

DEPARTAMENTO DE QUÍMICA – ICEX – UFMG
PROJETO DE INICIAÇÃO CIENTÍFICA

DETERMINAÇÃO DA ACIDEZ DE ÓLEOS VEGETAIS POR CALIBRAÇÃO
MULTIVARIADA E ESPECTROSCOPIA RAMAN

Orientadora: Brenda Lee Simas Porto

1. INTRODUÇÃO

Os óleos vegetais possuem grande importância na indústria de alimentos e biocombustíveis. Vários fatores são levados em conta para avaliação de sua qualidade, sendo a acidez um dos mais importantes. Este fator está relacionado com o teor de ácidos graxos livres (AGL) presentes na amostra de óleo vegetal. Estes são indesejados, portanto, quanto maior o percentual de acidez (ou de ácidos graxos livres) presente, menor é a qualidade do óleo.

Dentre os métodos possíveis para análise da acidez de óleos vegetais, a titulação volumétrica alcalina é o método mais clássico. Este consiste na solubilização do óleo vegetal em uma mistura de solventes e na titulação da mistura com uma solução padrão de hidróxido de sódio. O percentual de acidez da amostra é expresso considerando a massa molecular do ácido graxo mais abundante para o óleo vegetal em questão e o cálculo é dado por:

$$\% \text{ ácido graxo livre} = \frac{MM \cdot V_{\text{NaOH}} \cdot C_{\text{NaOH}}}{m_{\text{amostra}}}$$

Onde V_{NaOH} é o volume da solução padrão de NaOH gasto na titulação, C_{NaOH} é a concentração de NaOH em molL^{-1} , m_{amostra} é a massa da amostra em g e MM é a massa molecular do ácido graxo majoritário do óleo vegetal em questão.

Apesar de ser o método clássico, a volumetria de neutralização é bastante trabalhosa e limitada. Esta exige experiência do analista e apresenta problemas quando a análise é aplicada à óleos de coloração mais acentuada, como é o caso do azeite de oliva extra virgem e do óleo de palma, nos quais a observação do ponto de viragem do indicador é dificultada. Existem na literatura trabalhos recentes que propõem a determinação da acidez de óleos vegetais por métodos instrumentais (BALDO *et al*, 2016; GROSSI *et al*, 2014; IÑÓN *et al*, 2003; MARIOTTI and MASCINI 2001; SOLEIMANI *et al*, 2013), embora ainda não se encontre um método de análise da acidez de óleos vegetais baseado na espectroscopia Raman.

2. JUSTIFICATIVA

A motivação deste trabalho está na possibilidade de se obter um método de análise que possa facilitar a determinação da acidez, diminuir o número de ensaios com amostras de óleo vegetal num laboratório de rotina, diminuir a exposição do analista à reagentes tóxicos e facilitar a obtenção da acidez por um método rápido, prático e não destrutivo. A execução do trabalho possibilita ao estudante de graduação em Química maior contato com a área de Química Analítica, que se enquadra como disciplina obrigatória do curso. O contato amplia a prática e o aprendizado de técnicas volumétricas, possibilita o aprendizado de métodos instrumentais de análise quantitativa, neste caso a cromatografia a gás, saberes estes, muito importantes na área da Indústria Farmacêutica, Alimentícia e Cosmética, áreas importantes de atuação dos futuros bacharéis em Química aqui formados.

3. OBJETIVOS

- Explorar diferentes matrizes como azeite de oliva, óleo de palma, soja, milho e girassol;
- Obter espectros de espectroscopia Raman;
- Determinar a acidez das amostras por titulação ácido-base;
- Correlacionar a acidez dos óleos com os espectros vibracionais através de modelos quimiométricos.

4. METODOLOGIA

Serão adquiridas 15 amostras de cada óleo vegetal, a saber, óleo de soja, milho, girassol, palma e oliva, totalizando 75 amostras. Cinco *pools* de cada tipo de óleo serão preparados a partir destas 15 amostras, metilados em duplicata por catálise básica (CHRISTIE, 1993) e injetados num cromatógrafo a gás, modelo GC-17A, Shimadzu. A separação dos ésteres metílicos ocorrerá em coluna capilar modelo DB-5 Agilent de 30 metros de comprimento, com diâmetro interno de 0,25 mm e espessura do filme de 0,25 μm . As análises por GC determinarão o perfil dos AG e o AG majoritário em cada tipo de amostra de óleo vegetal.

As 75 amostras de óleo vegetal serão tituladas em triplicata para se obter sua acidez (A.O.C.S., 2009). As mesmas amostras serão analisadas por espectroscopia Raman e Infravermelha. Os espectros serão normalizados e um modelo quimiométrico para determinar a acidez dos óleos será desenvolvido. Os resultados de acidez das

amostras de validação do modelo quimiométrico serão comparados com a acidez obtida por titulação.

5. REFERÊNCIAS

A.O.C.S. Free Fatty Acids AOCS Official Method Ca 5a-40: AOCS Press; 2009.

BALDO MA, OLIVERI P, SIMONETTI R, DANIELE S. A novel electroanalytical approach based on the use of a room temperature ionic liquid for the determination of olive oil acidity. *Talanta*. 2016; 161:881-7.

CHRISTIE, WW. Preparation of ester derivatives of fatty acids for chromatographic analysis. *Advances in lipid methodology*, v. 2, n. 69, p. e111, 1993

GROSSI, M, DI LECCE G, GALLINA TOSCHI T, RICCÒ B. A novel electrochemical method for olive oil acidity determination. *Microelectronics Journal*. 2014;45(12):1701-7.

IÑÓN FA, GARRIGUES JM, GARRIGUES S, MOLINA A, DE LA GUARDIA M. Selection of calibration set samples in determination of olive oil acidity by partial least squares–attenuated total reflectance–Fourier transform infrared spectroscopy. *Anal Chim Acta*. 2003;489(1):59-75.

MARIOTTI E, MASCINI M. Determination of extra virgin olive oil acidity by FIA-titration. *Food Chemistry*. 2001;73(2):235-8.

SOLEIMANI M, SOPHOCLEOUS M, GLANC M, ATKINSON J, WANG L, WOOD RJK, *et al*. Engine oil acidity detection using solid state ion selective electrodes. *Tribology International*. 2013; 65:48-56.

6. CRONOGRAMA

Atividades	Mês												
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	
Revisão bibliográfica	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X
Teste do método de titulação de ácidos graxos livres	X	X											
Análise do perfil dos ésteres metílicos de ácido graxo de cada óleo por GC			X	X									
Análise da porcentagem de acidez dos óleos vegetais por titulação ácido-base					X	X	X						
Análise de acidez por Raman								X					
Tratamento estatístico (quimiometria)								X	X	X	X		
Comparação da acidez obtida pelos métodos de Titulação e Espectroscopia										X	X		
Redação de relatório final													X
Participação em congresso regional													X

Belo Horizonte, 29 de agosto de 2017

Brenda Lee Simas Porto

Brenda Lee Simas Porto (Orientadora)

