



Instituto Politécnico de Coimbra

Escola Superior Agrária

Mestrado em Engenharia Alimentar

Relatório de Estágio Profissionalizante

Refinação de óleos vegetais e fracionamento contínuo de óleo de
Palma



Daniel Santos Mota

Coimbra, 2016



Instituto Politécnico de Coimbra

Escola Superior Agrária

Mestrado em Engenharia Alimentar

Relatório de Estágio Profissionalizante

Refinação de óleos vegetais e fracionamento contínuo de óleo de
Palma

Daniel Santos Mota

Orientador: Professor Jorge Varejão

Co-orientador: Doutor Ricardo Ventura

Local de estágio: Rogério Leal, SA

Coimbra, 2016

Este Relatório de Estágio Profissionalizante foi elaborado expressamente para a obtenção de grau de Mestre de acordo com o despacho nº 2032/2014 de 7 de fevereiro de 2014, referente ao Regulamento do Ciclo de Estudos conducente à obtenção do grau de Mestre do Instituto Politécnico de Coimbra.

AGRADECIMENTOS

De todas as pessoas envolvidas tanto na Formação em Contexto de Trabalho como no Relatório de Estágio, não posso deixar de destacar a minha família e os meus amigos, que sempre me apoiaram.

Gostaria, de agradecer à empresa Rogério Leal, S.A., por me ter dado a oportunidade de estagiar nas suas instalações.

Menciono, também, o meu Orientador Externo, Dr. Ricardo Ventura pelo seu apoio e pela disponibilidade prestada para o esclarecimento de todas as dúvidas, existentes durante o período de estágio e na elaboração do trabalho, e pela sua orientação durante o desenvolvimento do mesmo.

Dentro da empresa, devo agradecer ao pessoal da empresa, por me terem acolhido, nomeadamente às pessoas que trabalham na refinaria e no laboratório, pela orientação e dedicação.

Não posso deixar de agradecer ao Professor Jorge Varejão na ajuda na preparação do relatório e sua respetiva correção.

RESUMO

Este relatório enquadra-se na unidade de formação de estágio profissionalizante, do Mestrado em Engenharia Alimentar da Escola Superior Agrária de Coimbra e traduz algumas partes do trabalho realizado ao longo de 6 meses de estágio, na empresa Rogério Leal. O estágio consistiu na observação, e posterior participação, dos métodos de refinação, hidrogenação, interestereficação e fracionamento do óleo de palma.

Neste relatório descreve-se o método de refinação físico e hidrogenação do óleo de palma, que é um método simples e torna este óleo apto a várias aplicações da indústria alimentar. O óleo de palma (refinado), devido a sua específica composição em ácidos gordos, é um dos únicos óleos em que se compensa a separação das suas duas frações a oleína e a estearina (Fracionamento). O método de fracionamento do óleo de palma também é descrito neste relatório.

Palavras-chave: Palma; Refinação; Fracionamento; Oleína; Estearina

ABSTRACT

This report is part of the vocational training unit of the Master's Degree in Food Engineering of the Agrarian Higher School of Coimbra and reflects some of the work carried out during the six-month internship at Rogério Leal. The stage consisted in the observation and subsequent participation of the methods of refining, hydrogenation, interesterification and fractionation of palm oil.

This report describes the method of physical refining and hydrogenation of palm oil, which is a simple method and makes this oil suitable for various applications in the food industry. Palm oil (refined), due to its specific composition in fatty acids, is one of the only oils that compensates for the separation of its two fractions, olein and stearin (fractionation). The method of fractionation of palm oil is also described in this report.

Key-words: Palm; refining; fractionation; olein; Stearin

Sumário

Agradecimentos.....	iv
Resumo.....	v
Abstract	vi
Índice de Figuras.....	viii
Índice de Tabelas	viii
Introdução	1
1. Apresentação da empresa	2
2. Óleo de Palma.....	5
2.1. Propriedades botânicas e industriais da palmeira.....	5
2.2. Tipos óleo de Palma	7
2.3. Características e composição física e química do óleo de palma	8
3. Refinação de óleos vegetais: Óleo de Palma.....	12
3.1. Depuração e Branqueamento	14
3.2. Desodorização.....	18
4. Hidrogenação.....	21
5. Fracionamento.....	25
6. Análises de controlo.....	30
6.1. Observação da cor da amostra:.....	30
6.2. Pesquisa de sabões:	30
6.3. Grau de acidez:.....	31
6.4. Índice de peróxidos:	31
6.5. GC (Fracionamento)	33
Conclusão	35
Bibliografia.....	36

Índice de Figuras

Figura 1 – Mapa ilustrativo de onde a marca se encontra presente (●) e das respectivas unidades fabris (●).....	2
Figura 2 – Certificações obtidas pela empresa Rogério Leal.....	4
Figura 3 - Diferentes óleos extraídos do fruto	7
Figura 4 - Tipos de óleo extraídos do fruto e frações obtidas.....	7
Figura 5 - Reação de formação de triglicerídeos	9
Figura 6 - Cor do óleo de palma bruto	10
Figura 7 - Fluxograma geral do processo de refinação do óleo de palma na empresa Rogério Leal	13
Figura 8 - Saco de trisyl (Silica adsorvente).....	14
Figura 9 - Representação dos principais fosfatídeos existentes nos óleos vegetais.....	15
Figura 10 - Sistema de branqueamento dos óleos brutos	17
Figura 11 - Mudança de cor do óleo bruto para o desodorizado	18
Figura 12 - Aditivo antioxidante “Tocobiol” contém na sua composição o aditivo E-306 (tocoferóis ou vitamina E).....	19
Figura 13 - Sistema de desodorização dos óleos branqueado.....	20
Figura 14 - Isómero cis e Isómero trans	21
Figura 15 - Fluxograma do processo Hidrogenação	23
Figura 16 - Sistema de Hidrogenação.....	24
Figura 17 - Cristalização dos triglicerídeos	26
Figura 18 - Tempos e temperaturas de cada passo no cristalizador	27
Figura 19 - Filtro de placas	28
Figura 20 - Tanque aquecimento das estearinas.....	28
Figura 21- Sistema de fracionamento	29
Figura 22 - Aparelho Lovibond.....	30
Figura 23 – Aparelho de cromatografia gasosa	33

Índice de Tabelas

Tabela 1 – Principais produtos acabados produzidos pela Empresa Rogério Leal no ano de 2016.....	3
Tabela 2 - Maiores produtores de óleo de palma	5
Tabela 3 - Propriedades botânicas e industriais da palmeira	6
Tabela 4 – Composição lipídica do óleo de palma bruto.....	8
Tabela 5 – Gama em percentagem relativa dos ácidos gordos presentes no óleo de palma bruto	9
Tabela 6 - Composição em carotenoides	10
Tabela 7 - Propriedades físico-químicas do óleo de palma e das suas frações.....	11
Tabela 8 - Teor de fosfatídeos em percentagem existente nos óleos brutos.....	15
Tabela 9- Conteúdo de ácidos gordos do óleo de palma e das suas frações.....	25

Introdução

O presente relatório foi elaborado no âmbito da disciplina de Estágio profissionalizante, pertencente ao último ano do Mestrado em Engenharia Alimentar, lecionado na Escola Superior de Agrária de Coimbra, Instituto Politécnico de Coimbra. O estágio decorreu entre 11 Janeiro e 9 de Julho na empresa Rogério Leal & Filhos, S.A.

A Rogério Leal opera no setor do fabrico e venda de margarinas, óleos e gorduras para a produção de alimentos; desde a indústria alimentar até às padarias, pastelarias, confeitarias e canal horeca.

O plano de trabalho durante a realização do estágio centrou-se inicialmente na observação do processo de refinação de óleos vegetais (mais propriamente direcionado para a refinação do óleo de Palma) e observação do processo de hidrogenação. A partir do mês de fevereiro foi-me permitido uma participação mais ativa na refinaria. O processo de refinação tem como objetivo principal ampliar o tempo de vida/prateleira e o espectro de utilização industrial do óleo. O controlo de qualidade deste óleo é realizado no laboratório da empresa. Outros processos de transformação de gorduras também foram observados como por exemplo a interesterificação bem como o processo de produção de sabões.

O óleo de palma destaca-se em relação a outros tipos por possuir uma característica peculiar pela relativa facilidade de separar este óleo nas suas frações naturais: a oleína e a estearina. Este processo designa-se por fracionamento. A unidade de fracionamento teve o seu arranque oficial no mês de junho com ajuda dos engenheiros da empresa Spirax.

1. Apresentação da empresa

A empresa, Rogério Leal & Filhos S.A., com sede em Arrifana, começou a ser explorada na década dos anos sessenta (1960), designada de Leal & Irmão, começou pela produção e comercialização de gorduras de origem animal.

Passados cinco anos após a sua criação (1965) a empresa passa a chamar-se Rogério Leal e mantém a atividade no setor de transformação de gorduras para fins alimentares e / ou industriais.

Após cerca de duas décadas (1980) inicia a construção das unidades de produção de margarinas (margarinaria), de refinação de óleos vegetais e de produção de sabões e no kwanza sul com a plantação de milho, girassol e palma.

Em 1988 a empresa passa a ser designada de Rogério Leal & Filhos, Lda.

Presentemente a empresa dispõe de:

- Unidade de Produção de Sabões e Sabonetes;
- Unidade de refinaria de óleos;
- Unidade de fracionamento de óleos;
- Unidade de produção de margarinas, cremes de cacau e outras gorduras alimentares;
- Produção de energia elétrica a partir de recursos solares;

Esta empresa desempenha ainda atividades no continente Africano, nomeadamente em Viana (República de Angola) com a produção de sabões.



Figura 1 – Mapa ilustrativo de onde a marca se encontra presente (●) e das respetivas unidades fabris (⦿).

A empresa produz ainda os seguintes produtos acabados, apresentados na tabela 1:

<p>Margarinas Alimentares e Gorduras</p>	<p>Margarina “Bolo-Rei”; Margarina “Folhado”; Margarina “Meio-Folhado”; Margarina “Croissant”; Margarina “Cremes”; Margarina “Culinária”; Margarina “Vegetal Vitaminado” (Exportação); Cremes “para barrar”; Oleína de Palma; Esterina de Palma; Óleo de Palma; Gordura para Fritos; Desmoldante; Shortening; Óleo de Côco; Gordura para pipocas; Emulsão gorda;</p>
<p>Cremes de Cacau</p>	<p>“Especial para Forno”; “Especial para cobertura e recheio”; “Especial para barrar”;</p>
<p>Sabões</p>	<p>Sabão Offenbach; Sabão Extra;</p>

Tabela 1 – Principais produtos acabados produzidos pela Empresa Rogério Leal no ano de 2016.

A Rogério Leal é detentora das certificações NP ISO 9001:2008 e NP ISO 22000:2005, obtidas em 2013 e relativas à produção de margarina, cremes de cacau e outras gorduras alimentares. A empresa é também detentora das certificações Halal e Kosher.

Em 2015, a Rogério Leal obteve a certificação RSPO (Roundtable on Sustainable Palm Oil), comprometendo-se na utilização e comercialização de óleo de palma proveniente de plantações sustentáveis.

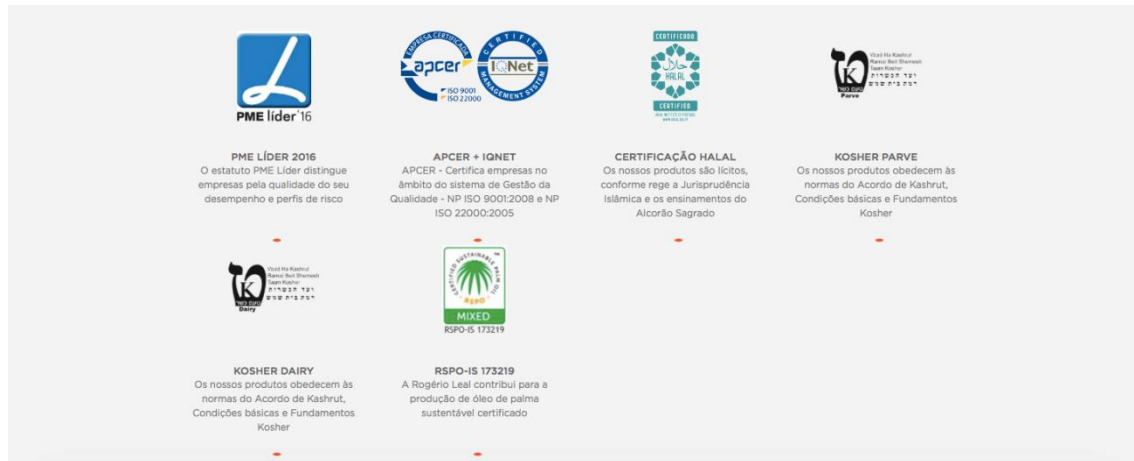


Figura 2 – Certificações obtidas pela empresa Rogério Leal.

2. Óleo de Palma

O óleo de palma é um dos óleos vegetais mais produzidos e consumidos mundialmente, com as mais diversas aplicações na indústria, desde frituras industriais, chocolates, massas, margarinas, cremes vegetais, biscoitos, bolachas, gelados, cosméticos, sabões e usado como matéria-prima na produção de biodiesel (Gunstone, 2002).

A planta/palmeira (*Elaeis guineensis jacquin*) da qual se extrai o óleo de palma é originária do Sul da costa ocidental de África, mais precisamente do Golfo da Guiné e das florestas tropicais da costa da Libéria até Angola. Esta planta foi introduzida pelas mais variadas florestas tropicais ao redor do mundo, desde América do Sul até ao Leste da Ásia, onde até hoje se encontram os maiores produtores de óleo de palma como por exemplo a Malásia e a Indonésia (Borges et al.,2016).

Consultando a tabela 2 podemos verificar que os maiores produtores de óleo de palma são a Malásia e a Indonésia responsáveis por 85% da produção mundial. Nigéria, Tailândia, Colômbia, Equador e Papua Nova Guiné representam juntas 6,6% da produção. O saldo de 8,4% divide-se entre outros 36 países (Foreign Agricultural Service, 2016).

País	Quantidade óleo palma produzido anualmente (ton)
1º Indonésia	35,000
2º Malásia	21,000
3º Tailândia	2,300
4º Colômbia	1,280
5º Nigéria	970
Outros	4,945
Total:	65,495

Tabela 2 - Maiores produtores de óleo de palma.

2.1. Propriedades botânicas e industriais da palmeira

Relativamente as características botânicas, descritas em detalhe na tabela 3, a planta/palmeira é uma monocotiledônea pertencente à família *Arecaceae*. Esta planta possui duas espécies que possuem interesse comercial e agrícola a espécie *Elaeis guineensis* originária de África e mais vulgar e encontrada e a espécie *Elaeis oleifera* originária da América Central (Borges et al.,2016).

Nome científico:	<i>Elaeis guineensis</i> jacquin
Família:	Arecaceae
Origem	Costa Ocidental da África
Altura média:	10m
Crescimento	50 - 70 cm/ano
Circunferência do tronco	355 cm
Cor da folha	Verde
Produção de folhagem	24 – 30 Por ano
Altura da folhagem	6 – 8 m
Forma da fruta	Frutos em cachos, densos, ovoides, pretos, vermelhos na base
Cor do fruto maduro	Amarelo dourado / vermelho
Período de incubação	12 – 15 Meses
Início da colheita	30 Meses após o plantio no campo
Densidade da plantação	136-160 Palmas por hectare
Número de cachos	12 Cachos/ano
Frutos por cachos	1.000 – 3.000
Peso do cacho	20 – 30 Kg
Tamanho e forma do fruto	5 cm – oval
Peso do fruto	10 g
Núcleo do fruto	5 – 8 %
Mesocarpo por frutos	85 – 92%
Óleo por mesocarpo	20 – 50%
Óleo por cacho	25 – 28%
Produção de óleo	5– 8 tons/hectare/ano

Tabela 3 - Propriedades botânicas e industriais da palmeira.

2.2. Tipos óleo de Palma

O óleo de palma (CPO- Crude Palm Oil) e o palmiste (PKO- Palm Kernel Oil) são os dois principais óleos extraídos do mesocarpo do fruto da palmeira (CPO) e extraído da amêndoa do fruto (PKO), como se pode ver na Figura 3 (Gunstone, 2002).

Estes dois óleos possuem características e propriedades muito distintas, no óleo de palma temos maior concentração em termos de ácidos gordos palmítico e oleico enquanto no palmiste temos de láurico e mirístico. As propriedades do CPO tornam-no adequado para produtos alimentar (ex: margarinas) e as propriedades do PKO tornam-no adequado para produtos não alimentares (ex: cosméticos) (Gunstone, 2002).

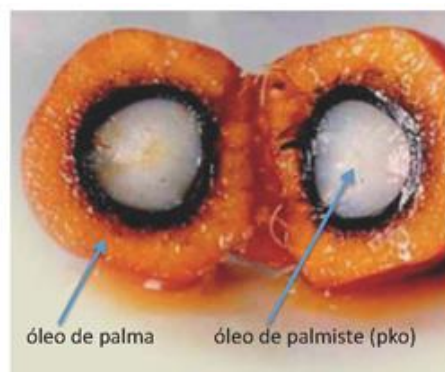


Figura 3 - Diferentes óleos extraídos do fruto

O óleo de palma (CPO) pode ser fracionado em duas frações, uma fração líquida (65-70%) conhecida como oleína de palma (com um ponto de fusão: 18-20 °C) ou uma super-oleína e uma fração sólida (30-35%) conhecida como estearina (com um ponto de fusão: 48-50 °C) (Gunstone, 2002).

A Figura 4 mostra os tipos de óleos que se podem extrair dos frutos bem como as frações obtidas.

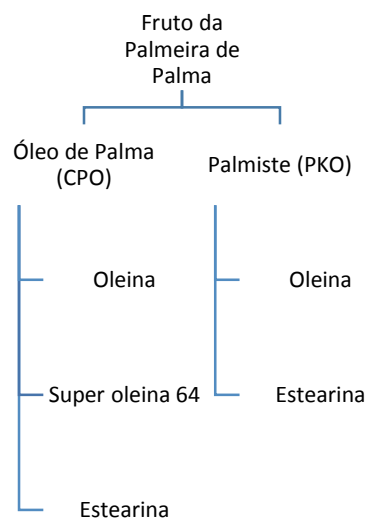


Figura 4 - Tipos de óleos extraídos do fruto e frações obtidas.

2.3. Características e composição física e química do óleo de palma

O óleo de palma é uma substância líquida, insolúvel em água constituído predominantemente por glicerídeos, ácidos gordos e outros constituintes não-lipídicos presentes em pequenas quantidades como se verifica na Tabela 4 (Mohammadreza et al., 2015).

Constituintes Principais	>99%
Triglicerídeos	87-92%
Diglicerídeos	3-8%
Monoglicerídeos	0,05%
Ácidos gordos livres	1-5%
Outros Constituintes	>1%
Fosfolípidos	20-80 mg/L
Glicolípidos	1000-3000 mg/L
Álcoois triterpénicos	300-800 mg/L
Esteróis	300-600 mg/L
Carotenoides	500-700 mg/L
Tocoferóis	500-600 mg/L

Tabela 4 – Composição lipídica do óleo de palma bruto.

A qualidade e o preço do óleo de palma estão diretamente relacionados com a quantidade livre de ácidos gordos (FFA – Free Fatty Acids). Um alto conteúdo de ácidos gordos livres afeta a qualidade do óleo de palma uma vez que levanta problemas ambientais e de risco para saúde. A quantidade de ácidos gordos livres no óleo de palma varia com o país de origem (Mohammadreza et al., 2015).

O óleo de palma como se pode verificar na tabela 5 é composto maioritariamente pelo ácido mirístico (C14:0), palmítico (C16:0), oleico (C18:1) e linoleico (C18:2). O óleo de palma tem quase a mesma percentagem de ácidos gordos saturados e insaturados, contendo uma quantidade quase insignificante de ácidos gordos láurico (C12:0) e mirístico (C14:0) que provocam hipercolesterolemia (aumento do mau colesterol) (Mohammadreza et al., 2015).

Ácido Gordo	Gama (%)
Láurico (C12:0)	0,1-1
Mirístico (C14:0)	0,9-1,5
Palmítico (C16:0)	41,8-46,8
Palmitoleico (C16:1)	0,1-0,3
Esteárico (C18:0)	4,5-5,1
Oleico (C18:1)	37,3-40,8
Linoleico (C18:2)	9,1-11,0
Linolénico (C18:3)	0,4-0,6
Araquídico (C20:0)	0,2-0,7

Tabela 5 – Gama em percentagem relativa dos ácidos gordos presentes no óleo de palma bruto.

Como em todos os óleos alimentares, os triglicerídeos são os maiores constituintes do óleo de palma, cerca de 95%. Os triglicerídeos surgem da reação de esterificação entre uma molécula de glicerol (álcool) e três moléculas de ácidos gordos (ácido carboxílico com mais de 11 carbonos), como é possível verificar na Figura 5, gerando uma molécula de triglicerídeo e três moléculas de água (Mohammadreza et al., 2015).

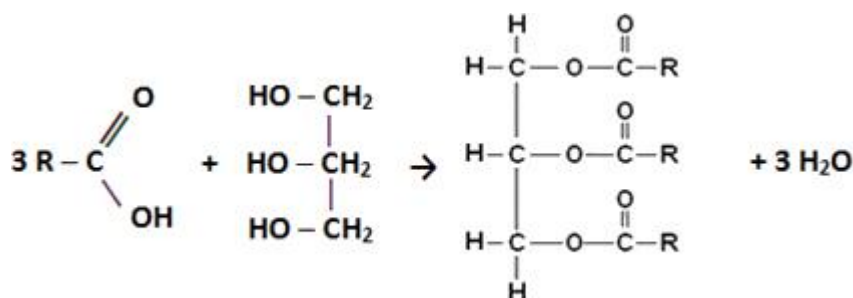


Figura 5 - Reação de formação de triglicerídeos.

A composição de triglicerídeos é normalmente determinada por cromatografia líquida de alta eficiência. A maioria dos ácidos gordos presentes no óleo de palma surge na forma de triglicerídeos. O diferente posicionamento dos ácidos gordos quando ligados á molécula de glicerol origina um número de triglicerídeos diferentes (Mohammadreza et al., 2015).

Relativamente ao remanescente da composição do óleo de palma este pode ser dividido em dois grupos. O primeiro grupo consiste em derivados de ácidos gordos, glicerídeos, monoglicerídeos, diglicerídeos, fosfatídeos, ésteres e esteróis. O segundo grupo é composto por hidrocarbonetos, álcoois alifáticos, tocoferóis, pigmentos e traços de metais (Mohammadreza et al., 2015).

O óleo de palma bruto possui uma cor laranja avermelhado escuro, como mostra a Figura 6, devido ao fato de possuir uma elevada composição de carotenoides, como a Tabela 6 apresenta (Mohammadreza et al., 2015).



Figura 6 - Cor do óleo de palma bruto.

O óleo de palma bruto é uma fonte natural rica em β -caroteno (50-56 mg/L), carotenoide que pode ser convertido em vitamina A, sendo, também um antioxidante potente a combater radicais livres. Quando comparado com outras fontes naturais de carotenoide, o óleo de palma bruto possui 15x mais pro-retinol que as cenouras e 300x mais que os tomates (Mohammadreza et al., 2015).

Carotenoides	500-700 mg/L
α -caroteno	30-35 mg/L
β -caroteno	50-56 mg/L
Licopeno	1-1,3 mg/L

Tabela 6 - Composição em carotenoides.

O óleo de palma é uma gordura sólida a temperatura ambiente, devido ao fato de ter como componente principal o ácido palmítico (ác. gordo saturado) que possui um ponto de fusão superior a 60 °C e o ácido oleico (ác. Gordo insaturado) que possui um ponto fusão próximo dos 15 °C (Mohammadreza et al., 2015).

O óleo de palma possui uma densidade entre os 0,89-0,92. A densidade é um parâmetro importante do ponto de vista comercial já que é usado nas conversões de volume para massa. Pode também ser utilizado como indicador de pureza. O valor da

densidade esta diretamente dependente do índice saponificação, índice de iodo, conteúdo de ácidos gordos, quantidade de água e temperatura (Mohammadreza et al., 2015).

Aproximadamente, o valor da densidade altera para +0,3 kg/m³ por cada aumento de unidade no valor de saponificação; 0,14 kg/m³ por cada aumento de unidade no valor do iodo; -0,68 kg/m³ por cada aumento de unidade na temperatura em °C; -0,2 kg/m³ por cada 1% de aumento no conteúdo de ácidos gordos; 0,8 kg/m³ por cada 1% de aumento na quantidade de água (Mohammadreza et al., 2015).

	Óleo de palma
Ponto de fusão (°C)	34,2
Densidade Relativa (50 °C)	0,89-0,92
Índice Refração (η)	1,46
Índice Iodo	47-55,8
Índice saponificação (mgKOH/g)	196-208,2

Tabela 7 - Propriedades físico-químicas do óleo de palma e das suas frações.

3. Refinação de óleos vegetais: Óleo de Palma

A Figura 7 descreve o fluxograma geral do processo de transformação do óleo de palma bruto em óleo de palma desodorizado, utilizado na empresa Rogério Leal, que pode ser utilizado na marginaria da empresa ou para venda a clientes.

Inicialmente o óleo de palma bruto é armazenado em depósitos exteriores (capacidade 250 toneladas) existentes na fábrica. Este óleo é então bombeado para a refinaria passando por um processo de depuração, branqueamento e desodorização. Sendo depois redirecionado ou para outras secções da fábrica ou para venda a cliente.

O óleo também pode passar por outras transformações tais como a hidrogenação ou interesterificação dependendo do uso que se pretende dar ao óleo. Este processo irá ser explicado em detalhe nos pontos a seguir.

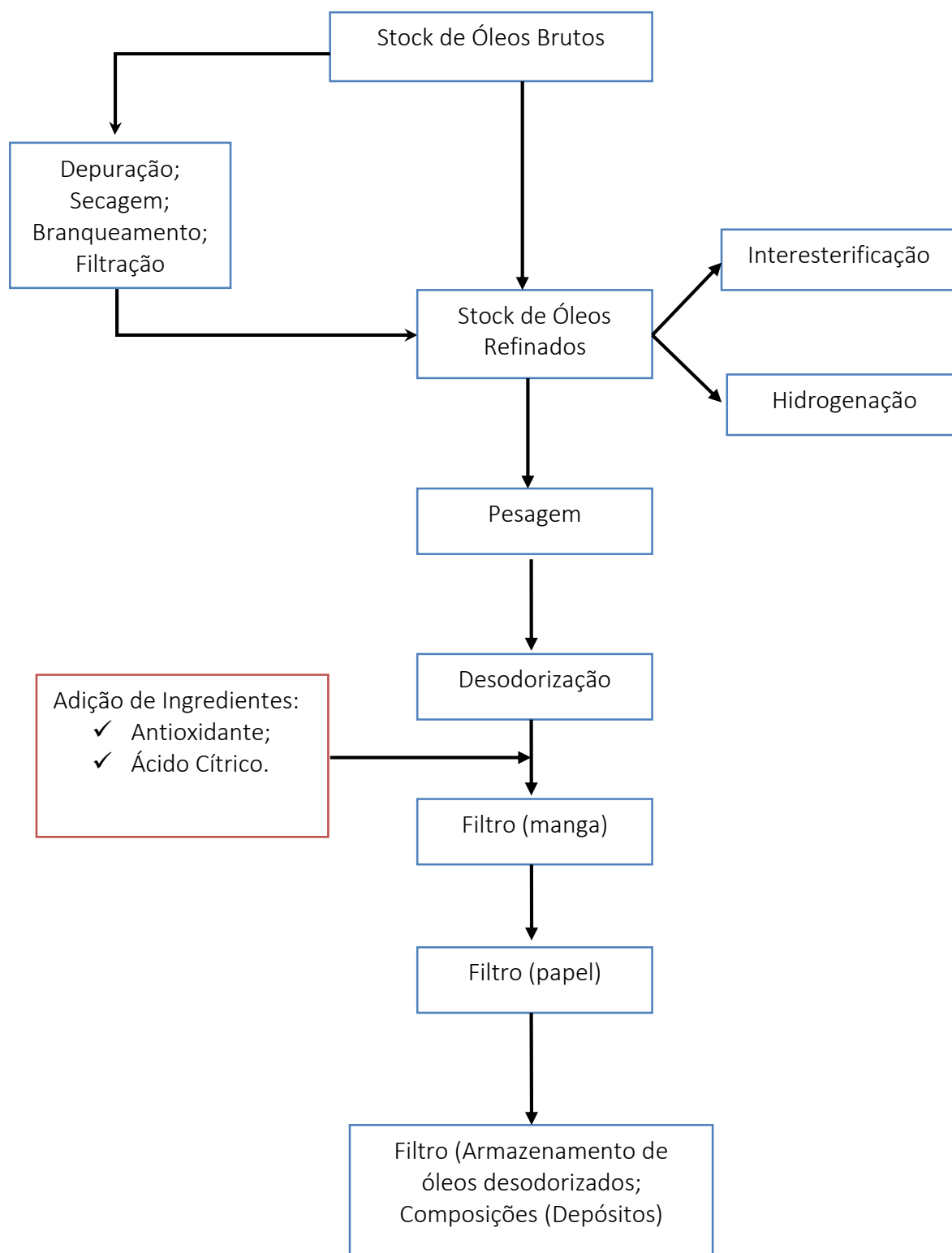


Figura 7 - Fluxograma geral do processo de refinação do óleo de palma na empresa Rogério Leal.

3.1. Depuração e Branqueamento

A depuração e branqueamento (processo de redução de cor) é a primeira etapa do processo de refinação dos óleos vegetais e tem como principal finalidade a remoção de pigmentos indesejáveis existentes no óleo e outros que possam surgir por modificações na matéria-prima durante o período de armazenamento e transporte. A depuração (1ª etapa) tem como objetivo eliminar outras impurezas tais como os sabões, traços de metais presentes no óleo devido à presença de metais no solo, água e metabolismo da planta, produtos de oxidação, fosfatídeos (gomas) e material insaponificável. O branqueamento (2ª etapa) é a remoção dos compostos corados (no caso da palma são os carotenoides) por adsorção com adsorventes branqueadores (Gunstone, 2002).

O branqueamento pode ser realizado de forma contínua ou descontínua. O branqueamento realizado na “Rogério Leal” é do tipo contínuo. Este é o tipo branqueamento é o mais indicado visto que desta forma pode-se garantir um tempo de contato maior do óleo com os adsorventes.

A Figura 10 apresenta o processo utilizado na depuração e branqueamento do óleo de palma bruto que acontece da seguinte forma:

O óleo bruto é bombeado dos depósitos de armazenamento exteriores para um depósito existente na refinaria que armazena o óleo para o processo. Este óleo é bombeado para o pré-aquecedor (depósito nº12 da figura 10) com uma mistura de ácido cítrico de 0,25%, sendo aquecido até aos 85°C.

Após atingir a temperatura desejada o óleo segue para um depósito com agitador (depósito nº12 da figura 10), onde é adicionado água e a sílica adsorvente como mostra a Figura 8.



Figura 8 - Saco de trisyl (Silica adsorvente).

Esta primeira fase do processo tem como objetivo neutralizar o óleo adsorvendo parcialmente alguns dos ácidos gordos livres e outros componentes como proteínas, ácidos oxidados, produtos resultantes da decomposição dos glicerídeos e dos pigmentos e fosfatídeos, como se pode ver na Figura 9. Esta etapa é também conhecida como degomagem. A adição do ácido cítrico na etapa de pré-aquecimento vai permitir a hidratação dos fosfatídeos não hidratáveis (PE e PA) aquando a adição da água. A

hidratação dos fosfatídeos hidratáveis (PC e PI) ocorre naturalmente com a adição da água. A hidratação destes componentes leva à precipitação destes e formação da tal goma (Telles, 2015).

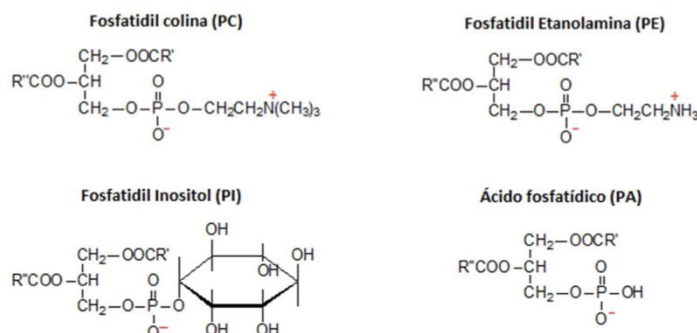


Figura 9 - Representação dos principais fosfatídeos existentes nos óleos vegetais.

A adição do gel sílica nesta etapa vai permitir a adsorção desta goma e de outros componentes.

Grande parte dos óleos vegetais contêm fosfatídeos (Tabela 8) ou simplesmente conhecidos nesta indústria como goma. Estes fosfatídeos são excelentes agentes emulsificantes e também aumentam as perdas durante o processo de refinação. Os fosfatídeos também estão ligados a parte dos metais existentes no óleo bruto. Por esta razão, ambos os constituintes, gomas e metais, são responsáveis pela baixa estabilidade dos óleos desodorizados. Dai ser desejável a remoção destes compostos. (Telles,2015)

Como o óleo de palma possui um teor de fosfatídeos baixo quando comparado com outros óleos vegetais, a goma resultante desta etapa é eliminada nos passos seguintes, ou seja no Branqueamento (Telles,2015).

Óleo	Teor de fosfatídeos (%)
Coco	0,025-0,05
Palma	0,04-0,1
Girassol	0,8-1,8
Milho	0,7-2,0
Canola	0,5-2,3
Algodão	1,0-2,5
Soja	1,0-3,0

Tabela 8 - Teor de fosfatídeos em percentagem existente nos óleos brutos.

De seguida o óleo é bombeado do depósito com agitador para o aquecedor (depósito nº14 da figura 10) e de seguida é puxado por vácuo para o secador (depósito nº15 da figura 10). Nesta etapa o óleo atinge uma temperatura de 100°C de forma a remover a humidade do óleo (água inserida na etapa anterior).

No secador, o óleo bombeado para o misturador (depósito nº 16 da figura 10) onde lhe é adicionada uma quantidade pré-ajustada de “terras branqueadoras” (1,5% Tonsil; 1,0% Carbon), termo usado neste tipo indústria para designar este tipo de argilas clarificantes.

Esta mistura é puxada por vácuo para os branqueadores (depósitos nº20 e 21 da figura 10), onde a mistura é agitada e aquecida até se atingir uma temperatura de 113°C, para uma melhor redução da cor e adsorção. Nesta etapa, ocorre a remoção dos pigmentos betacaroteno e clorofila que originam a cor avermelhada do óleo de palma. Os sítios de Lewis e Brønsted distribuídos pelas superfícies dos cristais de argila são responsáveis pela remoção das moléculas de clorofila e betacaroteno (Patricio et al., 2014).

O óleo após o branqueamento é bombeado para um dos filtros (nº22 ou 23 da figura 10), onde se faz a separação do óleo das “terras”. As “terras” são mantidas no filtro até se atingir o nível máximo (650kg). O óleo passa de um filtro para um depósito (nº26 da figura 10) passando por um permutador de arrefecimento onde atinge os 65°C. De seguida, o óleo que se encontra no depósito é bombeado para os depósitos de armazenamento dos óleos branqueados, passando por um filtro de pano que retém partículas indesejáveis.

O sistema possui dois filtros de forma a permitir o fluxo contínuo do processo, pois enquanto um dos filtros se encontra em operação, o outro é mantido em espera até que o primeiro esteja saturado de terras (650kg-nível máximo). O ciclo de filtração consiste em:

- Enchimento contínuo do filtro e saída do filtrante;
- Troca para outro filtro quando se atinge no outro o nível saturação de “terras”;
- Descarga do filtrante por gravidade e vibração;

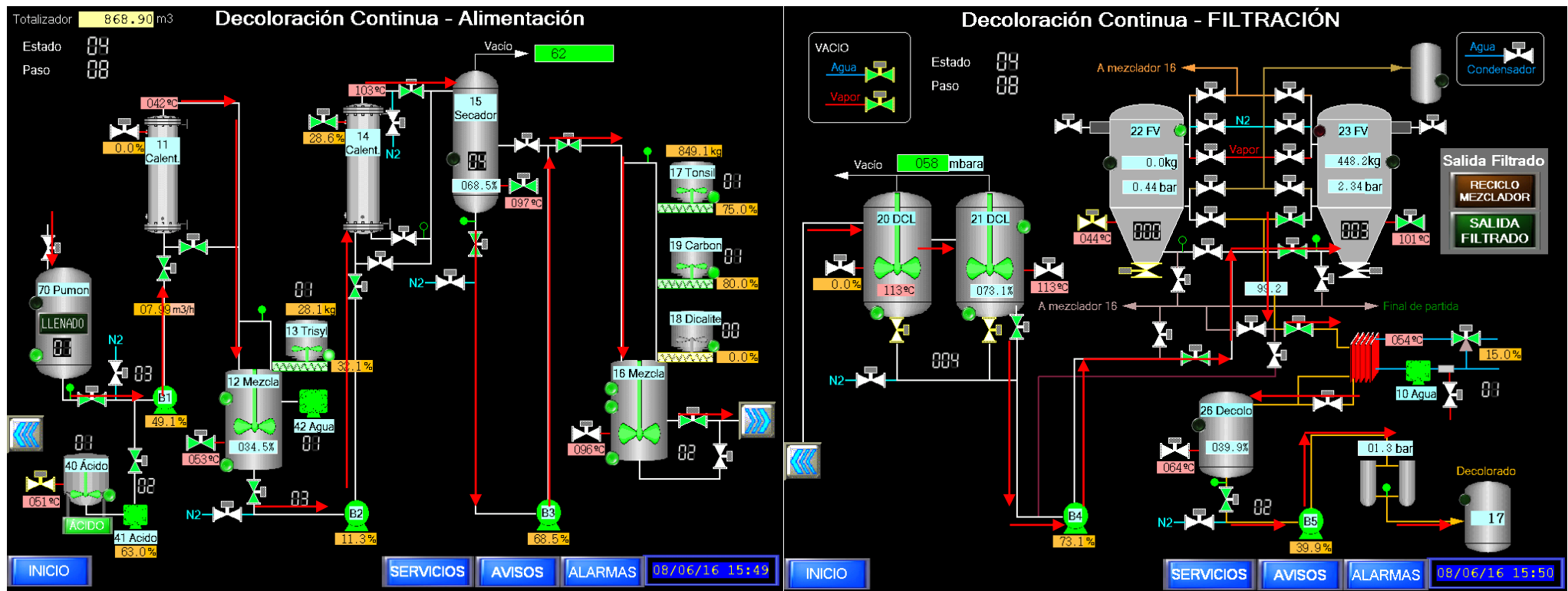





Figura 10 - Sistema de branqueamento dos óleos brutos.

Legenda da Figura 10:

-  -Bomba
-  -Válvula
-  -Caminho do óleo

3.2. Desodorização

A desodorização é a última etapa do processo de refinação de óleos e gorduras. Como o próprio nome indica tem como finalidade a remoção de substâncias que dão ao produto odor desagradável e remoção dos ácidos gordos livres responsáveis pela acidez. Esta etapa visa também numa melhoria do sabor, da cor e da estabilidade do produto.

O processo de desodorização, remove também produtos, tais como, grande parte das vitaminas (carotenoides e tocoferóis) que leva a uma mudança de cor, como se pode ver na Figura 11, cetonas, aldeídos, álcoois e ácidos gordos livres de baixo peso molecular, peróxidos e pode remover também traços de pesticidas utilizados durante a plantação da semente e solubilizados no óleo na etapa de extração. A desodorização é efetuada, dependendo do tipo de óleo, a uma temperatura entre 180 até 270°C e alto vácuo de 1 mmHg. O tempo de retenção (permanência do produto no desodorizador nas condições de processo) varia entre 15 e os 80 minutos. O processo de desodorização é constituído por quatro etapas básicas:

- ✓ Desaeração: tem por finalidade a remoção do oxigênio dissolvido assim como da humidade residual do óleo. É feita normalmente a uma temperatura de cerca de 80°C e sob alto vácuo (1 mmHg). Evita que durante a etapa de aquecimento o óleo se oxide ou sua acidez aumente por oxidação dos triglicéridos.
- ✓ Aquecimento: nesta etapa o óleo é levado até a temperatura de desodorização através de regeneração de calor (trocando calor com o óleo já desodorizado) e finalmente com um fluido de aquecimento, preferivelmente com vapor de água a alta temperatura.
- ✓ Retenção: o óleo é submetido a tratamento com injeção de vapor direto por um tempo determinado, de maneira a que as frações voláteis sejam eliminadas e a cor reduzida.
- ✓ Arrefecimento: nesta etapa, a temperatura do óleo é reduzida até a temperatura de armazenamento. Para que não haja reversão do processo e perda da qualidade, recomenda-se que o arrefecimento seja efetuado sob alto vácuo (1 mmHg) e injeção de vapor direto até pelo menos 110 °C (preferivelmente 80°C). O arrefecimento é feito em parte por regeneração (trocando calor com o óleo a desodorizar) e finalmente com água a temperatura ambiente.



Figura 11 - Mudança de cor do óleo bruto para o desodorizado.

A Figura 13 demonstra o processo utilizado na desodorização do óleo branqueado e acontece da seguinte forma:

Inicialmente é definida uma ordem de fabrico que define os tempos, temperaturas e quantidade de aditivos do processo de desodorização.

O óleo branqueado é bombeado dos depósitos de armazenamento existentes dentro da refinaria para a balança. Na balança é pesado um “batch” com seis toneladas de óleo. Este óleo é agitado e aquecido até aos 85°C.

Após a pesagem, é bombeado um “batch” de três toneladas (capacidade dos pratos do desodorizador) da balança para o desodorizador (tudo este sistema trabalha sobre alto vácuo 1 Torr). O desodorizador presente na refinaria possui oito pratos. Do prato um ao três é realizado um pré-aquecimento do óleo de forma gradual onde ocorre a etapa de desaeração (remoção da humidade do óleo). No prato quatro o óleo atinge a temperatura de desodorização (245°C). Do prato cinco ao sete, o óleo começa a arrefecer e é mantido por um determinado tempo em cada prato (20 minutos no prato cinco e mais 20 no prato seis), é nestes pratos que são libertadas as frações voláteis para um tanque a parte (estas frações são reutilizadas na produção de sabão).

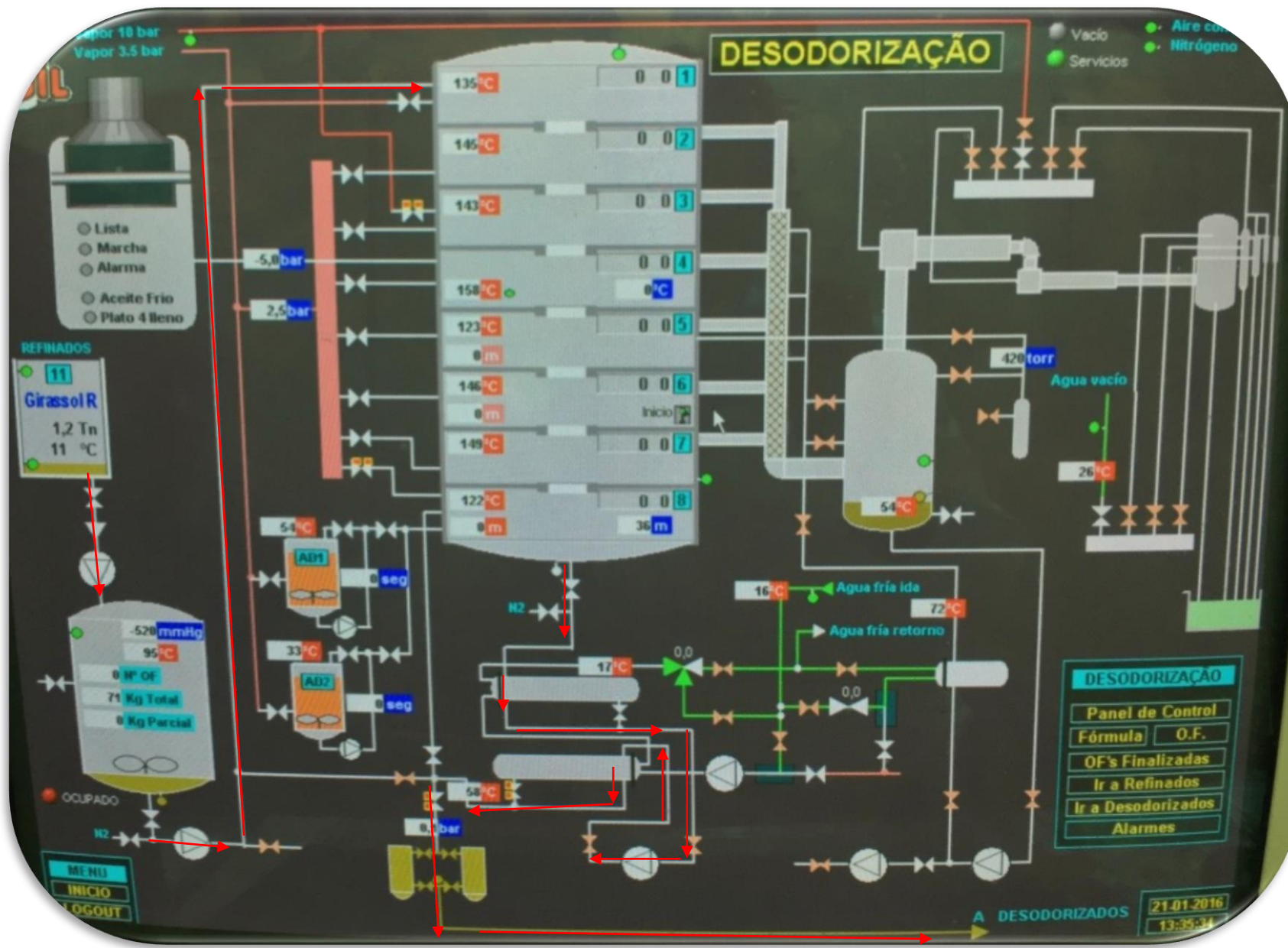
No prato oito o óleo é arrefecido até atingir a temperatura de saída (65°C) com ajuda de um permutador. Nesta etapa são adicionados os aditivos ao óleo, neste caso, o Tocobiol, como mostra a Figura 12, que se trata dum antioxidante elaborado à base de tocoferóis naturais que protege o óleo da rancidez oxidativa. Os antioxidantes são substâncias capazes de adiar, retardar ou impedir o desenvolvimento de sabor rançoso ou outras deteriorações aromáticas em alimentos, decorrentes da oxidação. Os antioxidantes retardam o desenvolvimento de “off- flavours”, ampliando o período de vida. Antioxidantes primários incluem compostos fenólicos, como a vitamina E (α -tocoferol) que tem como capacidade eliminar radicais livres formados nas reações de oxidação.

Depois de arrefecer o óleo é filtrado no filtro de plástico e por fim num de filtro de pano, seguindo de seguida para os depósitos armazenamento dos óleos desodorizados.



Figura 12 - Aditivo antioxidante “Tocobiol” contém na sua composição o aditivo E-306 (tocoferóis ou vitamina E).

No final são realizadas análises de controlo ao óleo de forma a verificar a cor, a acidez, o índice de peróxidos e a deteção da presença de sabões.



Legenda da Figura 13:




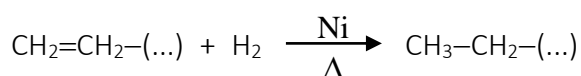
- Bomba 
- Válvula 
- Caminho do óleo 

Figura 13 - Sistema de desodorização dos óleos branqueado.

4. Hidrogenação

A hidrogenação é uma reação química que consiste na adição de hidrogénio nas ligações duplas dos ácidos gordos insaturados. Esta reação é de grande importância para a indústria, porque permite a conversão do óleo em gorduras semissólidas para a produção de margarinas, gorduras e outros produtos semissólidos. Na reação de hidrogenação o hidrogénio gasoso, o óleo e o catalisador sólido participam num processo de agitação num depósito fechado.



A seletividade é o termo utilizado para descrever as velocidades de reação relativas dos ácidos gordos insaturados mais do que as formas mais saturadas. Uma seletividade perfeita fornece uma eliminação sequencial dos ácidos gordos insaturados, na seguinte ordem:

Linolénico → linoleico → oleico → esteárico

Em geral, a seletividade aumenta com o aumento da temperatura e da concentração do catalisador e com diminuição na pressão de hidrogénio e na velocidade de agitação. A pressões mais elevadas (500 psi) a reação é não seletiva, enquanto a pressões mais baixas (50 psi) a reação torna-se seletiva.

A hidrogenação dos óleos pode ser parcial ou total, dependendo do tipo de utilização industrial que pretendemos. A hidrogenação parcial está diretamente ligada a formação de ácidos gordos *trans* porém é mais vantajosa em relação a hidrogenação total quando se tem em conta apenas o custo de produção visto que é muito mais barata. Na hidrogenação total, tem-se a saturação de todas as ligações carbono- carbono. Já na hidrogenação parcial, tem-se a redução do teor de insaturações.

Durante a hidrogenação ocorre outra reação secundária (isomerização) que tem forte impacto sobre as propriedades físicas e nutricionais dos produtos. A isomerização leva à formação de ácidos gordos *trans*. A ligação dupla *trans* é uma configuração mais estável do que a sua contraparte *cis* (Figura 14) e é produzida em quantidade significativa durante a hidrogenação parcial. Os ácidos gordos *trans* têm um ponto de fusão muito maior do que os *cis*, o que é desejável em determinadas aplicações industriais (ex: margarina).

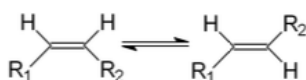


Figura 14 - Isómero *cis* e Isómero *trans*.

No entanto, o tipo de isomerização *trans* esta diretamente ligado a vários problemas de saúde (doenças cardiovasculares e aumento do mau colesterol) o que leva as empresas a tenta minimizar a presença deste tipo de isomerização nos produtos, optando por uso de outros métodos de transformação dos óleos (fracionamento e interesterificação) ou uso em quantidades menores deste tipo de óleos hidrogenados de forma a reduzir a quantidade de gordura *trans* no produto final (ex: margarina).

Seguindo as recomendações da Organização Mundial de Saúde, a Rogério Leal produz a sua gama de margarinas e gorduras Prove, FriProve, Sol, Banquete e Pastora, quase isentas de gorduras "*trans*" (percentagem inferior a 0,5%), mantendo a textura, plasticidade e sabor de sempre.

O processo utilizado na hidrogenação do óleo desodorizado (Figura 16) acontece da seguinte forma:

O óleo desodorizado é bombeado dos depósitos de óleo branqueado para o reator na secção de hidrogenação. Dentro do reator, após o enchimento de um "batch" (8 toneladas), o óleo vai atingindo os 140°C, temperatura a qual é mantido o óleo por 15 minutos, de forma a remover alguma humidade que o óleo possa conter. Após este passo dá-se a entrada do catalisador metálico (Níquel Raney- 16Kg de catalisador em pó). O reator está sobre vácuo (Bomba de vácuo como pode ser visto na figura 16) e agitação lenta.

Se se pretender hidrogenar parcialmente o óleo de palma insere-se apenas no reator 130 m³ de Hidrogénio no reator. Caso de pretenda uma hidrogenação total insere-se 550m³ de Hidrogénio no reator (que por norma não é todo absorvido) e utiliza-se uma válvula de controlo de caudal que vai fechando á medida que o hidrogénio deixa de ser absorvido pelo óleo, nunca se chegando ao 550 m³ de hidrogénio. O hidrogénio encontra-se armazenado numa zona externa da fábrica em cilindros a uma pressão de 200 bar.

O óleo hidrogenado é descarregado para um segundo depósito onde lhe são adicionadas argilas adsorventes (trisyl). Deste depósito, o óleo é bombeado para um terceiro depósito, passando por um filtro de papel que retém as argilas adsorventes. Esta etapa tem como principal objetivo a remoção do catalisador metálico do óleo.

Neste terceiro depósito o óleo é misturado novamente com argilas adsorventes e com ácido cítrico de forma a depurar e branquear o óleo. Deste depósito o óleo é bombeado para os depósitos de óleo branqueado, passando primeiro por um filtro de papel que retém as terras filtrantes. Esta etapa é importante para depurar o óleo após esta operação e remover traços de catalisador ainda existente.

De seguida este óleo é utilizado para composições (margarina e shortening) e segue para a desodorização. Todo este processo está descrito no fluxograma apresenta na Figura 15.

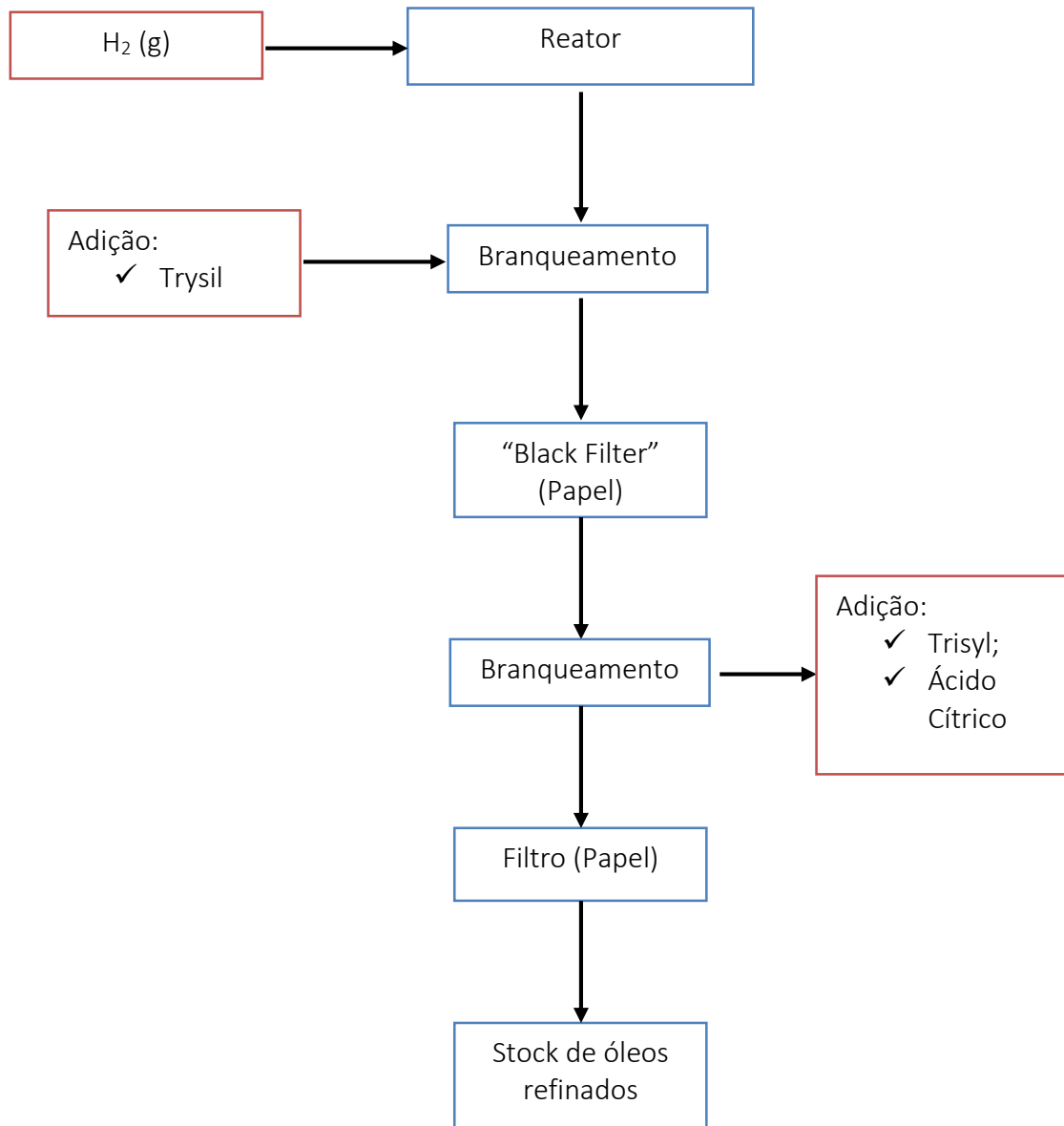
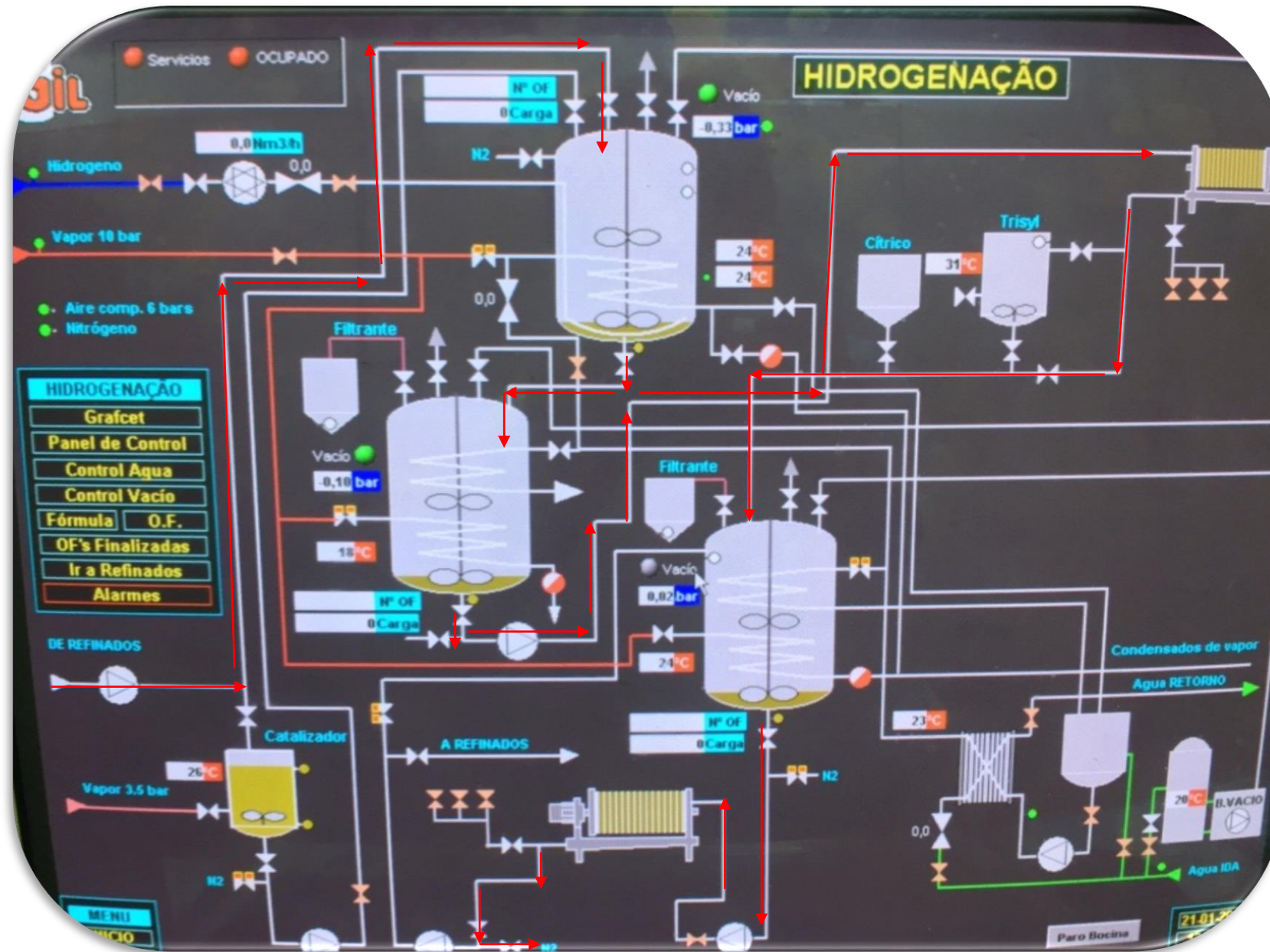


Figura 15 - Fluxograma do processo Hidrogenação.



Legenda da Figura 16:

-Bomba



-Válvula



-Caminho do óleo



Figura 16 - Sistema de Hidrogenação.

5. Fracionamento

Este processo consiste na separação de uma gordura ou óleo vegetal nas suas frações correspondentes, a mais líquida designada por oleína que possui um ponto de fusão mais baixo, e a mais sólida designada por estearina que possui pontos fusão mais elevados. Isto é conseguido através da cristalização (Krishnamurthy et al. , 1996).

	Óleo de Palma	Oleína	Estearina
Ácido Gordo	Gama (%)	Gama (%)	Gama (%)
Láurico (12:0)	0,1-1	0,1-0,5	0,1-0,6
Mirístico (14:0)	0,9-1,5	0,9-1,4	1,1-1,9
Palmítico (16:0)	41,8-46,8	37,9-41,7	47,2-73,8
Palmitoleico (16:1)	0,1-0,3	0,1-0,4	0,05-0,2
Esteárico (18:0)	4,5-5,1	4,0-4,8	4,4-5,6
Oleico (18:1)	37,3-40,8	40,7-43,9	15,6-37,0
Linoleico (18:2)	9,1-11,0	10,4-13,4	3,2-9,8
Linolénico (18:3)	0,4-0,6	0,1-0,6	0,1-0,6
Araquídico (20:0)	0,2-0,7	0,2-0,5	0,1-0,6

Tabela 9- Conteúdo de ácidos gordos do óleo de palma e das suas frações.

Através da tabela 9 conseguimos perceber que a oleína contém na sua composição uma percentagem maior de ácidos gordos insaturados (oleico e linoleico) e menor em ácidos gordos saturados (palmítico), o contrário acontece com a estearina. É devido a esta composição que a oleína possui ponto fusão mais baixo que a estearina e o próprio óleo de palma (Mohammadreza et al., 2015).

O processo de separação do óleo de palma é relativamente fácil e automático. O óleo inicialmente é aquecido, e de seguida é lentamente arrefecido, seguindo uma curva de arrefecimento em função do tempo usando um programa de controlo de múltiplos pontos. A temperatura do óleo é reduzida de forma controlada e sob agitação lenta de forma a ocorrer a cristalização dos triglicéridos desejados (saturados), de seguida, a

fase cristalizada é removida por filtração. Este processo é reversível (Calliau et al.,2010).

Dependendo da variedade/ composição do óleo de palma, os triglicerídeos saturados (grande parte da composição das estearinas) cristalizam rapidamente a numa curta variação de temperatura (20 a 25°C) quando comparado com os triglicerídeos saturados (grande parte da composição das oleínas) (5 a -15°C), como de pode verificar pela curvas de cristalização da Figura 17. Isto deve-se ao facto de os triglicerídeos saturados possuírem um ponto fusão mais elevado em relação aos triglicerídeos insaturados (Calliau et al.,2010).

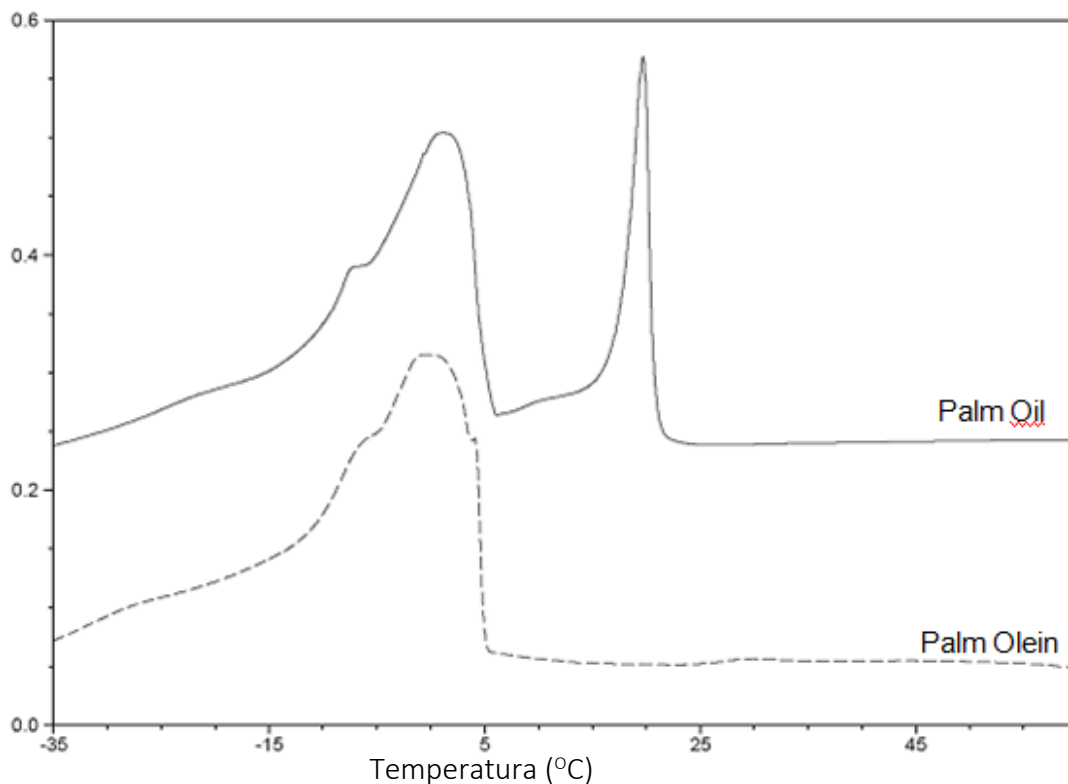


Figura 17 - Cristalização dos triglicerídeos.

O fracionamento pode ser utilizado como um processo alternativo à hidrogenação, em que há uma seleção dos triglicerídeos com as características pretendidas a fim de se obter um produto com as propriedades de fusão e estabilidade requeridas (Revista Aditivos e Ingredientes).

Descrição do processo de fracionamento da Figura 21:

Inicialmente o óleo de palma desodorizado é bombeado dos tanques de armazenamento situados no exterior da secção para um depósito (Pulmão da Figura 21) existente na secção. Este depósito vai alimentar os dois cristalizadores existentes na secção.

O óleo é então bombeado para um dos cristalizadores, onde se inicia o processo de cristalização. O processo de cristalização tem ocorrido numa fase inicial em modo descontínuo. A Figura 18 demonstra o número de passos, bem como as temperaturas, os tempos e a agitação do cristalizador para cada passo do processo. Inicialmente o óleo é aquecido á temperatura de 55°C e de seguida lentamente arrefecido ate aos 26°C, sempre em agitação bastante lenta (de forma a melhorar a troca térmica). Todo este processo demora 340 minutos e é relativo a produção de uma oleína com um índice de iodo de 56. Para se produzir uma super-oleína (índice de iodo de 64) os passos 8,9 e 10 não são ignorados, duplicando o tempo de permanecia dentro do óleo dentro dos cristalizadores para acima das 12 horas.

RECIPE NO : 3 CRYSTALLISER RECIPE									
STEP		Temp H2O °C	Min H2O °C	Temp Oil °C	DELTA T °C	RAMP min	ISOTH min	STEP min	VEL. rpm
1	W	55,0	50,0	0,0	5,0		10	10	7
2	W	50,0	45,0	0,0	5,0		10	10	6
3	W	45,0	40,0	0,0	5,0	10	20	30	6
4	W	37,0	32,0	55,0	5,0	25	20	45	6
5	W	28,0	23,0	48,0	5,0	25	60	85	6
6	W	25,0	20,0	41,0	5,0	10	45	55	6
7	W	22,0	17,0	31,0	5,0	10	65	75	6
8	W	22,0	17,0	29,0	5,0	0	0	0	6
9	W	22,0	17,0	0,0	5,0	0	0	0	5
10	W	22,0	17,0	0,0	5,0	0	0	0	5
11	W	22,0	17,0	0,0	5,0	0	15	15	5
12	W	22,0	17,0	26,0	5,0	0	15	15	5
							0	0	0
TOTAL TIME :								340	min
ACTUAL DELTA TEMP :			0,0	°C	THEORITICAL SETPOINT :			0,0	°C

Figura 18 - Tempos e temperaturas de cada passo no cristalizador.

Finalizada esta etapa, o óleo cristalizado é bombeado para o agitador, ate atingir 60% da sua capacidade. Deste agitador é bombeado para o filtro de alta pressão (Figura 19). No filtro ficam retidos os cristais de estearinas, enquanto a oleína é conduzida para o seu tanque se armazenamento. Quando se atinge a capacidade máxima do filtro, inicia-se um processo de “squezing” que consiste em espremer as placas de estearinas de forma a remover triglicerídeos não cristalizados (oleína). Este processo ocorre até se atingir uma pressão de 16 bar (levando á formação de placas de estearina dura). No final do “squezing” o filtro abre-se e as placas de estearinas caem num tanque existente por debaixo de filtro, como mostra a Figura 20, onde são aquecidas por uma serpentina, e conduzidas para o seu tanque de armazenamento.



Figura 19 - Filtro de placas.



Figura 20 - Tanque aquecimento das estearinas.

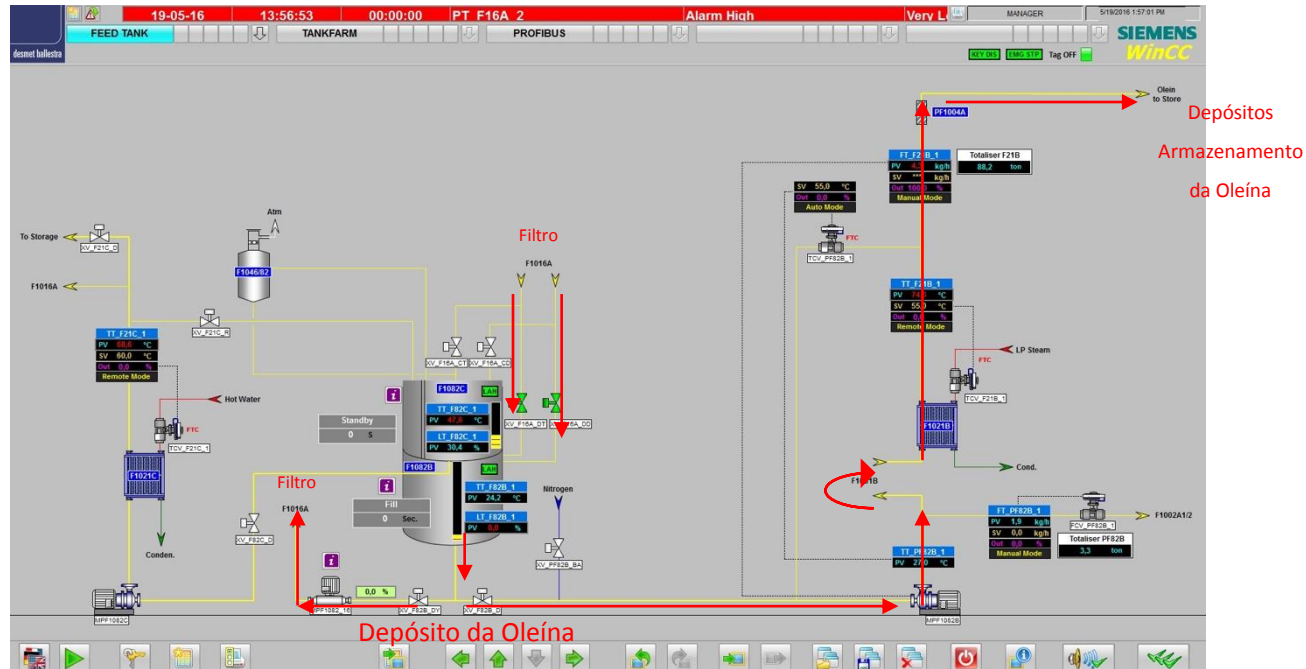
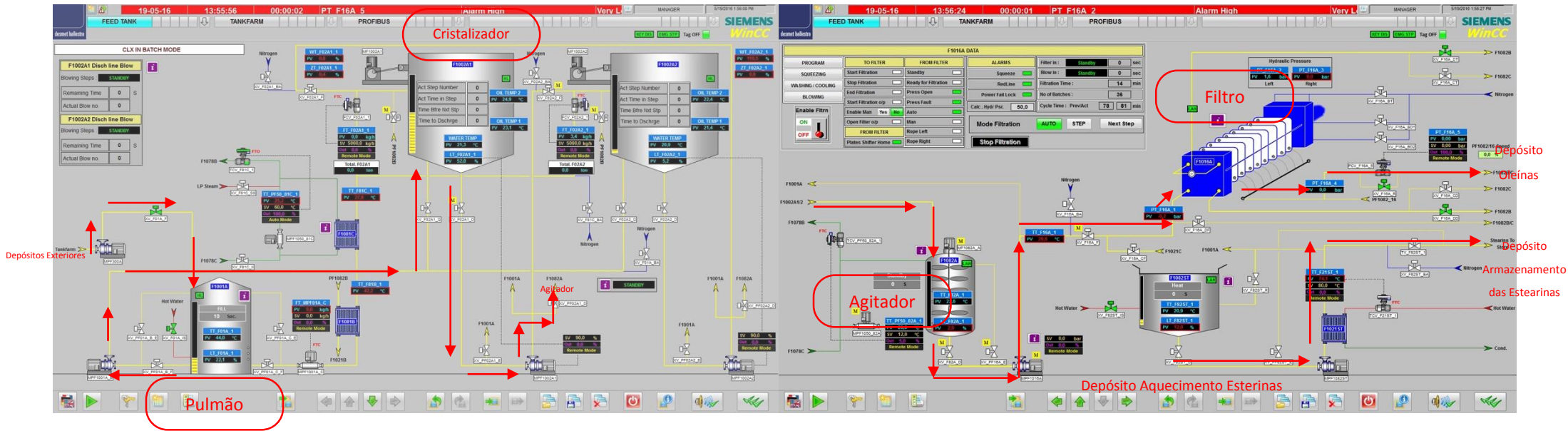


Figura 21- Sistema de fracionamento.

6. Análises de controlo

As análises mais comuns realizadas no laboratório são relativas á determinação do grau de acidez, índice de peróxidos, pesquisa de sabões, observação da cor e GC (fracionamento) de acordo com o manual de procedimentos da Rogério Leal.

6.1. Observação da cor da amostra:

- 1º- Transferir um pouco da amostra para o tubo;
- 2º- Inserir o tubo no aparelho (Lovibond- Figura 22) e registar, de acordo com a escala, o número da cor respetiva.



Figura 22 - Aparelho Lovibond.

6.2. Pesquisa de sabões:

Esta análise serve para verificar se o óleo possui vestígios de sabão. Caso o resultado seja positivo o analista deve-se dirigir aos responsáveis da refinaria.

- 1º- Medir 500mL de acetona e adicionar 10mL de água destilada com ajuda de uma pipeta;
- 2º- Adicionar 2,5mL de azul Bromofenol com ajuda de pipeta;
- 3º- Rolhar o balão e agitar a solução. A solução deve apresentar uma cor amarela clara;
- 4º- Colocar 5mL da solução preparada para um tubo de ensaio;
- 5º- Adicionar ao mesmo tubo de ensaio 5mL do óleo a analisar;
- 6º- Se a cor for amarela, as amostras não contem sabões e está de acordo com os parâmetros, se a cor for azul a amostra possui vestígios de sabões.

6.3. Grau de acidez:

Tal como o nome indica esta análise serve para a empresa saber o grau de acidez da amostra analisada, os valores devem estar de acordo com a legislação (NP-903 (1987) e Portaria nº 928/98) que estabelecem um limite máximo de 0,6 mg de KOH/g para gorduras e óleos refinados. O ácido analisado para o óleo de palma é o ácido palmítico (256 g/mol).

Entende-se por acidez a percentagem de ácidos gordos livres de um óleo, expressa em ácido palmítico, no caso do óleo de palma.

O índice de acidez é a massa de NaOH, em mg, necessária para neutralizar os ácidos gordos livres presentes numa 1 g de óleo.

1º- Pesar com ajuda de um gobelé cerca de 2,5g de fenolftaleína sólida e adicionar, pouco a pouco 250mL de etanol em constante agitação;

2º- Preparar solução a partir de 500mL de éter dietílico e 500mL de etanol e agitar e por fim adicionar 3mL de fenolftaleína (solução preparada no primeiro passo) e 3mL de NaOH para que a solução fique com uma cor-de-rosa clara;

3º- Adicionar 5 gramas da amostra (óleo de palma) a um matraz e adicionar 100 mL da solução preparada no 2º passo ao matraz;

5º- Usando NaOH 0,1 mol/dm³ proceder á titulação até que a cor mude. Calcular o valor da acidez a partir da seguinte fórmula:

$$A = \frac{(V \times C \times M)}{m}$$

Em que:

V- Volume, ml, de NaOH 0,1mol/dm³ gasto na titulação

M- Massa molar, em g/mol, do ácido escolhido para o resultado

m-massa, g, da amostra

C- Concentração de NaOH

6.4. Índice de peróxidos:

Este procedimento é realizado com o intuito de se verificar se o óleo preenche os parâmetros exigidos na legislação (NP 904 (1987) e Portaria nº 928/98) que estabelece um limite máximo de 5 para gorduras e óleos refinados com adição de antioxidante e um limite máximo de 10 para gorduras e óleo refinados sem adição de antioxidante.

Preparação das soluções:

Solução de iodeto de potássio

Para realizar esta análise o analista deve preparar uma solução de iodeto de potássio saturado e adicionar um pouco de água verificando se a solução se encontra saturada (veem-se cristais de iodeto no fundo).

Cozimento de Amido:

- 1º-Pesar cerca de 1 g de amido e dissolver em água desionizada;
- 2º-Misturar a 250 mL de água previamente fervida;
- 3º-Juntar 250 mL de ácido salicílico e deixar ferver durante cerca de 3 minutos.

Mistura de ácido acético glacial e Isoctano (60:40):

- 1º-Com o auxílio de uma proveta medir 600 mL de ácido acético
- 2º-Adicionar 400 mL de isoctano.

Protocolo

- 1º-Pesar 2 g da amostra para um matraz e levá-la à estufa até que esta funda por completo (máx:60°C);
- 2º-Medir 50 mL da solução de ácido acético glacial e Isoctano 60:40 num matraz de rolha;
- 3º-Adicionar 0,5 mL de solução saturada de Iodeto de Potássio e rolar;
- 4º-Guardar ao abrigo da luz cerca de 1 minuto.
- 5º-Adicionar 0,5 mL de solução de amido. Caso o resultado seja azul ou azul arroxado, deve se proceder á titulação com solução tiosulfato de sódio, Na₂S₂O₃, 0,1 mol/dm³. Agitar até ao desaparecimento da cor;

De seguida o analista deve calcular o índice de peróxido através da seguinte fórmula:

$$P = \frac{1000(V - V_0)C}{m}$$

Em que:

V- Volume, mL, de Na₂S₂O₃ 0,01mol/dm³ gasto na titulação

V₀- Volume do ensaio a branco

C- Concentração da solução de Na₂S₂O₃ utilizada na titulação

m- massa, g , da amostra

- 6º- Proceder à realização do ensaio a branco.

6.5. GC (Fracionamento)

De forma determinar a composição em ácidos gordos totais da estearina e oleína obtida no fracionamento do óleo de palma, usou-se a técnica de cromatografia gasosa.

Os resultados obtidos no cromatógrafo são tratados num programa específico.

→ Preparação dos ésteres metílicos

Colocou-se em balão aferido de 50ml uma toma de cerca de 200mg de óleo. Adicionaram-se 2ml de n-heptano para dissolução da gordura e 10ml de uma solução metanólica de hidróxido de potássio (KOH) 0,2N.

Levou-se a mistura à ebulição em manta elétrica, com refluxo, até à obtenção de uma só fase (cerca de 10 minutos). Através do tubo de refluxo adicionaram-se 0,5ml de solução metanólica de trifluoreto de boro (BF_3/MeOH). Levou-se à ebulição durante cerca de 2 minutos, após os quais cessou o aquecimento.

Adicionou-se solução saturada de cloreto de sódio (NaCl) até ao gargalo do balão e retirou-se a fase orgânica para um tubo de vidro com sulfato de sódio anidro. A solução foi injetada no cromatógrafo gasoso após transferência para o frasco de reação.

→ Condições cromatográficas

O hélio foi utilizado como gás de arraste. As temperaturas usadas foram 230°C, 185°C e 250°C para o injetor, a coluna e o detetor respetivamente.



Figura 23 – Aparelho de cromatografia gasosa.

→ Identificação dos picos cromatográficos

Na identificação dos picos foram utilizados os seguintes padrões: C12:0, C14:0, C16:0, C16:1, C18:0, C18:1, C18:2, C18:3, C20:0.

→ Expressão dos resultados

Os resultados expressam-se em percentagens relativas de cada ácido gordo, calculadas por normalização interna das áreas dos picos cromatográficos.

Conclusão

Com base no trabalho de campo realizado pude concluir que a transformação de óleos brutos para óleos refinados é relativamente fácil. A refinação realizada na empresa é um processo muito automatizado e bastante controlado de forma a o óleo estar de acordo com os parâmetros das normas. O óleo produzido na empresa é utilizado noutro setor (Margarinas) ou vendido a outras empresas. Os subprodutos deste processo são utilizados na produção de sabão. Pude acompanhar também o arranque da nova secção de fracionamento de óleo de palma, onde o processo de transformação tal como o refino é muito automático, altamente controlado e relativamente fácil.

De uma forma geral a formação em contexto de trabalho decorreu sem nenhuma anormalidade. Fico agradecido a todas as pessoas que se disponibilizaram para me integrar e a dar-me formação nas secções que efetuei trabalho. Sobre a e empresa Rogério Leal e Filhos S.A., verifica-se que o controlo dos produtos fabricados nesta empresa é bastante apertado saindo os produtos para o mercado com uma boa qualidade.

Este estágio foi uma mais-valia na forma de entender o mercado de trabalho funciona, ficando com um bom know-how acerca da refinação de óleos e gorduras vegetais e também possibilitou ganhar alguma experiência profissional e confiança para trabalhos futuros.

Bibliografia

- Borges, Adriana; Collicchio, Erich; Campos, Gustavo - A cultura da palma de óleo (Elaeis guineenses Jacq.) no Brasil e no mundo: aspectos agronômicos e tecnológicos - uma revisão. Revista Liberato. 2016.
- Foreign Agricultural Service, 2016 : Disponível em <https://apps.fas.usda.gov/psdonline/circulars/oilseeds.pdf>
- Gunstone, Frank D. - VEGETABLE OILS IN FOOD TECHNOLOGY Composition, Properties and Uses. Blackwell Publishing. 2002. ISBN 1-84127-331-7
- Mohammadreza, Koushki; Nahidi, Masoomeh; Cheraghali, Fatemeh - Physico-chemical properties, fatty acid profile and nutrition in palm oil. Journal of Paramedical Sciences (JPS). 2015. ISSN 2008-4978
- Telles, Paulo – Revista Óleos e Gorduras: Soluções tecnológicas. Editora Stilo. 2015. Disponível em: <http://www.mflip.com.br/pub/stilo/index4/index.jsp?ipg=176029#page/1>
- Patricio, J.; Hotza, D.; Júnior, A. - Argilas adsorventes aplicadas à clarificação de óleos vegetais. Cerâmica 60. 2014
- A RANCIDEZ OXIDATIVA EM ALIMENTOS. Revista aditivos e ingredientes. Disponível em: http://aditivosingredientes.com.br/upload_arquivos/201604/2016040597195001461187649.pdf
- LIPÍDIOS: HIDROGENAÇÃO, INTERESTERIFICAÇÃO E FRACIONAMENTO. Revista aditivos e ingredientes. Disponível em: http://aditivosingredientes.com.br/upload_arquivos/201601/2016010580182001454073079.pdf
- Calliauw, G.; Fredrick, F.; Gibon, V.; De Greyt, W.; Wouters, J.; Foubert, I.; Dewettinck, K. - On the fractional crystallization of palm olein: Solid solutions and eutectic solidification. Food Res. Int. 2010.
- Krishnamurthy, R.; Kellens, M. - Fractionation and winterization. In: Bailey's Industrial Oil and Fat Products. Edible Oil and Fat Products: Processing Technology. 1996.
- Palm oil world: Disponível em http://www.palmoilworld.org/about_palmoil.html
- NP- 904 (1987) – Gorduras e óleos comestíveis – Determinação do índice de peróxidos
- NP- 903 (1987) – Gorduras e óleos comestíveis – Determinação do índice de acidez e acidez
- Portaria nº 928/98 – Características das Gorduras e Óleos Vegetais