

NOVO MÉTODO EXTRATIVO DE UM PRODUTO NATURAL

Frida Maciel Pagliosa, Carlos Eugênio Daudt, Alceni Augusta Werle e Maria Cládis Mezzomo da Silva

Núcleo de Pesquisa de Produtos Naturais. Centro de Ciências Naturais e Exatas. UFSM. Santa Maria, RS.

RESUMO

O ácido d-tartárico é muito difundido no reino vegetal, sendo largamente consumido no Brasil.

O processo usual das matérias-primas a partir do vinho dão rendimento relativamente baixo.

Uma nova metodologia de extração, chamada Método Misto é baseada no controle químico de pH do líquido tartárico até a formação dos cristais do produto.

As dosagens de ácido tartárico em cada etapa são feitas pelo método da O.I.V. citado por Amerine et alii (3).

O método além de ser econômico, apresenta uma produção de ácido tartárico até 75%.

SUMMARY

PAGLIOSA, F.M.; DAUDT, C. E. and WERLE, A.A. and SILVA, M.C.M. New Extrative Method of a Natural Product. *Ciência E Natura*, 13: 97-102, 1991.

D-tartaric acid is very common in the vegetal kingdom and its consumption in Brazil is very large.

Tartaric acid was analyzed by the O.I.V. (Office International de las Vignes et du Vin) method.

The usual extraction procedures from wine and vine by-products give a low yield.

A new methodology of extraction, called Mixed Method is proposed; its based on pH control of the tartaric liquid, all the way until crystals are formed.

INTRODUÇÃO

O ácido tartárico é muito difundido no reino vegetal, especialmente na uva, melancia e amora. É largamente consumido no Brasil na fabricação de refrigerantes, bebidas alcoólicas, doces, sorvetes, fermentos químicos, medicamentos eméticos e na produção de sal de Rochelle que é empregado na preparação do licor de Fehling (1). Entretanto a produção de ácido d-tartárico, a partir 15% do consumo nacional.

O Brasil importou em 1986 740 toneladas deste produto cuja maior procedência foi da Argentina. Os maiores consumidores de ácido tartárico são indústrias de bebidas e laboratórios químicos.

Na literatura há referências de vários métodos de extração e dosagem de ácido tartárico.

Assim, ROUX (7) cita um método neutro de extração à quente do ácido tartárico, desenvolvido por Sherle-Lauwitz.

CLARK (4) e MARSH (5) apresentam tecnologias de extração de ácido tartárico da uva e de subprodutos do vinho como bagaço, borras, sarro e vinalho com rendimento de até 50%.

Em 1976, no volume 5 da série "Perfis da Agroindústria" editado junto ao setor agropecuário do Governo do Estado do Rio Grande do Sul (6) estão relacionados os processamentos de matérias-primas a partir do vinho, para a obtenção de ácido tartárico.

Em 1978, a Office International de la Vigne et du Vin (3) apresentou um método colorimétrico usando metavanadato de amônio para a dosagem de ácido tartárico.

O presente trabalho propõe uma metodologia de extração de ácido tartárico que apresenta bom rendimento do produto, com vantagem econômica em relação aos processos convencionais.

MATERIAL E MÉTODO

O ácido tartárico sob a forma de bitartarato de potássio e tartarato de cálcio é extraído a partir do bagaço, borra, vinalho e sarro que são produtos da industrialização do vinho.

As matérias-primas sofrem um tratamento ácido inicial até se obter uma mistura líquida rica em material tartárico.

O bagaço, sub-produto do esmagamento e fermentação da uva, é separado das sementes e desalcoolizado. Após, faz-se a extração do material tartárico com água acidulada (HCl 1%). Segue uma extração aquosa, filtração, lavagem e prensagem do material sólido. O líquido obtido contém o material tartárico.

A borra é o resíduo da decantação do vinho. O material tartárico é encontrado tanto em suspensão na fase líquida como absorvido nas impurezas sólidas. A extração é feita pela adição de água acidulada (HCl 1%), seguida por uma filtração à vácuo.

O vinalho é o resíduo da destilação à vácuo, que é destinado à fabricação do conhaque. O material tartárico é encontrado em suspensão ou sob a forma de precipitado, se o líquido ficar em repouso por um certo tempo a baixas temperaturas. O vinalho como matéria-prima para a extração do ácido tartárico dispensa um pré-tratamento químico. Apenas é submetido a um aquecimento (60°).

O sarro é uma mistura sólida aderida às paredes das pipas durante o processo de envelhecimento do vinho. Este sub-produto é solubilizado em água ou água acidulada (HCl 1%). A mistura aquosa pode ser submetida a um aquecimento (60°).

Uma vez obtido o líquido tartárico, as etapas seguintes da metodologia independem da matéria-prima, e, dependem tão somente do tipo de método empregado para se obter o ácido tartárico.

Os métodos de extração do ácido d-tartárico encontrados na literatura, de maior rendimento (50-60%) foram:

- a) método neutro quente (7);
- b) método ácido frio (2).

Estes métodos baseiam-se na precipitação de tartarato de cálcio pela reação de sais de cálcio com o líquido tartárico em pH neutro, e, liberação do ácido tartárico, pela reação com ácido sulfúrico (GRÁFICO I).

O método de extração sugerido, e, que não consta na literatura, baseia-se no controle químico do pH do líquido tartárico, obtendo-se ácido tartárico com um rendimento de 75%. O método foi denominado de Método Misto (GRÁFICO II).

As etapas deste método são descritas a seguir:

De início é feita uma solubilização do material tartári-

co proveniente da borra, bagaço ou vinalho, sob presença do ácido sulfúrico concentrado. Após é realizado a dosagem do ácido tartárico, pelo método recomendado pela Office International de la Vigne et du Vin (O.I.V.) (3). Adiciona-se ácido sulfúrico estequiometricamente. A seguir, adiciona-se hidróxido de cálcio até obter-se um pH = 4,23, que corresponde ao segundo pKa do ácido tartárico. A solução é filtrada e concentrada até 43° Bé. Após um repouso por 24 horas, precipitam-se os cristais de ácido tartárico bruto.

A purificação do ácido tartárico bruto é realizada com carvão ativado. Utiliza-se 0,5 g de carvão ativado para cada 100 ml de solução de ácido tartárico. Deixa-se o carvão em contato por 15 (quinze) minutos e filtra-se. O filtrado é concentrado até 43° Bé. Deixa-se em repouso para que ocorra a precipitação dos cristais de ácido tartárico. Filtração, secagem e caracterização pelo ponto de fusão são as etapas finais do processo.

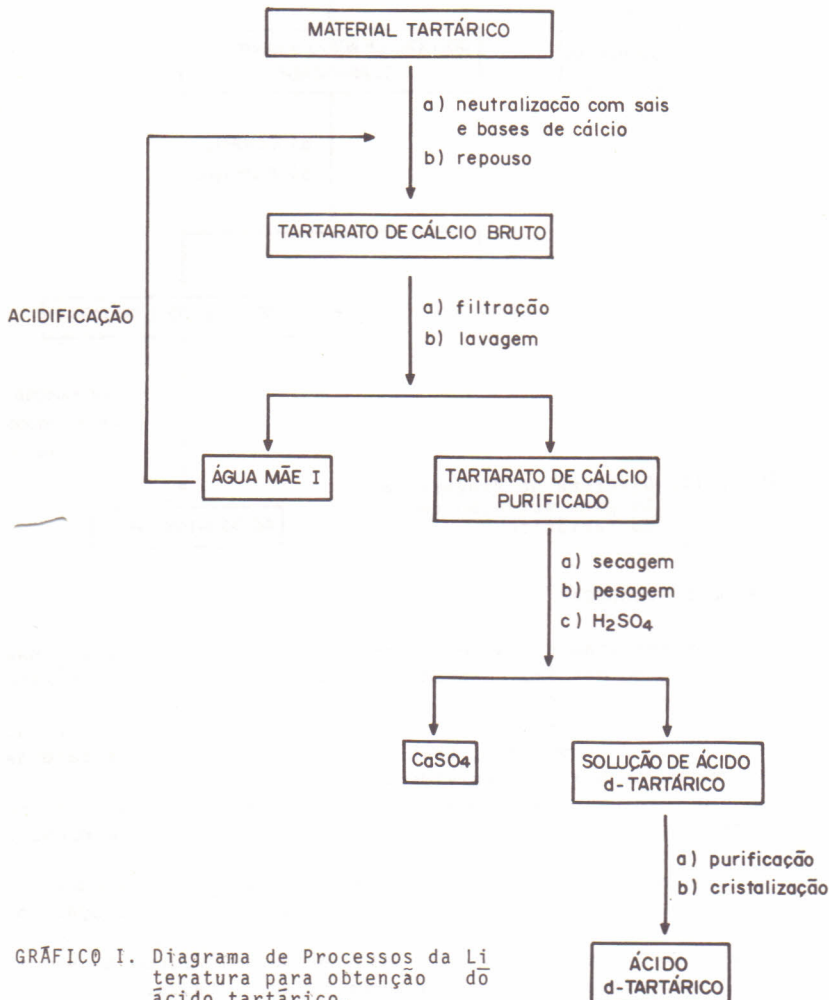


GRÁFICO I. Diagrama de Processos da Li-
teratura para obtenção do
ácido tartárico.

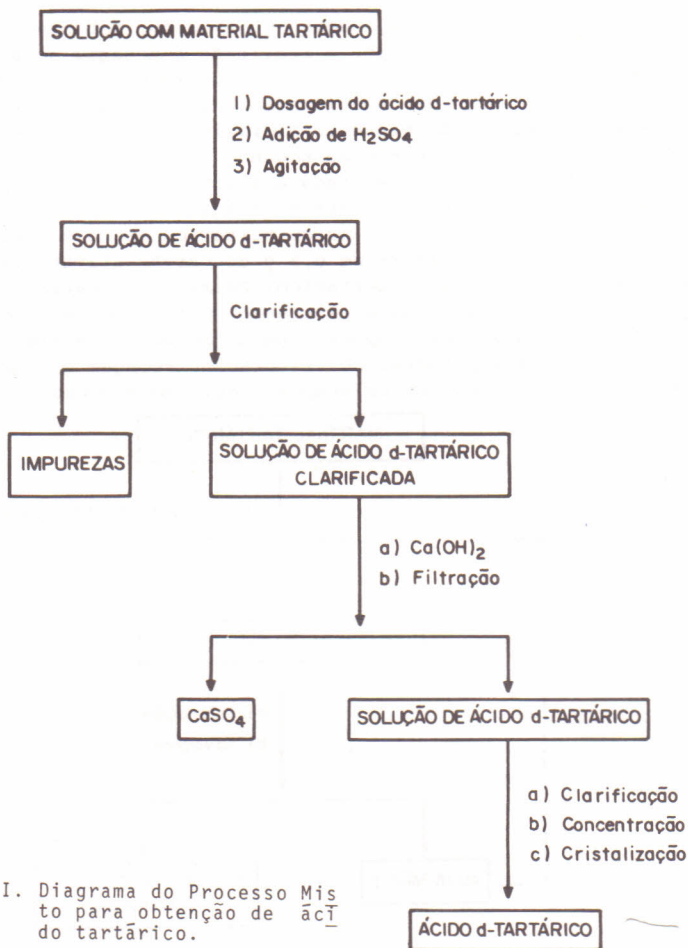


GRÁFICO II. Diagrama do Processo Misto para obtenção de ácido tartárico.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

Os resultados da experimentação do Método Misto, nas etapas estabelecidas são baseados na dosagem do ácido tartárico pelo método da O.I.V. (3).

O ácido d-tartárico cristaliza-se em forma oblíqua, grandes cristais rombóides, transparentes, anidros e com facetas hemiédricas muito bem desenvolvidas. A fusão ocorre a $135^\circ C$.

O rendimento do produto no Método Misto variou conforme o tipo de matéria-prima utilizada e os resultados estão expressos na tabela I.

Os métodos de extração do ácido tartárico citados na literatura, de uma maneira geral, baseiam-se na precipitação do material tartárico como tartarato de cálcio, seguido de um isolamento do ácido tartárico pelo ácido sulfúrico. No método proposto, inicialmente faz-se a dosagem do ácido tartárico segundo

TABELA I - DADOS EXPERIMENTAIS DE ÁCIDO TARTÁRICO EM RELAÇÃO À MATÉRIA-PRIMA

MATÉRIA-PRIMA	RENDIMENTO
Bagaço	2,5
Borra	74,0
Vinalho	75,0

o método preconizado pela O.I.V. (3). Segue o isolamento do ácido tartárico pela adição de ácido sulfúrico baseando-se na estequiometria da reação. Pelo motivo do material tartárico conferir ao meio um pH levemente ácido, adiciona-se hidróxido de cálcio até obter um pH = 4,28, com a finalidade de evitar uma acidez excessiva no momento da cristalização. Portanto, os processos da literatura envolvem maior número de etapas em relação ao processo Misto.

As matérias-primas utilizadas em laboratório, bagaço, borra e vinalho foram provenientes de fermentações realizadas no Departamento de Tecnologia e Ciência dos Alimentos da Universidade Federal de Santa Maria.

CONCLUSÕES

As conclusões da presente investigação sobre o Método Misto de extração do ácido tartárico são:

1. O Método Misto fornece maior rendimento de ácido tartárico a partir da matéria-prima usada, em relação aos métodos conhecidos.
2. Entre as matérias-primas examinadas pelo Método Misto, o vinalho apresenta maior rendimento de ácido tartárico.
3. O Método Misto envolve menor custo e, portanto, é mais econômico.
4. O Método Misto, por envolver menor número de etapas no seu desenvolvimento é mais viável para uma aplicação industrial.
5. A possibilidade de aplicação do Método Misto em larga escala atingirá os propósitos desta pesquisa, contribuindo para uma maior produção de ácido tartárico e, conseqüentemente, minimizando a quota dos 85% de produto importado anualmente.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. AGOSTINI, A. Utilization of by products of Vines and Wines. Wineboer, São Francisco, v. 32, nº 395, p. 13-16, 1964.
2. AMERINE, M.A.; BERG, H.W.; CRUES, W.V. Technology of Wine making. 3ª edição Westport: A vi, 1972. 802 p.
3. AMERINE, M.A.; GOUGH, C.S. Methods for analysis of musts and wines. New York: John Wiley, 1980. 341 p.
4. CURTIN, D.Y. Tartratos (tartrates). In: CLARK GEORGE L. Enciclopedia de Química. Barcelona: Omega, 1961. 1479p. p.1317-1318.
5. MARSH, G.L. Tartrate recovery from clissert winery. Wines and vines, v. 24, nº 11, p.14-16, 1943.
6. PROGRAMA DE INVESTIMENTOS INTEGRADOS PARA O SETOR AGROPECUÁRIO. Perfis de agroindustria. Porto Alegre, 1976. 8 v.

V. 5: Ácido Tartárico.

7. ROUX, U. La grande industrie des acides organiques. 2ª ed. Paris: Dunod Editeur, 1923. 233 p.

Recebido em março, 1991; aceito em maio, 1991.