

0

NOTAS SÓBRE O ÓLEO DE VETIVER

(Vetiveria zizanioides (L.) Nash)

— POR —

GERSON PEREIRA PINTO
(Secção de Química do I. A. N.)

(I) *Introdução*

Da exportação de óleos essenciais do Brasil fazem parte os óleos de páu rosa, laranjas, frutas cítricas em geral e sassa-fraz.

Produz o Brasil afóra os óleos essenciais citados, o de hortelã-pimenta.

Possuimos, entretanto, no ról das matérias primas em estado potencial a que produz o óleo essencial de vetiver.

Material base de grande valor para a confecção de perfumes dos tipos Rosa e Oriental, é por outro lado extensamente usado como "fixador" em grande número de outros perfumes.

São Paulo é o único Estado brasileiro que produz o óleo em referência, tendo como fonte de matéria prima os municípios de Araraquára e Cambuy (*).

O óleo essencial de vetiver, obtido de matéria prima do Nordeste e Norte do Brasil, não possui qualquer referência na literatura técnica que consultámos (**), mas a matéria prima ali existe.

Em Belém (Estado do Pará) e outras cidades do Baixo Amazonas, as raízes do vetiver, possuem larga aplicação para a confecção de artisticos cintos, bolsas, sandálias, leques, etc.

(*) Guenther E., Oleo de Vetiver do Brasil, Em The Essential Oils. Vol. IV, pag. 175, 1.^a ed.

(**) Chemical Abstracts — 1906 a 1949.

Em Recife (Estado de Pernambuco), vendedores ambulantes postados nas pontes e logradouros públicos, bem como nos mercados, vendem as raízes de vetiver sob o nome falso de "sandaló", ou mesmo "patchouli".

Aliás em todo o Nordeste e Norte do Brasil o vetiver é mais conhecido sob aqueles nomes, causando confusão com várias espécies de *Santalum* e com a *Pogostemon cablin* Benth e *P. Heyneanus* Benth.

O óleo essencial de vetiver é obtido das raízes da planta *Vetiveria zizanioides* (L.) Nash (*Andropogon muricatus*) Retz., (*Phalaris zizanioides*) L. da família das Gramineas.

A presente Nota, tem por finalidade divulgar dados analíticos do óleo de vetiver obtido de material botânico do Norte do Brasil, comparando-os com análises de idêntico material de outras regiões do mundo.

O óleo de vetiver é também conhecido sob vários nomes. Na Índia (onde foi usado pela primeira vez), em cada idioma tem nome particular: Vala (Marathi), Khus (Hindu e Bengali), Vetiver (Tamil e Telegu), Ramachan (Malayan), etc.

Poucas regiões do mundo cultivam o vetiver em grande escala: a maioria do óleo existente nos mercados mundiais foi obtida de matéria prima não cultivada.

A planta tem preferência pelo clima úmido e solo pantanoso ou semi-arenoso e argiloso, onde a temperatura ambiente se aproxima de 30° C.

Segundo os dados da literatura (1), as raízes que crescem em solo arenoso, são menos aromáticas que as de solo argiloso.

De modo prático, as raízes que possuem elevado teor em óleo essencial, apresentam quasi sempre superficie dura, dobrando-se sem quebrar, são mais longas e espessas.

Em Java, se tem observado que há oscilação do teor em óleo nas raízes, de acôrdo com a época do ano (1). Na estação quente o teor diminue, sendo mais elevado na estação fria.

Também a idade da planta é de grande influência. A destilação de raízes verdes, aumenta a quantidade do óleo, mas

torna inferior sua qualidade, fato que é perfeitamente explicado pela fito-fisiologia.

Temos notado ainda que as raízes quanto mais pálidas, menos teor de óleo apresentam; assim o material logo que sai do extrator, tem coloração esbranquiçada.

Também o tempo que medeia entre a colheita e a extração é importante em relação à quantidade e qualidade do óleo. As raízes frescas dão óleo menos denso e mais amarelo que as secas, mesmo a sombra.

A cominuição do material é o fator mais importante em relação aos rendimentos das extrações. Tem-se observado que o rendimento cai a cerca de 60% quando se destila material sem moagem ou com moagem grosseira.

No Oriente usam cortar as raízes e embebê-las em água durante umas poucas horas, antes de seguirem para a extração.

Wilboux (2) cita o fato de se obter na Nova Caledônia, 3 toneladas de raízes frescas, produzindo 18 a 25 kg de essência por hectare. Em Reunião (Ilhas), a média é de 1,2 toneladas de raízes secas com a produção de 12 kg de óleo por hectare.

O maior rendimento, no entanto, foi obtido em Keyberg (Katanga), onde foram colhidas 2 toneladas de raízes, produzindo 44 kg (?) de essência por hectare; êste sem dúvida, é um rendimento bastante elevado.

O rendimento mais comum, parece ser de 1,25 toneladas de raízes por hectare, produzindo cerca de 7,0 kg de óleo essencial pela mesma unidade-área.

Devido ao elevado peso molecular dos componentes do óleo, sua destilação apresenta certas dificuldades, havendo mesmo regiões onde é efetuada com extratores possuindo agitadores internos, facilitando a distribuição do vapor.

(II) *Obtenção do óleo.*

Para destilação usamos material colhido em terrenos da Estação Experimental de Belém (Instituto Agrônomico do Norte), durante os meses de agosto, setembro e outubro de

1950. Plantas com mais de 1 ano foram colhidas, suas raízes separadas e lavadas para eliminar a areia, pedras, etc. e secas à sombra durante 3 a 4 dias.

As raízes verdes possuem cerca de 45 a 55% de água total; durante a secagem a sombra com temperatura ambiente de 28-31° C a umidade cai para 11 a 15%.

Determinamos o teor em gordura (extrativos no benzeno), encontrando valores entre 5,8 a 7,5% (amostra seca); como média tivemos o valor de 6,0%.

As raízes secas a sombra foram picotadas em pedaços não maiores que 3cm e colocados em um extrator piloto, construído de ferro galvanizado, com capacidade para destilar 1,5 kg de material.

O material foi posto sobre suporte com fundo telado, colocado dentro do aparelho e efetuada a passagem de vapor através do mesmo, sendo o condensado recolhido em dois recipientes florentinos; o primeiro para a fração menos densa que a água, e o segundo, para a mais pesada.

Nosso aparelho produziu em média 1,3 quilos de vapor/hora, à pressão absoluta de 1,2 at.

As operações foram dadas como terminadas quando não mais eram visíveis as gotículas do óleo ou emulsão na saída do condensador.

Em 2 séries de experiências obtivemos como valores médios:

	A	B
Umidade inicial.	12,50%	11,00%
Gordura (s/am. seca)	6,00%	6,26%
Rendimento (óleo/am. umida)	0,90%	1,00%
Quantidade de vapor/hora . . .	1,2 quilo	1,4 quilo
Duração total.	23 horas	28 horas

Os quadros a seguir, mostram a queda do teor em extrativos no benzeno, em amostras retiradas do extrator periódicamente.

Q U A D R O I
A M O S T R A A

Inicial	1 hora	3 horas	8 horas	23 horas	Tempo da destilação
12,5%	35,5%	57%	65%	77%	Umidade
6,0%	5,50%	5,38%	5,12%	4,76%	Gordura s/ am. sêca
0,0%	0,50%	0,62%	0,88%	1,24%	Óleo destilado (Valor teórico)

A M O S T R A B

Inicial	1 hora	3 horas	8 horas	28 horas	Tempo da destilação
11,00%	45,00%	62%	70%	82,00%	Umidade
6,26%	5,66%	5,26%	5,08%	4,33%	Gordura s/ am. sêca
0,00%	0,60%	1,00%	1,18%	1,93%	Óleo destilado (Valor teórico)

A amostra B foi mais eficientemente esgotada que a amostra A. Muito concorreu para isso, a maior produção de vapor e a maior riqueza em óleo essencial da amostra.

Uma parte do extrato benzenico da amostra B, sofreu araste com vapor d'água, deixando um residuo fixo de 4,23%, o que nos mostra a existência de 6,26—4,23=2,03% de óleo essencial na amostra. Para a destilação desse total de óleo essencial, seriam necessárias 40 horas de destilação, admitindo que a eficiência do processo fosse idêntica à obtida no laboratório.

Para a amostra A, deixando um residuo igual a 4,44% temos a existência de 6,0—4,4=1,6% de material volátil, que, segundo as considerações acima exigiriam cerca de 52 horas de trabalho.

Com os dados vistos, podemos estabelecer um limite médio

de 45 horas de trabalho, para eficiente extração do óleo de vetiver, exigindo a produção média de 70 quilos de vapor para a obtenção de aproximadamente 1% de óleo. Dependendo da riqueza do mesmo no material, as condições acima podem variar grandemente.

Convem salientar que os dados mencionados referem-se às condições de trabalho desenvolvidas em nossas experiências; além do mais, é mister considerar que nosso aparelho-extractor, é de pequeno porte.

Dada a exigência de tão longo tempo de trabalho, achamos que a destilação desse óleo, deve ser tecnologicamente feita com vapor super-aquecido: com isso, economisariamos tempo e vapor, haja vista que os componentes do óleo em questão seriam mais prontamente arrastados, implicando numa maior eficiência de extração e melhor pureza do óleo, desde que a destilação seja feita com os cuidados prescritos pela técnica.

Os quadros acima, apontam resultados médios: houve casos, no entanto, em que o rendimento em óleo essencial elevou-se a 2,7% sobre a raiz seca. Os resultados médios apontados, referem-se ao material com a umidade inicial (12,5 e 11,0, respectivamente).

E' de se notar que o material foi colhido na pior época: meses de verão. Segundo a literatura o melhor período para tal operação é o de inverno.

Convem observar ainda, o aumento de teor em água até cerca de 60% do peso do material.

Em Yangambi (3) por destilação de raízes secas (com 15% água), durante 15 horas, obtiveram-se 1,5 a 1,4% de óleo essencial.

Os rendimentos sobre raízes em Kivu (4), variavam entre 0,9 - 1,90%.

Assim considerando a época da colheita do material por nós estudado e a aparelhagem usada, o rendimento obtido pode ser considerado como rendimento médio e plenamente satisfatório.

Confirmamos o fato de ser o óleo de vetiver de difícil destilação dada a tensão de vapor dos seus componentes ou, em última análise, devido ao elevado peso molecular dos mesmos.

(III) *Determinações físico-químicas e composição do óleo de vetiver.*

As determinações analíticas foram executadas em amostra média do óleo proveniente das diversas destilações.

Encontramos os valores (*):

	Densidade (25°)	1,0042
	Refração (Abbé) (25°)	1,5196
	Refração (Abbé) (20°)	1,5216
[a]	25°	+ 30°C
	D	
	Acidez (mgr KOH)	18.34
	Saponificação (mgr KOH)	30.00
	Sap. do óleo acetilado	147.60
	Acetila	120.20

Aproveitamos um quadro do mencionado trabalho de Wilbaux (2), para compararmos os resultados acima.

(*) Algumas determinações efetuadas pelo colega Jaime Lacerda de Almeida deram os resultados: densidade a 15° = 1.0019; refração a 28°5 = 1.5204; rotação específica = 33°5.

QUADRO II

Origem do óleo essencial	Densidade 15°5	Refracção 20°	[a] _D ²⁰	índice de acidêz	índice de esteres	índice de acetila
Reunião	0,990 —	1,515 —	+ 14	4,5 —	5 —	119 —
	1,020	1,529	37	17,0	20	145
Reunião	0,982 —	1,515	+ 10	4	5 —	100 —
	1,042	1,523	+ 40	20	20	150
Java	0,985 —	1,510 —	+ 15	8	5	100 —
	1,045	1,530	+ 45	35	25 —	150
India	0,990	1,5158 —	— 30°65	2,2	25	132 —
	1,0486	1,5260		12,0	60	166
Jamaica	0,997	1,5243	+ 17°8	15,5	10,6	117,6
			+ 19			
Haiti	0,995 —	1,519 —	+ 30	13	46	125
	1,026	1,524	+ 35			
Europa	1,014 —	1,520 —	+ 25	25 —	10	130 —
	1,042	1,524	+ 40	65	25	160
Europa	1,015 —	1,522	+ 25	27 —	9,8	130
	1,040	1,527	+ 37	65	23,0	158
S. Paulo Brasil	1,002	1,524	—	34,4		(*)
Para Brasil	1,011	1,522	[a] _D ²⁵ +30°5	18,3	11,7	120,2

(*) Guenther, E., Oleo de Vetiver do Brasil, em The Essential Oils — vol. IV — pág. 175, 1.ª ed.

O óleo examinado tem maior densidade que o de São Paulo; os índices de refração são praticamente idênticos; o índice de saponificação é um pouco inferior.

Em vista de sua maior densidade é de se esperar que o óleo de vetiver do Pará seja algo superior ao de São Paulo quando usado como fixador, sendo considerado óleo de primeira categoria.

O óleo analisado possui características físico-químicas que tornam-no similar aos de Reunião e Java, segundo pode ser observado pelo quadro acima.

Aproveitando os dados da literatura sobre os principais componentes do óleo de vetiver, podemos calcular a seguinte composição para o mesmo, desde que consideremos o seguinte: o óleo resfriado a $+40^{\circ}\text{C}$ durante 72 horas, não apresentou depósito, mesmo após o tratamento efetuado com solução de bisulfito de sodio.

Como resultado, achamos precária a existência de aldeídos livres no óleo em estudo; não levamos em consideração a existência dessas substâncias nos cálculos efetuados.

Guenther (5) salienta a existência dos seguintes constituintes no óleo de vetiver:

Vetiveno; ácido benzoico; ácido palmítico (?); vetivenato de vetivenila; vetivenois (tríciclico e bicíclico); e vetivenona.

Para simplificação do cálculo consideramos apenas a existência do terpeno *vetiveno*; do éster *vetivenato de vetivenila*; do *vetivenol* e do *ácido vetivenico*, não citado por Guenther, mas sim por Ruzicka (6). Partindo dos números de acidez, saponificação, éster e acetila, temos:

Ácidos combinados (calc. como ac. vetivenico) ..	4,9%
Ácidos livres (idem)	7,7%
Ácidos totais (idem)	12,6%
Esteres (calc. como vetivenato de vetivenila) ..	9,1%
Alcoois livres (calc. como vetivenol)	35,4%
Alcoois combinados (idem)	4,6%
Alcoois totais (idem)	40,0%
Terpenos (calc por diferença)	47,4%

As especificações da "Essential Oils Association of U. S. A.", para o óleo de vetiver de Java, são:

Densidade a 15°C.....	0,990	a	1,040
Refracção a 15°C....	1,5200	a	1,5280
[a] _D ²⁰			
D	15°	a	45°
Saponificação.....	14	a	45
Acetila.....	110	a	145

E' facil comparar os resultados das determinações por nós efetuadas com o óleo destilado e as exigidas pelo "Essential Oils Association of U. S. A.", para o óleo de Java, verificando que o nosso óleo enquadra-se perfeitamente nas especificações acima.

O óleo analisado era de côr amarela, com tonalidade avermelhada. No inicio da destilação recolhe-se uma fração mais leve que a água de côr amarelo-citrina. Logo mais, começa a destilar uma fração de densidade igual à da água, constituida de restos da primeira fração (especialmente) e de grande parte da fração de esterés do óleo. Posteriormente, pode-se recolher a fração mais pesada.

O óleo de vetiver destilado possuía entre 15 a 20% de frações mais leves que a água, sendo o restante composto das frações mais densas e de coloração amarelo-avermelhada.

O óleo possui arôma característico, imprescindível para a fragrancia oriental de certos perfumes; seu preço atual (janeiro - 1951) é de aproximadamente Cr\$ 900,00 o quilo.

(IV) Conclusão

E' plenamente aconselhado o incentivo da cultura e industrialização do vetiver no norte do país, devido que:

a) o óleo enquadra-se perfeitamente nas especificações para o óleo de vetiver no mercado mundial;

b) não é inferior aos similares estrangeiros quer em qualidade ou mesmo em rendimento;

c) é uma planta de fácil cultura, existindo atualmente regular quantidade de plantas em grande parte do Nordeste e Norte brasileiro;

d) o óleo é matéria prima de valor nos mercados europeus, para a indústria de perfumes;

e) do óleo de vetiver, pode-se obter através de processos tecnológicos adequados, acetato de vetivenila, que possui grande valor comercial. Seu preço eleva-se a Cr\$ 2.250,00, o quilo.

(V) *Summary*

In the presente paper the author reports on the occurrence of the Vetiver grass (*Vetiveria zizanioides* (L.) Nash) in the North and Northeast of Brasil.

The possibility of the Vetiver oil distillation from this species is indicated, as well as its commercial value for the following reasons:

a) The possibility of Vetiver cultivation, and the great oil distilled by the author being strikingly similar to those required by the Essential Oils Association of the United States, and to those Vetiver oils from Reunion and Java.

b) Yield and quality of the essential oil distilled being equal to the oils of the same botanical species from foreign countries.

c) The possibility of Vetiver cultivation, and the great value of the oil for the perfume and cosmetic industry assuring the present and future for the said product.

(V) *Literatura*

- (1) Indian Vetiver (Kus) and its Oil. The Perfumary and Ess. Oil Record. 41, 219 (1950).
- (2) Wilbaux, R. Note sur l'essence de Vetiver du Congo Belge. Bull. Agr. du Congo Belge, XLI, n.º 3, 765 (1950).
- (3) Ibid., pg. 766.
- (4) Ibid., pg. 767.
- (5) Guenther. E. Oil of Vetiver — The Essential Oils vol. IV. pg. 170, 1.^a ed.
- (6) Ruzicka, L. & Capato, E. & Huyser. R. W.. — Vetiver Oil from Java — Rec. Trav. Chim. des Pays Bas. 47, 370-81 (1928).