como sendo 3450 rpm.

A análise descritiva dos dados foi realizada através do programa Excel (Microsoft Office).

## RESULTADOS E DISCUSSÃO

Ao final da etapa de extração no Shake o diâmetro das partículas, conforme as medições demonstradas na Figura 1 e na Figura 2 atingiu a média de  $1,389 \pm 0,1872$  cm, com 13,480 % de coeficiente de variação (n1) e de  $1,078 \pm 0,1600$  cm, com 14,842 % CV (n2).

Figura 1: Diâmetro de Feret da partícula obtida após extração por shake.

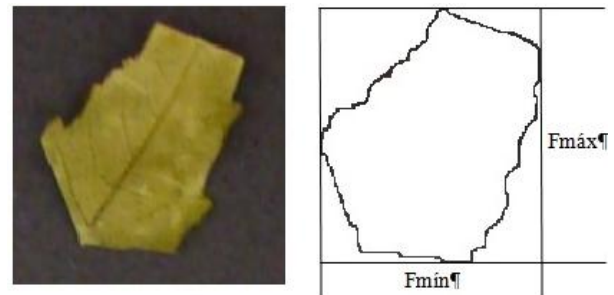


Figura 2: Caracterização da partícula obtida após extração por shake.



Ao final da etapa de extração com agitador mecânico com corte a o diâmetro médio de partícula ( $D_p$ ) foi 0,028 cm para n1 e de 0,037 cm para n2, como apresentado na Tabela 1 para o ensaio n1 e na Tabela 2 para o ensaio n2.

Após a extração no agitador com corte observa-se que, no ensaio n1 a maior % de massa retida foi de granulometria entre 0,300 e

0,212 mm (43,09%), e no ensaio n2 a maior % de massa retida foi de granulometria entre 0,425 e 0,212 mm (60,60%), onde a % massa retida 0,300 e 0,212 mm foi de 19,65%.

Tabela 1: Peneiramento do vegetal realizado após extração no agitador com corte, ensaio n1

Ordem	$a_n$ (mm)	Massa retida (%)	$X_n$ (mm)	$X_f$ (mm)	$D_s$ (cm)
1,000	2,360	0,369	0,004	0,996	0,028
2,000	2,000	0,354	0,004	0,993	
3,000	0,850	9,698	0,097	0,896	
4,000	0,425	7,003	0,070	0,826	
5,000	0,300	4,065	0,041	0,785	
6,000	0,212	43,096	0,431	0,354	
7,000	0,150	16,292	0,163	0,191	
8,000	fundo	19,123	0,191	0,000	
Total	-	100	1,000	-	

Tabela 2: Peneiramento do vegetal realizado após extração no agitador com corte, ensaio n2

Ordem	$a_n$ (mm)	Massa retida (%)	$X_n$ (mm)	$X_f$ (mm)	$D_s$ (cm)
1,000	2,360	7,913	0,079	0,921	0,037
2,000	2,000	4,147	0,041	0,879	
3,000	0,850	10,630	0,106	0,773	
4,000	0,425	21,385	0,214	0,559	
5,000	0,300	19,563	0,196	0,364	
6,000	0,212	19,654	0,197	0,167	
7,000	0,150	6,550	0,065	0,102	
8,000	fundo	10,159	0,102	0,000	
Total	-	100	1,000	-	

Após aplicar a distribuição de tamanhos de Gate-Gaudin-Schuhmann (GGS) e a distribuição de Rosin-Rammler-Bennett (RRB) para ambas repetições com o agitador com corte, observou-se que o modelo que melhor se adequa é o de Rosin-Rammler-Bennett (RRB) conforme mostra a Figura 3 e a Figura 4.

Em relação ao ensaio agitador com corte para n1 o modelo GGS apresentou um  $R^2=0,664$ , não representando a distribuição de tamanhos ideal para esse caso. O modelo RRB apresentou  $R^2=0,961$ , sendo assim, próximo do ideal (1,000). Este mesmo fato foi observado

para o ensaio n2, onde o modelo GGS apresentou um  $R^2=0,824$  (maior que em n1, porém longe do ideal) e o modelo RRB apresentou  $R^2=0,989$ , sendo assim, próximo ao ideal (1,000) e maior que no ensaio n1.

A equação da reta obtida pelo modelo RRB (n1) foi:  $y=-2,102x+11,107$ . Ao aplicar a equação da reta na Equação 6 obteve-se um tamanho médio de partícula ( $K_{RRB}$ ) de 0,019 cm. No início da extração mecânica com corte e extração por Shake as folhas tinham o mesmo tamanho.

Figura 3: Distribuição de Rosin-Rammler-Bennett RRB do peneiramento - ensaio agitador com corte, ensaio n1

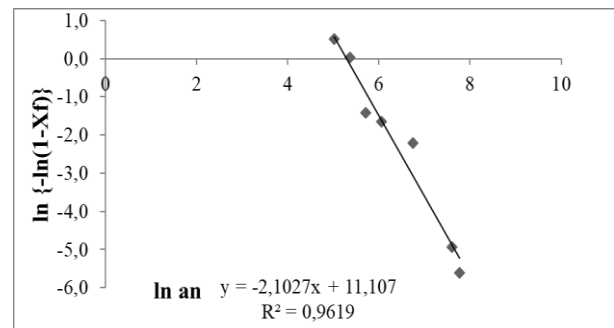
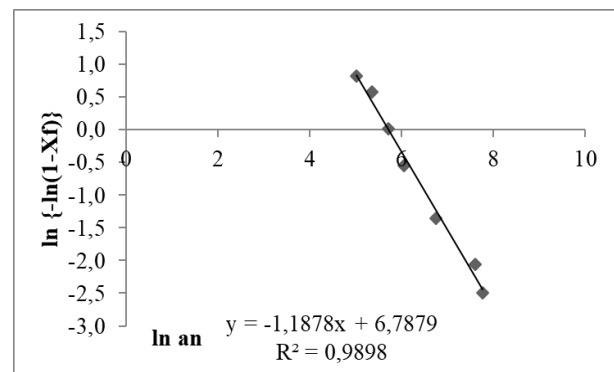


Figura 4: Distribuição de Rosin-Rammler-Bennett RRB do peneiramento - ensaio agitador com corte, ensaio n2



A equação da reta obtida pelo modelo RRB (n2) foi:  $y=-1,187x+6,787$ , que ao aplicar na Equação 6, obteve-se um tamanho médio de partícula ( $K_{RRB}$ ) de 0,030 cm no ensaio agitador com corte. Em ambas as repetições neste ensaio, os diâmetros médios de partículas encontrados ficaram próximos ao valor obtido pela análise da série Tyler e o valor calculado pelo modelo RRB.

Para comparar a influência do tamanho de partícula e da agitação na produção de extrato das folhas de nim, analisaram-se a quantidade de extratos obtidos após secagem a 38°C (extrato seco) tanto pelo processo Shake, quanto pelo processo agitador com corte, representados na Figura 5 e na Figura 6.

Figura 5: Extratos secos obtidos no ensaio n1, método Shake

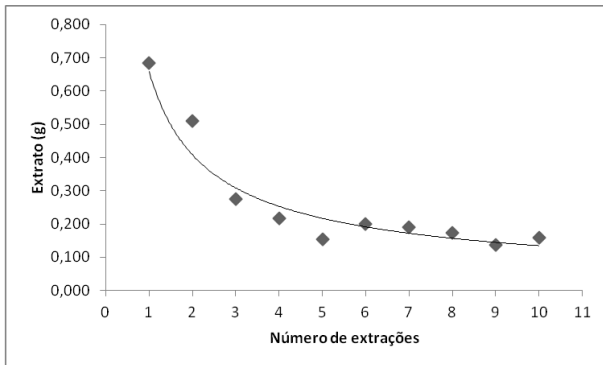
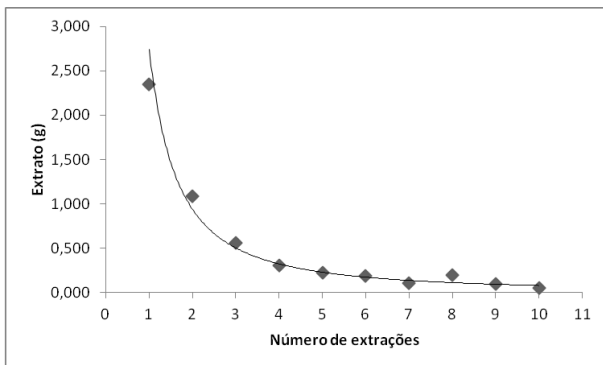


Figura 6: Extratos secos obtidos no ensaio n1, método agitador com corte



Observa-se que para a primeira extração no Shake obteve-se 0,683 g de extrato seco (Figura 6), enquanto no agitador com corte obteve-se 2,347 g, representando 343% de extrato seco obtido a mais em relação processo que o Shake.

A 10ª extração realizada no agitador com corte estava próxima ao esgotamento do soluto no sólido, enquanto que a 10ª extração realizada no Shake, observou-se que ainda que, seriam necessárias mais extrações para aproximar do esgotamento. Destacamos ainda que, para ambos os métodos, a maior queda de obtenção de quantidade de extrato seco em relação à 1ª extração foi na 4ª extração. A partir daí a obtenção de extrato seco, embora descendente, tendeu ao equilíbrio. No ensaio

com agitação com corte (3450,0 rpm), foi obtida maior quantidade em massa de extratos secos totais (5,151 g), enquanto que, para o ensaio Shake, (104,5 rpm), a massa total de extrato seco foi de 2,697 g, confirmando que o método agitador com corte apresenta maior rendimento de extração de solutos presentes nos extratos secos.

Além da agitação, o tamanho de partícula influencia no processo de extração sólido-líquido de forma significativa, fato verificado também no estudo realizado por Kuhn *et al.* (2017), sendo o diâmetro médio de partícula do agitador com corte consideravelmente inferior ao obtido no processo de extração com o Shake.

De acordo com Treybal (1981) as partículas solúveis de um sistema podem estar envolvidas por uma parte insolúvel, sendo necessário que ocorra a difusão do solvente até a partícula solúvel e depois o soluto deve difundir para fora da partícula, por essa razão, a redução do tamanho da partícula contribui de forma relevante na taxa de extração sólido-líquido.

Fenomenologicamente, conforme estudo realizado por Stuaní e colaboradores (2014), a agitação com corte proporciona o aumento da área de interface de transferência de massa em relação ao volume total de um fluido de extração, geralmente, propiciando o fluxo turbulento nessa interface, o que eleva o coeficiente de transferência de massa.

## CONCLUSÃO

Os dados apresentados neste estudo demonstram a importância da agitação e do diâmetro médio de partícula na velocidade e eficiência do processo de extração sólido-líquido da folha de nim. RRB é o modelo que melhor representa a distribuição de tamanhos de partículas. Para os tamanhos de partículas investigados, as que apresentam o menor diâmetro médio demonstraram um maior rendimento de extrato seco contendo os solutos extraídos. Além disso, foi avaliado também que para uma maior agitação, maior será o rendimento. Dessa forma, quanto maior for a agitação e menor o diâmetro médio de partícula, maior será a quantidade de extrato

obtido por extração, encurtando o período de extração.

Existe uma queda da quantidade de extrato seco obtido à partir da 4<sup>a</sup> extração para ambos os métodos estudados, sugerindo que seja realizada a avaliação de custo/benefício na determinação do número ideal de extração.

### NOMENCLATURA

$a_n$	abertura da peneira	(mm)
$\bar{a}_n$	abertura média entre peneiras	(cm)
$D_{fe}$	diâmetro de Feret	(cm)
$D_p$	diâmetro médio de partícula	(cm)
$D_s$	diâmetro de Sauter	(cm)
$F_{máx}$	altura	(cm)
$F_{mín}$	largura	(cm)
GGs	Gate-Gaudin-Schuhmann	(cm)
$I_{GGS}$	dispersão	
$I_{RRB}$	dispersão	
$K_{GGS}$	tamanho médio da partícula	(cm)
$K_{RRB}$	tamanho médio da partícula	(cm)
RRB	Rosin-Rammler-Bennett	(cm)
rpm	rotações por minuto	
$X_f$	fração do material passante (g.g <sup>-1</sup> total)	
$X_n$	fração retida na peneira n (g.g <sup>-1</sup> total)	

### AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem à Fundação de Amparo à Pesquisa de Minas Gerais – FAPEMIG e à UNIUBE pelo apoio financeiro e pelo suporte dado à apresentação deste trabalho no ENEMP 2017.

### REFERÊNCIAS

BERGS, D.; MERZ, J.; DELP, A.; JOEHNCK, M.; MARTIN, G.; SCHEMBECKER, G. (2013), “A Standard Procedure for the Selection of Solvents for Natural Plant Extraction in the Early Stages of Process Development”, *Chem. Eng. Technol.*, Vol 36(10), p.1739–1748.

CHO, J.; SOHN, H. Y. (2016), “Effects of Particle Shape and Size Distribution on the Overall Fluid-Solid Reaction Rates of Particle Assemblages”, *The Canadian Journal of Chemical Engineering*, Vol 94, p.1516-1523.

DJAMARANI, K.M.; CLARK, I. M. (1997), “Characterization of Particle Size Based on Fine and Coarse Fractions”, *Powder Technology*, Vol 93, p.101–108.

FERREIRA, A.; PEREIRA, G.; TEIXEIRA, J. A.; ROCHA F. (2012), “Statistical Tool Combined with Image Analysis to Characterize Hydrodynamics and Mass Transfer in a Bubble Column”, *Chemical Engineering Journal*, Vol 180, p.216–228.

FLEURI, L. F.; SATO, H. H. (2008), “Estudo da Influência de Diferentes Parâmetros na Produção de Enzimas Líticas”, *Cienc. Technol. Aliment.*, Vol 28(2), p.299-310.

KUDOM, A. A.; MENSAH, B. A.; BOTCHEY, M. A. (2011), “Aqueous Neem Extract Versus Neem Powder on *Culex quinquefasciatus*: Implications for Control in Anthropogenic Habitats”, *Journal of Insect Science*, Vol 2, Article 142, p.1-9.

KUHN, M.; LANG, S.; BEZOLD, F.; MINCEVA, M.; BRIESEN, H. (2017), “Time-Resolved Extraction of Caffeine and Trigonelline from Finely-Ground Espresso Coffee with Varying Particle Sizes and Tamping Pressures”, *Journal of Food Engineering*, Vol 206, p.37-47.

MACÍAS-GARCÍA, A.; CUERDA-CORREA, E. M.; DÍAZ-DÍEZ, M. A. (2004), “Application of the Rosin–Rammler and Gates–Gaudin–Schuhmann Models to the Particle Size Distribution Analysis of Agglomerated Cork”, *Materials Characterization*, Vol 52, p.159–164.

MAKSIMOVIC, S.; IVANOVIC, J.; SKALA, D. (2012) “Supercritical Extraction of Essential Oil from *Mentha* and Mathematical Modelling – The Influence of Plant Particle Size”, *Procedia Engineering*, Vol 42, p.1767–1777.

MOSSINI, S. A. G.; KEMMELMEIER, C. (2005), *A Árvore Nim (Azadirachta indica A. Juss): Múltiplos Usos*, *Acta Farm. Bonaerense*, Vol 24(1), p.139-48.

OZEN, M.; GULER, M. (2014), “Assessment of Optimum Threshold and Particle Shape Parameter for the Image Analysis of Aggregate Size Distribution of

Concrete Sections”, Optics and Lasers in Engineering, Vol 53, p.122–132.

PEÇANHA, R. P. (2014), Sistemas Particulados: Operações Unitárias Envolvendo Partículas e Fluidos, Campus Editora e Elsevier, Rio de Janeiro.

RICHARDSON, J. F.; HARKER, J. H.; BACKHURST, J. R. (2002) Chemical Engineering: Particle Technology and Separation Processes, Vol 2, 5ª ed., Butterworth Heinemann, Oxford Amsterdam Boston London New York Paris San Diego San Francisco Singapore Sydney Tokyo.

STUANI, F. H.; PAGANIN, G.; MENEGHEL, L.; MALVESSI, E.; SILVEIRA, M. M. (2014), “Análise de Parâmetros de Processo Relacionados ao Crescimento de *Aspergillus oryzae* em Biorreatores de Agitação Mecânica e Airlift”, XX Congresso Brasileiro de Engenharia Química |COBEQ: Processos Biotecnológicos, p.1-8.

TADINI, C. C.; TELIS, V. R. N.; MEIRELLES, A. J. de A.; PESSOA FILHO, P. de A. (2016), Operações Unitárias na Indústria de Alimentos, LTC, Brasil.

TREYBAL, R. E. (1981), Mass-Transfer Operations, Third Edition, McGraw-Hill Book Company, London Paris Mexico Madrid Singapore São Paulo.

WANG, W.; CHEN, Q.; ZHANG, X.; ZHANG, H.; HUANG, Q.; LI, D.; YAO, J. (2014), “Comparison of Extraction Methods for Analysis of Citrinin in Red Fermented Rice”, Food Chemistry, Vol 157, p.408–412.

YADAV, D. K.; BHARITKAR, Y. P.; CHATTERJEE, K.; GHOSH, M.; MONDAL, N. B.; SWARNAKAR, S. (2016), “Importance of Neem Leaf: An Insight Into Its Role in Combating Diseases”, Indian Journal of Experimental Biology, Vol 54, p.708-718.