

Methodo rapido para a dosagem do oleo nas sementes oleaginosas (Tung e Mamona)

REYNALDO BOLLIGER

Chefe de Serviço Científico da Secção
de Chimica Agricola e Technologica do
Instituto Agronomico

A determinação do oleo nas amendoas e sementes oleaginosas, pela extracção etherica no extractor de Soxhlet e aparelhos congeneres, é, sob a influencia do nosso clima quente, dispendiosa em dissolventes e morosa, tornando-se, ademais, incommoda quando se trata de uma grande serie de analyses.

TUNG (ALEURITES FORDII — HEMSLEY)

Tendo-se em vista a dosagem do oleo em centenas de amostras de *Aleurites fordii*, procurámos um methodo, quantitativo e rapido, que permittisse trabalhar com a semente original, sem dessecamento previo.

Após varias experiencias preliminares, chegámos á conclusão de que o meio mais simples, sem prejuizo da determinação quantitativa, consiste no tratamento das sementes, convenientemente preparadas, com um determinado volume de gazolina "Aviação" (0,720 de densidade e 60-70°C de ponto de ebullicão), dosando-se o oleo em parte aliquota da solução.

a) Determinação da % de oleo nas amendoas

Para tal, determina-se, em primeiro logar, a relação percentual de cascas e amendoas contidas nas sementes da amostra media.

Dez grammas das amendoas são collocadas em um almofariz, e trituradas até a formação de u'a massa pegajosa, homogenea. Juntam-se, pouco a pouco, 30-40 cc. de areia pura, calcinada, e prosegue-se a trituração até a completa subdivisão da massa, que deve ficar solta, de aspecto secco e sem grumos. Em seguida é passada para uma garrafa de Stohmann de 500 cc. e, com auxilio de areia calcinada, retirados os ultimos restos de oleo das paredes do almofariz.

Juntam-se, então, 100 cc. de gazolina "Aviação" e agita-se o conjunto, no agitador de Wagner, durante hora e meia.

O liquido contendo o oleo dissolvido é, a seguir, filtrado em papel de filtro commum, por decantação, — tendo-se o cuidado de reduzir ao minimo o tempo de filtração e exposição ao ar: para o que se deve cobrir o funil com um vidro de relógio e applical-o directamente a um Erlenmeyer com tampa esmerilhada.

Do filtrado claro passam-se 20 cc., pipetados rigorosamente, para um pequeno copo Pirex de 30 ou 50 cc., de forma estreita, alto (typo Berzelius), e previamente tarado.

Sobre uma chapa de amiantho, aquecida a electricidade, evapora-se o dissolvente, até que os ultimos vapores de gazolina não formem gotta num bastão de vidro suspenso no interior do copinho. Momento esse em que ha paralysação da effervescencia do liquido, em virtude da differença do ponto de ebulição da mistura e do oleo, — tendendo as gottas remanescentes adherir aos bordos do copinho.

Para se eliminarem as possibilidades de uma oxydação, completa-se a evaporação do dissolvente em uma estufa d'agua quente, na qual se faz passar uma corrente continua de gaz carbonico, isento de humidade. U'a maneira commoda de se produzir essa corrente é adaptando-se um torpedo de CO², como se póde vêr pelo cliché annexo. (*)

Após 1 1/2 — 2 horas na estufa, á temperatura de ebulição da agua, o copinho é resfriado em deseccador, e, a seguir, pesado. Pela differença das duas pesadas obteem-se as grammas de oleo contidas nos 20 cc.

(*) Este torpedo pode ser facilmente obtido nas fabricas de bebidas.

Com este peso é facil calcular se a quantidade de oleo extrahido das dez grammas de amendoas, — levando-se em conta o augmento do volume da gazolina, pela dissolução do oleo, e dando-se, em media, 0,94 para densidade do mesmo. (Conforme determinações feitas por Davies, Holmes, Lewkowitzsch, Ulzer, Jean, Browne e outros autores, e confirmadas em nossas experiencias.)

FORMULA PARA SE ACHAR A % DE OLEO NAS AMENDOAS

Procurando simplificar o calculo, procedemos á deducção da formula, que nos deu directamente a % de oleo nas amendoas.

Assim, considerando-se p = peso do oleo contido nos 20 cc. de solução e 0,94 a sua densidade, podemos escrever :

$$\frac{20 - \frac{p}{0,94}}{p} = \frac{100}{x}$$

D'onde :

$$x = \frac{100 p}{20 - \frac{p}{0,94}}$$

Como trabalhamos com 10 grammas de amendoas :

$$x \% = \frac{1000 p}{20 - \frac{p}{0,94}}$$

ou

$$x \% = \frac{1000 p}{18,8 - p}$$

ou

$$x \% = \frac{1000 p \cdot 0,94}{18,8 - p}$$

e, por fim :

$$x \% = \frac{940 p}{18,8 - p}$$

Para maior rapidez, partindo dessa mesma formula, organizámos a Tabella annexa (N.º 1), que nos dá, por um simples artificio, as % para os diversos valores de p .

Exemplo numerico : — Admittindo-se, por exemplo, que, pela evaporação dos 20 cc. da solução, resultassem :

$$\begin{array}{r} \text{grs.} \\ \text{Peso do copo + oleo} = 37,4955 \\ \text{Peso do copo} = 36,4067 \\ \hline \text{Peso do oleo} = 1,0888 \end{array}$$

Calculado-se pela formula :

$$x \% = \frac{940 p}{18,8 - p} = \frac{940 \cdot 1,0888}{18,8 - 1,0888} = 57,786 \% \text{ ou } 57,8 \%$$

Applicando-se a tabella N.º 1 :

$$\begin{array}{r} 1,0850 \text{ corresponde a } 57,57 \% \\ 0,0038 \quad \quad \quad \text{,,} \quad \quad \quad \text{,,} \quad 0,21 \% \\ \hline 1,0888 \quad \quad \quad 57,78 \% \text{ ou } 57,8 \% \end{array}$$

b) **Determinação da percentagem de oleo nas sementes :**

Achada a percentagem de oleo nas amendoas, facil é determinar-se a percentagem nas sementes. Assim, vejamos :

Suppondo-se que a relação cascas : amendoas accusasse :

Cascas 33,5 %

Amendoas 66,5 %, o calculo seria, para o exemplo citado :

Percentagem de oleo nas sementes = $57,78 \cdot 0,665 = 38,42 \% \text{ ou } 38,4 \%$.

INFLUENCIAS QUE PODERIAM CONDEMNAR O METHODO:

Convem lembrar que nos abstrahimos da influencia da contracção da massa liquida e da evaporação, — porquanto taes phenomenos se nos apresentaram minimos, dentro das condições technicas seguidas, — pouco apreciaveis, pois, para os fins praticos que tinhamos em vista.

Por determinações feitas simultaneamente pelo processo classico de Soxhlet e pelo nosso — as diferenças a menos para este ultimo não foram além de 0,6 o/o.

No tocante á humidade, não notámos interferencia alguma que pudesse modificar os resultados, isto em virtude da não absorpção da mesma pela gazolina, como acontece com o ether, — sendo a pequena quantidade de agua existente retida pela areia e pelo papel de filtro.

VANTAGENS DO METHODO

Podemos assim resumil-as :

- a) Rapidez, — representando mais ou menos 1/16 do tempo gasto pelo methodo antigo com o extractor Soxhlet.
- b) Simplicidade — para os grandes trabalhos em serie.
- c) Economia, — porquanto, além do custo minimo, o material pode ser quasi que totalmente regenerado :
 - a areia — por lavagem e calcinação ;
 - o dissolvente — por distillação.
- d) Obtenção do oleo com a sua côr natural, em opposição ao obtido pelo Soxhlet, e que, em virtude do prolongado aquecimento, se apresenta fortemente colorido.
- e) Variação minima nos resultados, em confronto com os obtidos pelos methodos antigos, e acceitavel, portanto, para os fins praticos em vista.

* * *

MAMONA (RICINUS COMMUNIS, L.)

Para a determinação da percentagem de oleo nas amendoas e nas sementes de mamona é mister uma pequena variante no processo. Assim, ao envez de se trabalhar com uma quantidade fixa de amendoas, é preferivel partir-se de 10 grammas de sementes, que devem ser descascadas, determinando-se, então, a relação cascas : amendoas. Estas ultimas são trituradas no almofariz com areia calcinada. A seguir são passadas para

uma capsula de fundo chato e levadas á estufa por 5 a 6 horas a 100-110° C. Eliminada a humidade, o que é favorecido pela grande subdivisão das amendoas, passa-se a mistura para a garrafa de Stohmann, com o auxilio de um funil largo e um pincel duro. O dissolvente utilizado é o alcool a 96° G. L., que, embora com 4 % de humidade, dá uma perfeita extracção, é mais barato e menos volatil que o absoluto. Essa humidade, que se nota no final da evaporação do dissolvente, é facilmente removida com algumas gottas de ether.

No mais, segue-se a mesma technica já indicada para a extracção do oleo de Tung.

A formula para o calculo, em virtude da differença de densidade do oleo, passa a ser a seguinte :

$$x \% = \frac{960 \text{ p}}{19,2 - \text{p}}$$

dando a percentagem *directamente na semente.*

Para o calculo nas amendoas divide-se o resultado obtido das sementes pelo numero relativo áquellas.

Assim, vejamos no exemplo numerico seguinte :

Cascas	23,2 %
Amendoas	76,8 %
Peso do copo + Oleo	= 37,3307
Peso do copo	= 36,4015
Peso do oleo	= 0,9292

Percentagem de oleo nas amendoas :

$$x \% = \frac{960 \cdot \text{p}}{19,2 - \text{p}} = \frac{960 \cdot 0,9292}{19,2 - 0,9292} = 48,82 \% \text{ ou } 48,8 \%$$

Percentagem de oleo nas amendoas :

$$y \% = \frac{48,82}{0,768} = 63,57 \% \text{ ou } 63,6 \%$$

A tabella annexa (N.º 2) dá a percentagem de oleo nas sementes, sendo o seu manuseio identico ao da N.º 1.

RESUMO E CONCLUSÕES

- 1) São morosos, caros e delicados os métodos usuais para a determinação da percentagem de óleo nas amendoas e sementes de Tung e Mamona, em grande série de análises.
- 2) Sugerimos um método rápido, econômico, simples e seguro para fins técnicos e práticos, — que consta da extração do óleo das amendoas por meio de solventes voláteis a frio, — (gazolina “Aviação” para o Tung e álcool a 96° G. L. para a Mamona) — após a trituração, subdivisão e agitação com areia calcinada, filtração simples, concentração do soluto, eliminação do dissolvente, (em corrente de CO² para o óleo de Tung, e em estufa comum para o de mamona), — pesada final e cálculo.
- 3) Todas as influências estranhas que poderiam condenar o método, como as da contração da massa líquida, evaporação, insolubilização, absorção de humidade, etc. — são desprezíveis.
- 4) As diferenças a menos, em relação ao processo pelo Soxhlet, não excedem a 0,6 o/o, para o óleo de Tung, — acreditando-se, entretanto, que esses resultados se acham mais próximos da realidade, visto o aquecimento prolongado dos métodos antigos determinar, pela oxidação, valores mais elevados.

BIBLIOGRAPHIA

- 1) — BOLLIGER, R. — “Questões Chimico Technologicas” — These apresentada ao 3° Congresso Sul-Americano de Chimica — 1937.
- 2) — GLIKIN, W. — Chemie der Fette, Lipoide und Wacharten. — Vol. 2 — Pg. 24 — 1913.
- 3) — UBBELOHDE, L, e GOLDSCHMIDT, F. — Handbuch der Öle und Fette. — Vol. 2 — Pg. 348 — 1920.

METODO RAPIDO PARA A DOSAGEM DO OLEO NAS SEMENTES OLEAGINOSAS

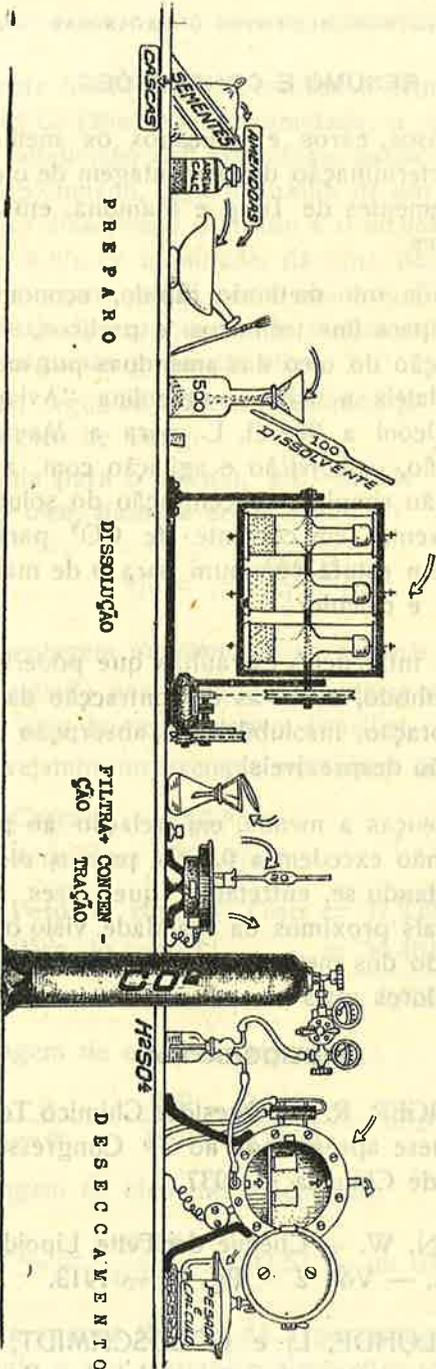


TABELLA N.º 1

PARA A DETERMINAÇÃO PERCENTUAL DO OLEO NAS
AMENDOAS DO TUNG (*Aleurites fordii* — Hemsley)

Quantidades ensaiadas : 10 grs. de amendoas
100 cc. Gazolina Aviação
20 cc. de solução, contendo *p* grs. de
oleo.

<i>p</i>	% Oleo	<i>p</i>	Oleo %						
0,7000	36,35	0,8000	41,78	0,9000	47,26	1,0000	52,81	1,1000	58,42
050	36,63	050	42,05	050	47,54	050	53,09	050	58,70
100	36,89	100	42,32	100	47,82	100	53,37	100	58,98
150	37,16	150	42,59	150	48,10	150	53,65	150	59,27
200	37,43	200	42,87	200	48,37	200	53,93	200	59,55
250	37,70	250	43,15	250	48,65	250	54,20	250	59,84
300	37,98	300	43,42	300	48,92	300	54,47	300	60,11
350	38,25	350	43,69	350	49,20	350	54,76	350	60,40
400	38,53	400	43,96	400	49,47	400	55,05	400	60,68
450	38,81	450	44,24	450	49,75	450	55,33	450	60,97
500	39,08	500	44,51	500	50,03	500	55,61	500	61,25
550	39,34	550	44,79	550	50,31	550	55,89	550	61,53
600	39,60	600	45,06	600	50,60	600	56,17	600	61,81
650	39,88	650	45,34	650	50,87	650	56,45	650	62,10
700	40,15	700	45,61	700	51,14	700	56,73	700	62,38
750	40,42	750	45,89	750	51,42	750	57,01	750	62,67
800	40,69	800	46,16	800	51,70	800	57,29	800	62,95
850	40,96	850	46,44	850	51,98	850	57,57	850	63,24
900	41,23	900	46,71	900	52,25	900	57,85	900	63,52
950	41,50	950	46,99	950	52,53	950	58,13	950	63,80

Partes proporcionaes

0,0002	0,01 %	0,0018	0,10 %	0,0034	0,19 %
0,0006	0,03 „	0,0022	0,12 „	0,0038	0,21 „
0,0010	0,06 „	0,0026	0,14 „	0,0042	0,23 „
0,0014	0,08 „	0,0030	0,17 „	0,0046	0,25 „

TABELLA N.º 2

PARA A DETERMINAÇÃO PERCENTUAL DO OLEO NAS
SEMENTES DE MAMONA (*Ricinus communis*, L.)

Quantidades ensaiadas : 10 grs. de sementes, das quaes foram
trituradas as amendoas.
100 cc. de alcool a 96º G. L.
20 cc. de solução, contendo *p* grs. de
oleo.

<i>p</i>	% Oleo	<i>p</i>	% Oleo	<i>p</i>	% Oleo
0,7000	36,32	0,8000	41,74	0,9000	47,21
050	36,69	050	42,01	050	47,49
100	36,86	100	42,28	100	47,77
150	37,13	150	42,56	150	48,05
200	37,40	200	42,83	200	48,32
250	37,67	250	43,11	250	48,59
300	37,94	300	43,38	300	48,87
350	38,21	350	43,65	350	49,15
400	38,48	400	43,92	400	49,42
450	38,75	450	44,20	450	49,70
500	39,02	500	44,47	500	49,97
550	39,29	550	44,75	550	50,25
600	39,56	600	45,02	600	50,53
650	39,84	650	45,30	650	50,81
700	40,11	700	45,57	700	51,08
750	40,38	750	45,84	750	51,36
800	40,65	800	46,11	800	51,63
850	40,93	850	46,38	850	51,91
900	41,20	900	46,65	900	52,19
950	41,47	950	46,93	950	52,47

Partes proporcionaes

0,0002	0,01 %	0,0018	0,10 %	0,0034	0,19 %
0,0006	0,03 "	0,0022	0,12 "	0,0038	0,21 "
0,0010	0,06 "	0,0026	0,14 "	0,0042	0,23 "
0,0014	0,08 "	0,0030	0,17 "	0,0046	0,25 "