 <p>Escola Técnica Estadual TIQUATIRA</p>	<p>Componente Curricular: Química dos Alimentos Prof. Barbosa e Prof. Daniel</p> <p>4º Módulo de Química Procedimento de Prática Experimental</p>	<p>Competências: Identificar as propriedades dos alimentos. Identificar procedimento de amostragem. Selecionar métodos de análises para alimentos</p>
---	--	--

DETERMINAÇÃO DE ÓLEOS E GRAXAS

I - Introdução

Os óleos, gorduras e graxas são os lipídios mais comuns, sendo constituídos de triglicerídeos formados a partir de álcool glicérol e ácido esteárico.

Os lipídios são substâncias que podem ser extraídas de plantas ou matéria animal, através de solventes orgânicos apolares ou de baixa polaridade, tais como clorofórmio, éter etílico, hexano, ou tolueno. A Tabela 01 mostra as propriedades físicas dos solventes mais usados em extração.

Os óleos, gorduras e graxas são constituintes importantes das águas residuárias. Óleos e gorduras, geralmente provem dos alimentos e constituem um grupo de compostos significativos, principalmente na composição dos esgotos municipais.

O termo óleo e graxa inclui óleos, gorduras, ceras, e outros constituintes solúveis em solventes orgânicos como, por exemplo, o n-hexano. Óleos, gorduras e graxas são insolúveis em água. Os óleos apresentam-se no estado líquido à temperatura ambiente e as gorduras são sólidas nas mesmas condições. Existem ainda, os lipídios complexos, constituídos pelos fosfolipídios, cerebrosídeos e outros que são lipídios combinados com certos grupos ou radicais químicos que lhes conferem funções específicas no metabolismo dos seres vivos.

Tabela 01. Propriedades físicas dos solventes mais usados em extração.


Solvente	Fórmula molecular	Massa Molecular (g/mol)	Ponto de Ebulição (°C)	Densidade, 20°C (g/cm ³)	Comentários
Éter etílico	C ₂ H ₅ OC ₂ H ₅	74	35	0,714	Muito usado na extração.
n-Hexano	C ₆ H ₁₄	86	68	0,659	Propriedades semelhantes ao éter de petróleo.
Diclorometano	CH ₂ Cl ₂	85	41	1,335	Solvente mais denso que a água.
Acetato de etila	CH ₃ CO ₂ C ₂ H ₅	88	77	0,902	Está sendo popularizado seu uso no lugar de éter etílico.

Os óleos e graxas podem ser hidrolisados em meio alcalino, originando o glicérol e o sal de ácido graxo correspondente, normalmente denominados de sabões, sendo essa reação conhecida como saponificação.

O esgoto municipal contém óleos e gorduras provenientes de alimentos como a manteiga, banha, gorduras, óleos vegetais. A gordura pode ter sua origem em diversas fontes como carnes, sementes e frutas. São compostos orgânicos muito estáveis, não sendo facilmente decomposto por bactérias em geral, e por esse fato, podem causar sérios problemas ao tratamento das águas residuárias nas quais se encontram presentes.

Óleos e similares, derivados do petróleo, podem ser despejados nos esgotos através dos escoamentos provenientes de postos, garagens, lojas, passeios, causando problemas as unidades de tratamento e a manutenção das mesmas. Normalmente formam uma camada flutuante, interferindo na atividade biológica superficial. METCALF & EDDY citam que a quantidade limite de óleos e graxas em águas residuárias, despejadas em cursos d' água, deve estar compreendida entre 15 e 20 mg/L.

Em águas naturais, a presença de óleos e graxas pode ser resultado da decomposição do zooplâncton, das formas superiores de vida aquática, despejos industriais e sanitários ou como fração livre de petróleo em solução, onde pode formar uma película na interface da água ar causando danos a

 <p>Escola Técnica Estadual TIQUATIRA</p>	<p>Componente Curricular: Química dos Alimentos Prof. Barbosa e Prof. Daniel</p> <p>4º Módulo de Química Procedimento de Prática Experimental</p>	<p>Competências: Identificar as propriedades dos alimentos. Identificar procedimento de amostragem. Selecionar métodos de análises para alimentos</p>
---	--	--

vegetação aquática e, em geral a todas as formas de vida aquática em função de dificultar a aeração superficial, podendo ocorrer acúmulo de óleos e graxas nas margens dos outros cursos d'água, afetando diretamente todo ecossistema envolvido.

Uma das principais características dos óleos e graxas é a sua alta resistência a degradação em meio anaeróbico. Quando presentes em altas concentrações podem causar problemas diversos tais como acúmulo de espuma em biodigestor, obstrução de poros em meio filtrante, além de impedir a utilização desse lodo como fertilizante agrícola.

Para sua determinação, podem ser utilizados três métodos: o método de partição gravimétrica usando funil de separação, o método da partição infravermelho e o método de extração Soxhlet (atualmente, bloco digestor). Nestes métodos óleos e graxas dissolvidos ou emulsionados são extraídos da amostra acidificada por contato com o solvente orgânico que é posteriormente separado.

O teor de óleos e graxas corresponde ao peso do resíduo remanescente após a evaporação do solvente. Compostos que se volatilizam a uma temperatura igual ou menor que 70°C, serão perdidos durante o procedimento analítico. Os óleos lubrificantes e querosene são de baixo ponto de ebulição e normalmente se perdem nesta análise.

Certos despejos industriais podem conter compostos sintéticos como os de cadeia longa, utilizados como lubrificantes ou como emulsificantes, que podem ser mais solúveis na água ou mais facilmente emulsionados que os produtos naturais. Quando presentes na amostra, há necessidade de modificação no método.

II -Interferentes

O método não é aplicável para medir hidrocarbonetos que volatilizem a temperatura inferior a 70°C. Certos óleos crus e combustíveis pesados contem uma porcentagem significativa de material tipo resíduo, que não é extraído pelo solvente.

III -Técnica de coleta e preservação

Tipo de frasco

- vidro de boca larga com tampa esmerilhada

Volume necessário

- 1000 ml

Preservação da amostra


- ácido clorídrico concentrado até pH < 2,0
- refrigerar a 4°C no escuro

Prazo para análise

- 28 dias com amostra acidificada

IV -Materiais e equipamentos

- 1) Bloco digestor para determinação de óleos e graxas;
- 2) Bomba à vácuo;
- 3) Balança analítica;
- 4) Estufa a 105°C;
- 5) Dessecador;
- 6) Kitassato de 2 litros;
- 7) Kitassato 500 mL;
- 8) Pinça metálica;

 <p>Escola Técnica Estadual TIQUATIRA</p>	<p>Componente Curricular: Química dos Alimentos Prof. Barbosa e Prof. Daniel</p> <p>4º Módulo de Química Procedimento de Prática Experimental</p>	<p>Competências: Identificar as propriedades dos alimentos. Identificar procedimento de amostragem. Selecionar métodos de análises para alimentos</p>
---	--	--


- 9) Funil de Buckner;
- 10) Papel de filtro de 11cm de diâmetro (tipo Whatman 40);
- 11) Tecido de Musseline;
- 12) Proveta de 100 mL;
- 13) Balão volumétrico de 1 litro;
- 14) Lã de vidro;
- 15) Cartucho de celulose;
- 16) Becker de 100 mL;
- 17) Becker para amostra;
- 18) Bastão de vidro (bagueta);
- 19) Pisseta;
- Copos de vidro.

V – Reagentes

- 20) Ácido clorídrico concentrado (usar 1 mL do ácido para cada 80 mL da amostra).
- 21) Suspensão de sílica ou Terra de Diatomácea (concentração 10 g/L em água destilada), utilizada como auxiliar de filtração.
- 22) n-Hexano.

VI - Procedimento experimental

- 1) Os copinhos de vidro deverão permanecer na estufa à 105°C durante 2 horas para secagem. Em seguida colocá-los no dessecador até atingir a temperatura ambiente. Pesá-los em balança analítica.
- 2) Conectar o funil de Buckner no Kitassato de 2 litros e este à linha de vácuo, usando o Kitassato de 500mL como sistema de segurança (intermediário);
- 3) Preparação do filtro de papel/tecido de musseline: em um funil de Buckner colocar o tecido de musseline, e sobre este o papel de filtro. Umedece-los com água destilada, usando uma pisseta;
- 4) No sistema a vácuo montado, passar pelo funil de Buckner 100 mL de suspensão auxiliar de filtração e em seguida lavar o filtro com 1 litro de água destilada. Aplicar o vácuo até esgotar a água pelo filtro;
- 5) Colocar um volume de amostra representativa no Becker e acidificá-la na proporção 1 mL/80 mL, em seguida filtre a amostra aplicando o vácuo;
- 6) Com a pinça enrolar o filtro + tecido e transferi-los para o cartucho de celulose. Limpar o Becker que continha a amostra acidificada e o funil, usando pedaços de papel de filtro umedecidos com solvente (n-hexano), tomando cuidado para remover todo o filme formado pelos óleos e graxas presentes, coletando todo o material sólido existente. Colocar todos os pedaços de papel no cartucho de celulose;
- 7) Tampar o cartucho usando lã de vidro, e coloca-lo em um Becker de 100 mL;
- 8) Secar o conjunto a 105 °C por 30 minutos (tempo recomendado para a análise, porém, em aula o tempo será de 15 min.);**
- 9) Encaixar o cartucho no circuito do bloco digestor;
- 10) Ligar a água para alimentar os condensadores;
- 11) Com uma proveta medir 120 mL de n-hexano e colocar no copinho;

 <p>Escola Técnica Estadual TIQUATIRA</p>	<p>Componente Curricular: Química dos Alimentos Prof. Barbosa e Prof. Daniel</p> <p>4º Módulo de Química Procedimento de Prática Experimental</p>	<p>Competências: Identificar as propriedades dos alimentos. Identificar procedimento de amostragem. Selecionar métodos de análises para alimentos</p>
---	--	--

- 12) Encaixar os copinhos no bloco digestor, fechando o sistema. O bloco digestor deverá ser programado para atingir a temperatura de 110 °C;
 - 13) Mergulhar lentamente o cartucho no n-hexano quando o solvente estiver em ebulição (~ 110 °C);
 - 14) Deixar o cartucho imerso durante 30 minutos (**tempo recomendado para a análise, porém, em aula o tempo será de 15 min.**) a temperatura de 110° C;
 - 15) Suspender o cartucho, mantendo o sistema aberto por 1 hora e 30 minutos (**tempo recomendado para a análise, porém, em aula o tempo será de 30 min.**);
- 16) Fechar o sistema para recuperação de n-hexano, programando a temperatura para 135 °C;
 - 17) Retirar os copinhos do circuito e leva-los para estufa à 105°C, por 30 minutos;
 - 18) Colocar os copinhos no dessecador até atingir a temperatura ambiente, pesá-los em balança analítica.
- O solvente recuperado deve ser retirado do sistema com auxílio de um bquer de 500 mL, usando luvas para proteção a alta temperatura.
 - Armazenar o solvente recuperado em frasco de vidro rotulado com a informação de "Solvente recuperado".

VII - Cálculos

$$\text{mg de óleo e graxas/L} = \frac{(A - B) \times 1.000}{V}$$

onde: A = peso do copinho após a destilação da amostra, em gramas,
B = peso do balão vazio (mais pérola de vidro), em gramas,
V = volume da amostra, em litros.

Questões para serem respondidas no relatório

- 1) Explique o que são "Óleos e graxas", qual a origem destes em águas naturais? Qual a consequência da presença destas substâncias em corpos d'água?
- 2) Quais são os principais métodos para a determinação de "Óleos e graxas"? Explique.
- 3) Quais os interferentes da Determinação de Óleos e graxas?