



Análise de amostras de óleos vegetais

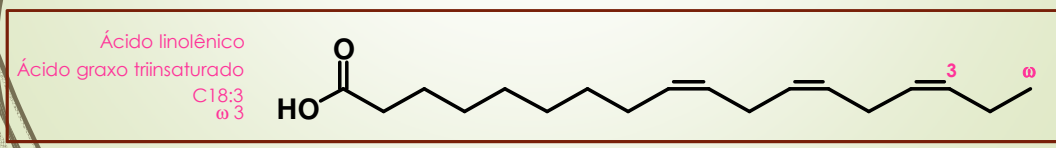
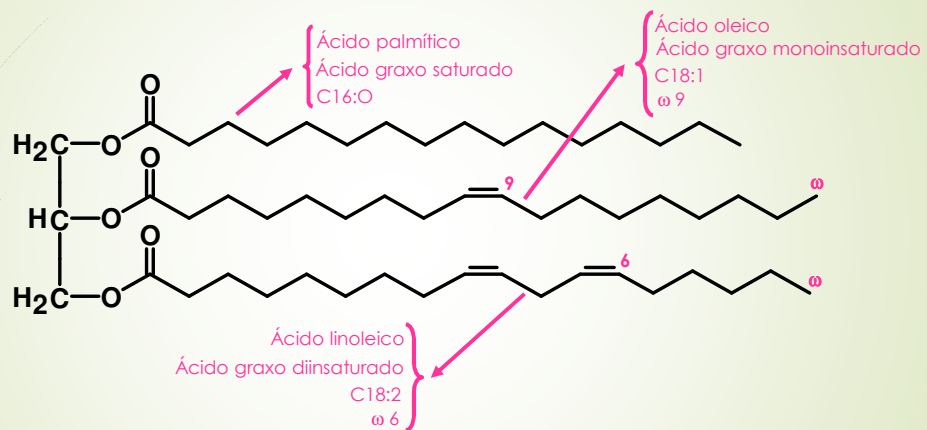
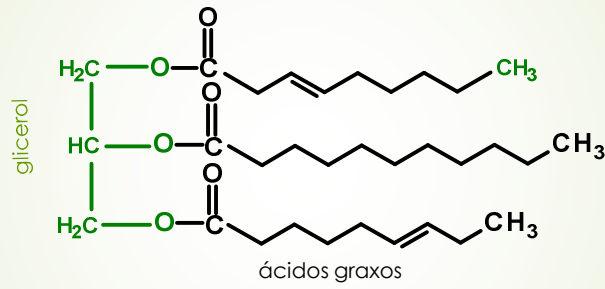
Déborah Y. A. C. Santos
dyacsan@ib.usp.br

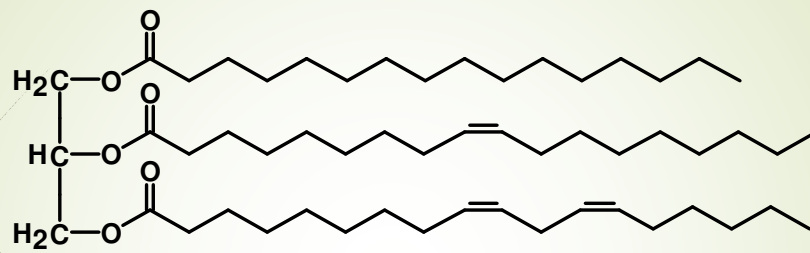


Análise de amostras de óleos vegetais

- ✓ São substâncias usadas pelas plantas como reserva energética.
- ✓ Os órgãos vegetais mais comuns que acumulam triglicerídeos são as sementes.

Óleos e Gorduras (triglicerídeos)

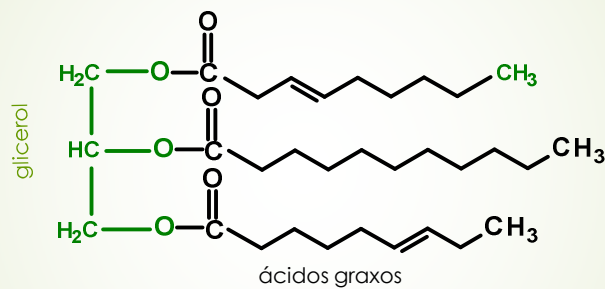




- ✓ Os triglicerídeos vegetais são **óleos**
- ✓ Na maioria, seus ácidos graxos são **insaturados**

- ✓ Os triglicerídeos de aves e mamíferos são geralmente **gorduras**
- ✓ Predominam neles ácidos graxos **saturados**.

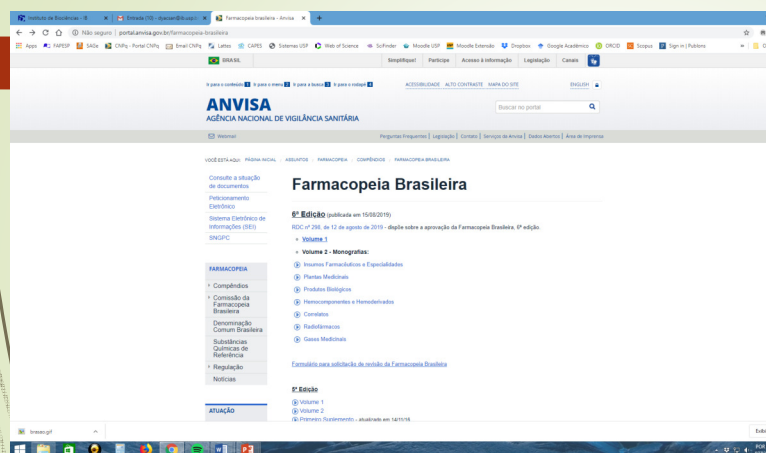
Óleos e Gorduras (triglicerídeos)



Ministério da Saúde

Agência Nacional de Vigilância Sanitária

RESOLUÇÃO-RDC Nº 270, DE 22 DE SETEMBRO DE 2005



FARMACOPEIA BRASILEIRA

6ª EDIÇÃO



Agência Nacional de Vigilância Sanitária - Anvisa

Capítulo 5. Métodos gerais

5.2 Métodos físicos e físico-químicos

5.2.29 Ensaios físicos e físico químicos para gorduras e óleos


- 5.2.29.1 DETERMINAÇÃO DA DENSIDADE RELATIVA
- 5.2.29.2 DETERMINAÇÃO DA TEMPERATURA DE FUSÃO
- 5.2.29.3 DETERMINAÇÃO DA TEMPERATURA DE SOLIDIFICAÇÃO
- 5.2.29.4 DETERMINAÇÃO DO ÍNDICE DE REFRAÇÃO
- 5.2.29.5 DETERMINAÇÃO DO PODER ROTATÓRIO
- 5.2.29.6 DETERMINAÇÃO DE ÁGUA
- 5.2.29.7 ÍNDICE DE ACIDEZ
- 5.2.29.8 DETERMINAÇÃO DO ÍNDICE DE SAPONIFICAÇÃO
- 5.2.29.9 DETERMINAÇÃO DO ÍNDICE DE ÉSTERES
- 5.2.29.10 DETERMINAÇÃO DO ÍNDICE DE IODO
- 5.2.29.11 DETERMINAÇÃO DO ÍNDICE DE PERÓXIDOS
- 5.2.29.12 DETERMINAÇÃO DO ÍNDICE DE HIDROXILA
- 5.2.29.13 DETERMINAÇÃO DO ÍNDICE DE ACETILA
- 5.2.29.14 DETERMINAÇÃO DE SUBSTÂNCIAS INSAPONIFICÁVEIS
- 5.2.29.15 IDENTIFICAÇÃO DE ÓLEOS FIXOS
- 5.2.29.16 DETERMINAÇÃO DE ESTERÓIS EM ÓLEOS FIXOS

BIB425 Práticas em recursos econômicos vegetais 2023

5.2.29.11 DETERMINAÇÃO DO ÍNDICE DE PERÓXIDOS

5.2.29.4 DETERMINAÇÃO DO ÍNDICE DE REFRAÇÃO

5.2.29.7 ÍNDICE DE ACIDEZ



AZEITE DE OLIVA EXTRA VIRGEM Acidez Máxima 0,2%

Este azeite de oliva extra virgem é um blend único proveniente de seleções das variedades Arbequina e Arbequina, de origem espanhola, produzidas na melhor região de Olivais do Chile (Vale de Colchagua).

Com aroma frutado macio e muito fresco, possui notas de amêndoas e alcachofra. Tem um sabor agradável, suave, herbáceo e levemente picante. Ideal para uso em saladas, massas e pães. É um azeite que irá conquistá-lo.

Certified Kosher (U)

ÍNDICE DE PERÓXIDOS	EXTINÇÃO ESPECÍFICA NO ULTRAVIOLETA	ACIDEZ MÁXIMA
≤ 20mEq/kg	270nm DELTA K 232nm	0,2%
	≤ 0,22 ≤ 0,01 ≤ 2,50	

Informação Nutricional
Porção: 13 ml (1 colher de sopa)

Quantidade por porção	%VD*
Valor energético (100 kcal)	20%
Carboidratos	0g 0%
Proteínas	0g 0%
Gorduras Totais	12g 24%
Gorduras saturadas	3,5g 7%
Gorduras trans	0g 0%
Fibra alimentar	0g 0%
Sódio	0mg 0%

*%VD refere-se a valores de referência para adultos com uma dieta de 2.000kcal ou RDA. Seus valores podem variar dependendo de suas necessidades específicas. Não possui valor além da referência especificada.

NÃO CONTÉM GLÚTEN

*Mantenha em local seco e longe de fonte de calor e ao abrigo da luz.

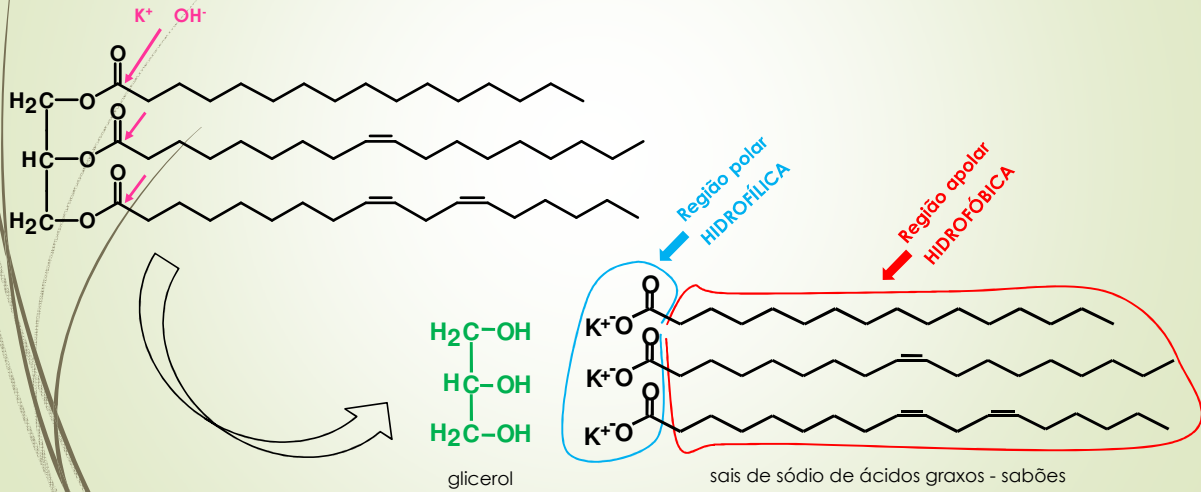
BIB425 Práticas em recursos econômicos vegetais 2023

Ensaio físico e físico químico para gorduras e óleos

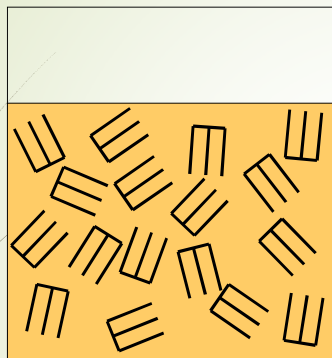
- ÍNDICE DE SAPONIFICAÇÃO
miligramas de KOH necessários para saponificar 1 g de óleo ou gordura
- ÍNDICE DE IODO
gramas de I₂ absorvidos por 100 g de óleo ou gordura

➤ ÍNDICE DE SAPONIFICAÇÃO

miligramas de KOH necessários para saponificar 1 g de óleo ou gordura



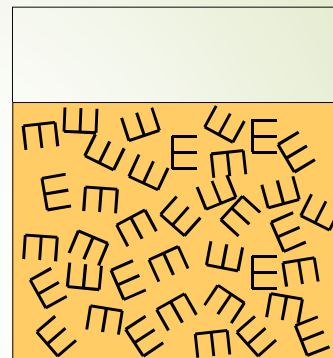
KOH



AMOSTRA A

1 g de óleo com ácidos graxos de cadeias longas

KOH



AMOSTRA B

1 g de óleo com ácidos graxos de cadeias curtas

BIB425 Práticas em recursos econômicos vegetais 2023

AMOSTRA A
1 g de óleo com ácidos graxos de cadeias longas
BAIXO ÍNDICE DE SAPONIFICAÇÃO

AMOSTRA B
1 g de óleo com ácidos graxos de cadeias curtas
ALTO ÍNDICE DE SAPONIFICAÇÃO

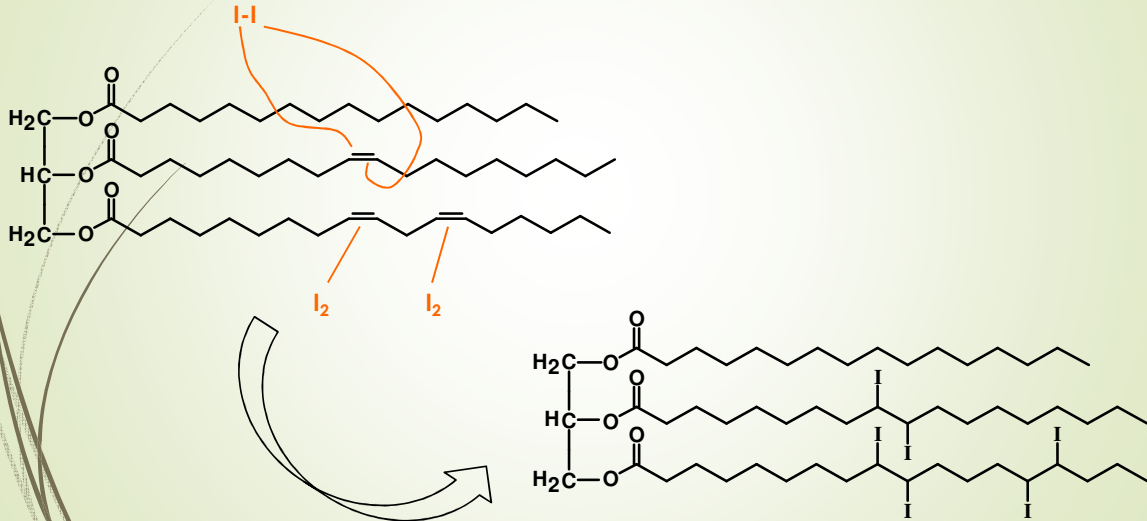
BIB425 Práticas em recursos econômicos vegetais 2023

ÍNDICES DE ALGUNS ÓLEOS COMERCIAIS

AMOSTRA	ÍNDICE DE SAPONIF.
COCO	255-258
DENDÊ	200-205
CANOLA	170-177
OLIVA	187-196
MILHO	187-196
GERGELIM	188-193
SOJA	189-195
LINHO	187-195

➤ ÍNDICE DE IODO

gramas de I₂ absorvidos por 100 g de óleo ou gordura



➤ Para a determinação do índice de iodo usa-se, por exemplo, **Solução de Wijs**, que contém Br₂ como ingrediente ativo mais importante.

GRUPO	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18												
1	1 H hidrogênio 1,008																	2 He hélio 4,0026												
2	3 Li lítio 6,94	4 Be berílio 9,012																10 Ne néon 20,180												
3	11 Na sódio 22,990	12 Mg magnésio 24,305											13 Al alumínio 26,982	14 Si silício 28,086	15 P fósforo 30,974	16 S enxofre 32,06	17 Cl cloro 35,45	18 Ar argônio 39,948												
4	19 K potássio 39,098	20 Ca cálcio 40,078(4)	21 Sc escândio	22 Ti tânalo 47,887	23 V vanádio 50,942	24 Cr cromo 51,996	25 Mn manganês 54,938	26 Fe ferro 55,845(2)	27 Co cobalto 58,933	28 Ni níquel 58,693	29 Cu cobre 63,546(3)	30 Zn zinco 65,38(2)	31 Ga gálio 69,723	32 Ge germânio 72,630(8)	33 As arsênio 74,922	34 Se selênio 78,971(8)	35 Br bromo 79,904	36 Kr criptônio 83,798(2)												
5	37 Rb rubídio 85,468	38 Sr estrôncio 87,62	39 Y itrio 88,906	40 Zr zircônio 91,224(2)	41 Nb nióbio 92,906	42 Mo molibdênio 95,95	43 Tc tecnécio (98)	44 Ru rúdio 101,07(2)	45 Rh ródio 102,91	46 Pd paládio 106,42	47 Ag prata 107,87	48 Cd cádmio 112,41	49 In índio 114,82	50 Sn estanho 118,71	51 Sb antimônio 121,76	52 Te telúrio 127,60(3)	53 I iodo 126,90	54 Xe xenônio 131,29												
6	55 Cs césio 132,91	56 Ba bário 137,33	57-71 Lantanídeos	72 Hf hafnio 178,49(3)	73 Ta tântalo 180,95	74 W tungstênio 183,84	75 Re rênio 186,21	76 Os ósio 190,23(3)	77 Ir irídio 192,22	78 Pt platina 195,08	79 Au ouro 196,97	80 Hg mercúrio 200,59	81 Tl talho 204,38	82 Pb chumbo 207,2	83 Bi bismuto 208,98	84 Po polônio (209)	85 At astato (210)	86 Rn radônio (222)												
7	87 Fr frâncio (223)	88 Ra rádio (226)	89-103 Atinídeos	104 Rf rutherfordio (261)	105 Db dubnio (262)	106 Sg seabórgio (263)	107 Bh bohrio (264)	108 Hs hássio (265)	109 Mt meitnério (266)	110 Ds darmastato (267)	111 Rg roentgenio (268)	112 Cn copernício (269)	113 Nh nihônio (270)	114 Fl fleróvio (271)	115 Mc moscóvio (272)	116 Lv livermório (273)	117 Ts tenessio (274)	118 Og ogânesso (276)												
	89 La lantanio 138,91	90 Ce cério 140,12	91 Pr praseodímio 140,91	92 Nd neodímio 144,24	93 Pm promécio (145)	94 Sm samário 150,36(2)	95 Eu europio 151,96	96 Gd gadolínio 157,25(3)	97 Tb terbio 158,93	98 Dy disprósio 162,50	99 Ho hólmio 164,93	100 Er erbio 167,26	101 Tm tulio 168,93	102 Yb itêrbio 173,05	103 Lu lutécio 174,967	104 Ac actínio (227)	105 Th tório 232,04	106 Pa protactínio 231,04	107 U urânio 238,03	108 Np netúnio (237)	109 Pu plutônio (244)	110 Am américio (243)	111 Cm curcio (247)	112 Bk berquílio (247)	113 Cf califórnio (251)	114 Es einstênio (252)	115 Fm fermio (257)	116 Md mendelívio (258)	117 No nobólio (259)	118 Lr laurêncio (262)

■ Não metais ■ Metais alcalinos ■ Semimetais ■ Outros metais ■ Lantanídeos
■ Gases nobres ■ Metais alcalino-terrosos ■ Halogênios ■ Metais de transição ■ Actinídeos

3 **Li** — número atômico
 Li — símbolo químico
 6,94 — nome
 6,941 — peso atômico
 (ou número de massa do isótopo mais estável)

↑
eletro-negatividade

a capacidade que um átomo tem de atrair para ele elétrons

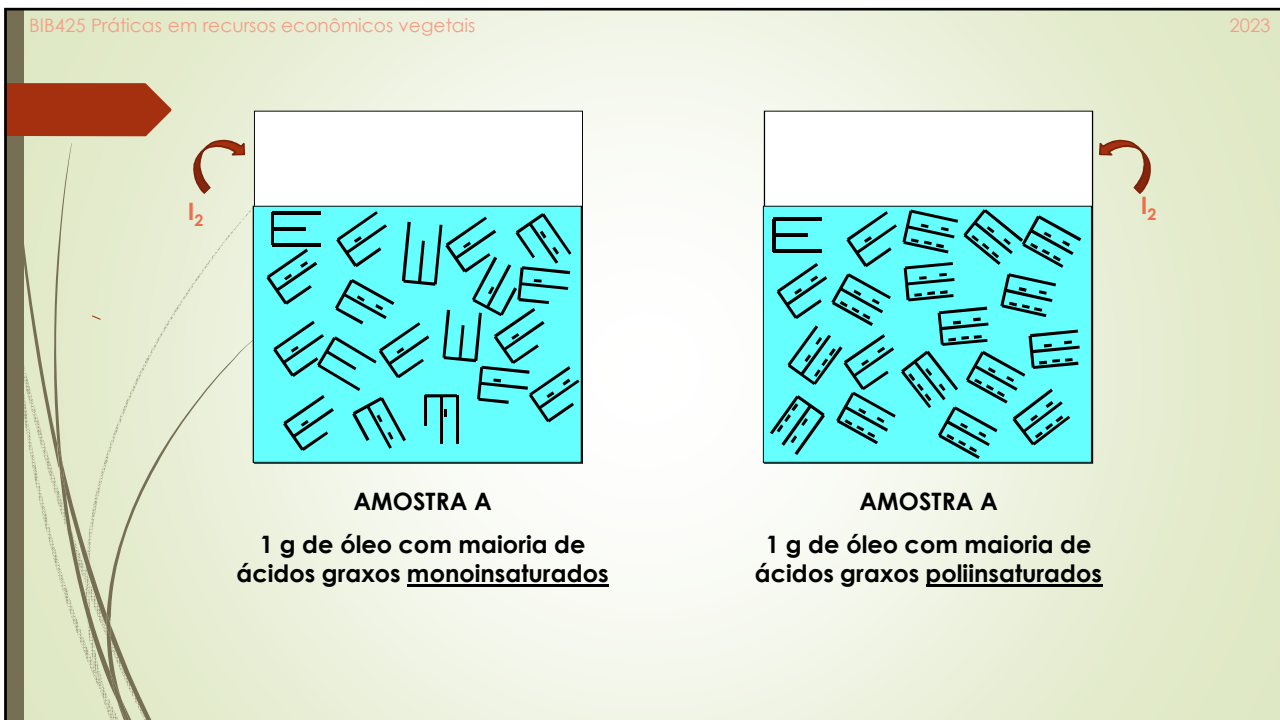
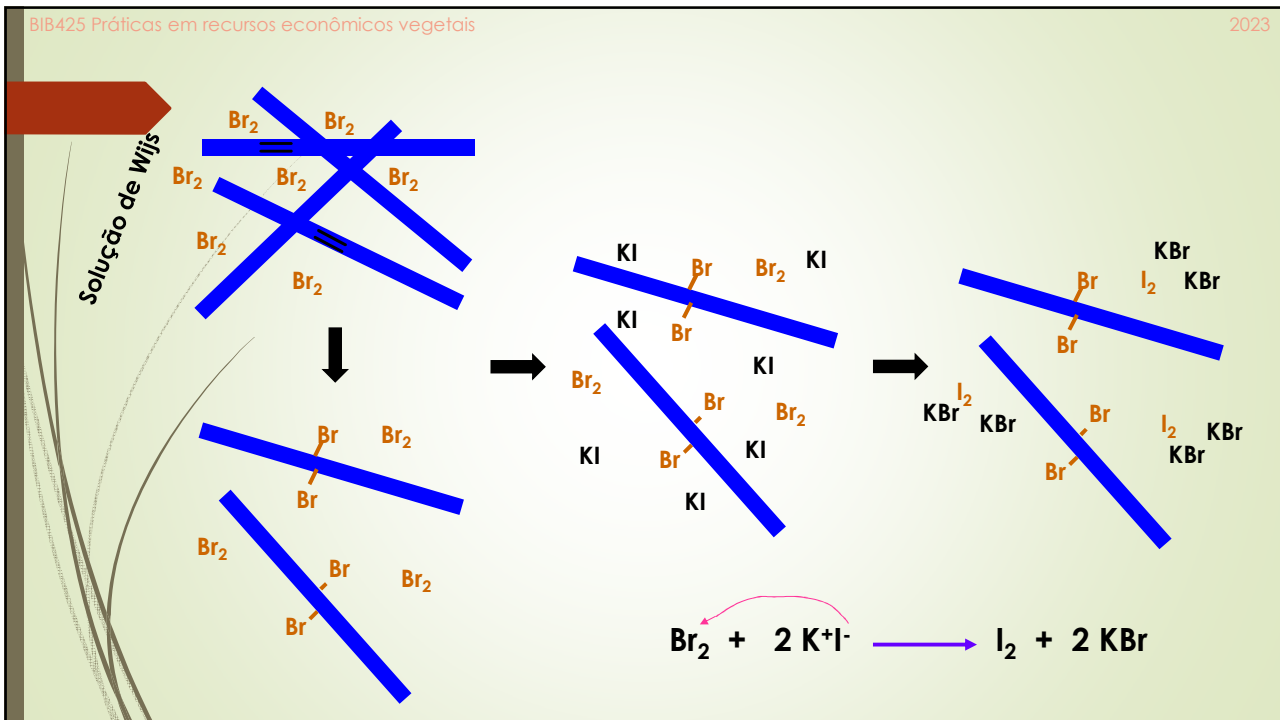
BIB425 Práticas em recursos econômicos vegetais 2023

Solução de Wijs + óleo

$Br_2 + 2 K^+I^- \rightarrow I_2 + 2 KBr$

BIB425 Práticas em recursos econômicos vegetais 2023

$Br_2 + 2 K^+I^- \rightarrow I_2 + 2 KBr$



AMOSTRA A
1 g de óleo com maioria de ácidos graxos monoinsaturados
MENOR ÍNDICE DE IODO

AMOSTRA A
1 g de óleo com maioria de ácidos graxos poliinsaturados
ALTO ÍNDICE DE IODO

ÍNDICES DE ALGUNS ÓLEOS COMERCIAIS

AMOSTRA	ÍNDICE DE SAPONIF.	ÍNDICE DE IODO
COCO	255-258	8-9,5
DENDÊ	200-205	53-57
CANOLA	170-177	97-105
OLIVA	187-196	79-90
MILHO	187-196	109-133
GERGELIM	188-193	103-122
SOJA	189-195	127-138
LINHO	187-195	>170

1. Índice de saponificação

Procedimento

1. Pesa-se em erlenmeyer de 250 mL, exatamente cerca de 2 g de amostra.
2. Adiciona-se, exatamente através de bureta, 25 mL de solução alcoólica de KOH 0,5 N.
3. Adapta-se ao frasco, por intermédio de rolha perfurada, um condensador de refluxo constituído por um simples tubo de vidro de 70-80 cm de comprimento e 5-8 mm de diâmetro.
4. Aquece-se em banho-maria por 30 min, agitando periodicamente.
5. Adiciona-se 0,5 mL de solução de fenolftaleína a 1% e titula-se com solução titulométrica (isto é, com fator de correção conhecido) de HCl 0,5 N.
6. Faz-se, ao mesmo tempo, uma prova em branco, utilizando somente a solução de KOH.

Cálculo:

$$\text{Índice de saponificação} = \frac{28,05 \cdot (A \cdot f_c - B \cdot f_c)}{m}$$

Onde:

- A = volume de HCl gasto no ensaio em branco
 B = volume de HCl gasto na titulação da amostra
 m = massa da amostra em gramas
 f_c = fator de correção da solução de HCl

2. Índice de iodo

Procedimento

1. Pesa-se, num erlenmeyer de 250 mL, exatamente cerca de 300 mg de amostra.
2. Dissolve-se o óleo em 10 mL de clorofórmio e juntam-se 25 mL, rigorosamente medidos com bureta, de solução de Hanus.
3. Realiza-se, simultaneamente, uma prova em branco (isto é, sem a amostra) nas mesmas condições.
4. Tapam-se os frascos, que são em seguida agitados e deixados em repouso por meia hora, no escuro.
5. Juntam-se 15 mL de solução de iodeto de potássio e dilui-se a solução com 50 mL de água destilada.
6. Titula-se o excesso de iodo com solução titulométrica de tiosulfato de sódio 0,1 N, através de bureta, cuidadosamente, até o líquido se tornar amarelo palha.
7. Adiciona-se então 1 mL de goma de amido 1% e continua-se a titulação até o desaparecimento da cor azul nas camadas aquosa e clorofórmica.

Cálculo:

$$\text{Índice de iodo} = \frac{12,69 \cdot N \cdot (A \cdot f_c - B \cdot f_c)}{m}$$

Onde:

- N = normalidade da solução de tiosulfato de sódio
 A = Volume gasto de tiosulfato de sódio no ensaio em branco
 B = volume gasto de tiosulfato de sódio com a amostra
 m = massa da amostra em gramas
 f_c = fator de correção da solução de tiosulfato de sódio

PREPARAÇÃO DE SOLUÇÃO DE ÁCIDO CLORÍDRICO

Objetivo: determinar a **concentração exata** de uma solução de HCl previamente preparada.

Procedimento:

1. Pesar **exatamente** 2,65 g de carbonato dissódico anidro PA, previamente seco a 270 °C durante 1 hora.
2. Transferir para um béquer, adicionar cerca de 20 mL de água destilada e dissolver completamente o reagente
3. Transferir a solução para um balão volumétrico de 50 mL e completar o volume com água destilada. Homogeneizar a solução.
4. Transferir **exatamente** 10 mL da solução padrão do carbonato para um erlenmeier de 125 mL. Juntar 20 mL de água destilada e aquecer a 60-70 °C por cerca de 3-4 minutos. Deixar esfriar, até atingir a temperatura ambiente.
5. Adicionar algumas gotas de fenolftaleína à solução.
6. Titular com a solução de ácido clorídrico 1N disponível.
7. Calcular o fator de correção da solução final de HCl (f_{cHCl}), através da fórmula:

$$f_{\text{HCl}} = 10 / V_{\text{HCl}}$$

Onde: V_{HCl} = volume da solução de HCl gasto

PREPARAÇÃO DE SOLUÇÃO DE ÁCIDO CLORÍDRICO

Objetivo: determinar a concentração exata de uma solução de HCl previamente preparada.

Balança analítica

Procedimento:

1. Pesar **exatamente** 2,65 g de carbonato dissódico anidro PA, previamente seco a 270 °C durante 1 hora.
2. Transferir para um béquer, adicionar cerca de 20 mL de água destilada e dissolver completamente o reagente
3. Transferir a solução para um balão volumétrico de 50 mL e completar o volume com água destilada. Homogeneizar a solução.
4. Transferir **exatamente** 10 mL da solução padrão do carbonato para um erlenmeier de 125 mL. Juntar 20 mL de água destilada e aquecer a 60-70 °C por cerca de 3-4 minutos. Deixar esfriar, até atingir a temperatura ambiente.
5. Adicionar algumas gotas de fenolftaleína à solução.
6. Titular com a solução de ácido clorídrico 1N disponível.
7. Calcular o fator de correção da solução final de HCl (f_{HCl}), através da fórmula:

$$f_{\text{HCl}} = 10 / V_{\text{HCl}}$$

Onde: V_{HCl} = volume da solução de HCl gasto

PREPARAÇÃO DE SOLUÇÃO DE ÁCIDO CLORÍDRICO

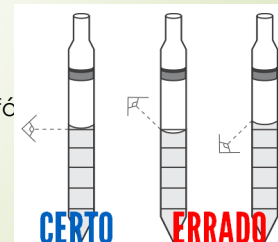
Objetivo: determinar a concentração exata de uma solução de HCl previamente preparada.

Procedimento:

1. Pesar **exatamente** 2,65 g de carbonato dissódico anidro PA, previamente seco a 270 °C durante 1 hora.
2. Transferir para um béquer, adicionar cerca de 20 mL de Pipeta Pasteur e dissolver completamente o reagente
3. Transferir a solução para um **balão volumétrico** de 50 mL e **completar o volume** com água destilada. Homogeneizar a solução.
4. Transferir **exatamente** 10 mL da solução padrão do carbonato para um erlenmeier de 125 mL. Juntar 20 mL de água destilada e aquecer a 60-70 °C por cerca de 3-4 minutos. Deixar esfriar, até atingir a temperatura ambiente.
5. Adicionar algumas gotas de fenolftaleína à solução.
6. Titular com a solução de ácido clorídrico 1N disponível.
7. Calcular o fator de correção da solução final de HCl (f_{HCl}), através da fórmula:

$$f_{\text{HCl}} = 10 / V_{\text{HCl}}$$

Onde: V_{HCl} = volume da solução de HCl gasto



PREPARAÇÃO DE SOLUÇÃO DE ÁCIDO CLORÍDRICO

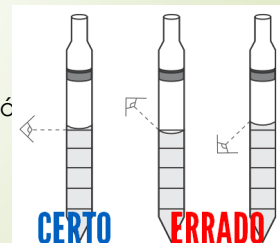
Objetivo: determinar a concentração exata de uma solução de HCl previamente preparada.

Procedimento:

1. Pesar **exatamente** 2,65 g de carbonato dissódico anidro PA, previamente seco a 270 °C durante 1 hora.
2. Transferir para um béquer e adicionar cerca de 20 mL de água destilada e dissolver completamente o reagente.
3. Transferir a solução para uma **Pipeta volumétrica** métrica de 50 mL e completar o volume com água destilada. Homogeneizar a solução.
4. Transferir **exatamente** 10 mL da solução padrão do carbonato para um erlenmeier de 125 mL. Juntar 20 mL de água destilada e aquecer a 60-70 °C por cerca de 3-4 minutos. Deixar esfriar, até atingir temperatura ambiente.
5. Adicionar algumas gotas de fenolftaleína à solução.
6. Titular com a solução de ácido clorídrico 1N disponível.
7. Calcular o fator de correção da solução final de HCl (f_{HCl}), através da fórmula

$$f_{\text{HCl}} = 10 / V_{\text{HCl}}$$

Onde: V_{HCl} = volume da solução de HCl gasto



PREPARAÇÃO DE SOLUÇÃO DE ÁCIDO CLORÍDRICO

Objetivo: determinar a concentração exata de uma solução de HCl previamente preparada.

Procedimento:

1. Pesar **exatamente** 2,65 g de carbonato dissódico anidro PA, previamente seco a 270 °C durante 1 hora.
2. Transferir para um béquer, adicionar cerca de 20 mL de água destilada e dissolver completamente o reagente.
3. Transferir a solução para um balão volumétrico de 50 mL e completar o volume com água destilada. Homogeneizar a solução.
4. Transferir **exatamente** 10 mL da solução padrão do carbonato para um erlenmeier de 125 mL. Juntar 20 mL de água destilada e aquecer a 60-70 °C por cerca de 3-4 minutos. Deixar esfriar, até atingir temperatura ambiente.
5. Adicionar algumas gotas de fenolftaleína à solução.
6. **Titular** com a solução de ácido clorídrico 1N disponível.
7. Calcular o fator de correção da solução final de HCl (f_{HCl}), através da fórmula

$$f_{\text{HCl}} = 10 / V_{\text{HCl}}$$

Onde: V_{HCl} = volume da solução de HCl gasto

