



AULA PRÁTICA Nº - 05

31 / Abril / 2016

Prof^a Solange Brazaca

DETERMINAÇÃO DE LIPÍDEOS

FUNDAMENTO:

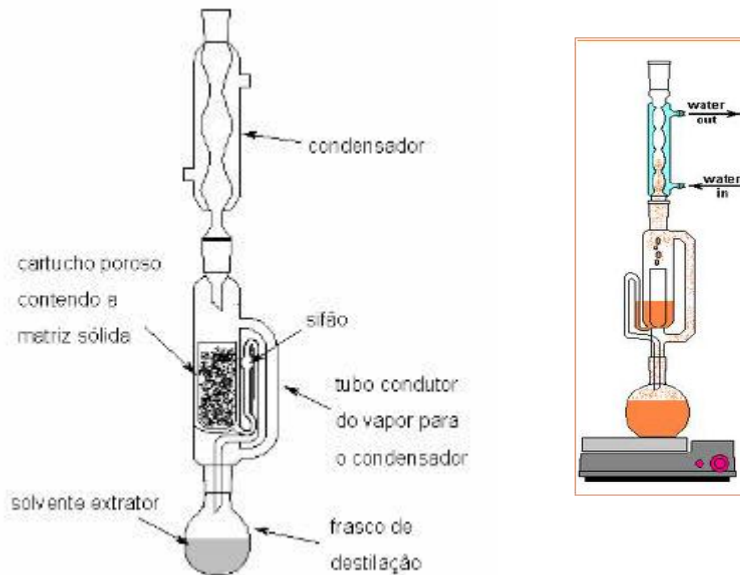
Os lipídios constituem uma classe grande de compostos que incluem as gorduras, os óleos e as ceras, além de uma variedade de outros compostos como o colesterol, os fosfolipídios e as lipoproteínas. As propriedades destes compostos incluem a insolubilidade em água (polar), a solubilidade em solventes orgânicos (geralmente apolares) e a capacidade de utilização pelos organismos vivos.

Para a determinação de óleos e graxas podem se utilizar três métodos: o método de partição gravimétrica (usando funil de separação), o método de partição infravermelho, e o método de extração Soxhlet. Nesses métodos, os óleos e as graxas são extraídas da amostra por contato com solvente orgânico e é posteriormente separado. O teor dos óleos e gorduras corresponde ao peso do resíduo remanescente após a evaporação do solvente.

O método descrito abaixo é o Método de Soxhlet, e é um exemplo do processo contínuo de extração de lipídios a partir de alimentos. Os óleos/gorduras são extraídos por repetidas lavagens com solvente orgânico, como Hexano, Éter de Petróleo ou Éter Etílico sob refluxo.

Esta técnica é bastante útil nos casos em que o composto puro é parcialmente solúvel em um solvente e as impurezas não. Neste método, a amostra é seca, moída em pequenas partículas e colocado em um cartucho poroso. Ele é colocado na câmara de extração que está suspensa acima do balão que contém o solvente, e abaixo de um condensador. O balão é aquecido e evapora o solvente que se move na fase gasosa em direção ao condensador, o qual é convertido em um líquido que goteja no cartucho que contém a amostra.

ESQUEMA EXTRATOR DE SOXHLET



ESCOPO:

Essa prática tem como objetivo determinar o teor de lipídios, pelo método de Soxhlet, em amostras secas, sendo utilizada amostras de diferentes tipos de arroz.

EQUIPAMENTOS UTILIZADOS:

- ◆ Balança analítica
- ◆ Capela com exaustão e água
- ◆ Estufa a 105°C
- ◆ Extrator de soxhlet

MATERIAS DE LABORATÓRIO UTILIZADOS:

- ◆ Balão de fundo chato de 250 mL
- ◆ Condensador



- ◆ Dessecador com sílica gel
- ◆ Espátula
- ◆ Papel filtro
- ◆ Proveta de 50 mL
- ◆ Tubos extrator de gordura
- ◆ Tubo recuperador de solvente
- ◆ Pinça Tenaz

REAGENTES UTILIZADOS:

- ◆ Éter Etílico - $(C_2H_5)_2O$ - CAS [60-29-7] ou
- ◆ Éter de Petróleo 30 a 70 % - Mistura de Hidrocarbonetos - CAS [64742-49-0] ou
- ◆ Hexano - $CH_3(CH_2)_4CH^3$ - CAS [110-54-3]

PROCEDIMENTO:

- ◆ Secar em estufa a $105^\circ C$ um balão de fundo chato até peso constante (aproximadamente uma noite);
- ◆ Retirar o balão da estufa e deixar esfriar em dessecador;
- ◆ Identificar e pesar o balão em balança analítica e anotar o peso;
- ◆ Identificar um papel de filtro com lápis preto;
- ◆ Pesar, em balança analítica o papel de filtro e anotar o peso;
- ◆ Dobrar o papel de filtro em formato de um cone;
- ◆ Pesar em balança analítica 1g de amostra dentro do cone de papel de filtro;
- ◆ Inserir o papel de filtro mais a amostra no tubo extrator de gordura;
- ◆ Adicionar aproximadamente 50 mL do solvente a ser usado no balão;
- ◆ Encaixar o tubo extrator ao condensador e ao balão contendo o solvente;
- ◆ Abrir a torneira de água que alimenta o condensador;
- ◆ Acionar o sistema de exaustão da capela;
- ◆ Ligar o aquecimento do extrator de Soxhlet e elevar a temperatura para $45^\circ C$;
- ◆ Deixar a amostra 4 horas em refluxo;
- ◆ Decorrido este tempo de extração, retirar o tubo extrator de gordura;
- ◆ Colocar o tubo recuperador de solvente;



- ◆ Ajustar a temperatura do extrator de Soxhlet para 60°C;
- ◆ Manter por uma hora e meia ou até que todo o solvente tenha passado para o tubo recuperador de solvente;
- ◆ Desligue o extrator de Soxhlet;
- ◆ Fechar a torneira de água;
- ◆ Retire o tubo recuperador de solvente e armazene o solvente recuperado em vidro adequado;
- ◆ Retire o balão com a gordura levar a estufa a 105°C para evaporar o solvente;
- ◆ Após evaporação do solvente, retirar o balão da estufa e deixar esfriar em dessecador;
- ◆ Pesar o balão com a gordura da amostra em balança analítica;
- ◆ Anotar o peso;
- ◆ Expressar o resultado em porcentagem.
- ◆ Guardar a amostra obtida no papel de filtro para determinação de fibras (método a ser realizado em outra aula).

CALCULO:

$$\% \text{ Lipídeos} = \frac{(\text{Peso Balão} + \text{Gordura}) - \text{Peso do Balão}}{\text{Peso Amostra Úmida}} \times 100$$

RESÍDUOS:

O resíduo desta análise deverá ser estocado em frasco âmbar de 1 litro e identificada de acordo com a Norma do Programa PGRQ - NR 003 e armazenada no entreposto do LAN para posterior encaminhamento para tratamento de acordo com a Norma do Programa PGRQ - NR 004.

CÓDIGO DE IDENTIFICAÇÃO DO RESÍDUO:

R 027 - Hexano

R 070 - Éter Etílico

R 091 - Éter de Petróleo



BIBLIOGRAFIA:

Association of Official Analytical Chemists. *Official methods of analysis of the Association of Official Analytical Chemists*. 16 ed. Washington: AOAC, 1995. 2v.