

	PROGRAMA DE GESTÃO DA QUALIDADE						
	ÓLEOS E GRAXAS						
	Código:	POP84	Revisão:	01	Data de Aprov.:	07/06/2018	Página: 1-3

1. OBJETIVO

Estabelecer procedimento para encontrar a quantidade de óleos e graxas em uma amostra, pelo Método Gravimétrico - Método da extração de Soxhlet.

2. EXECUTANTE

Alunos, bolsistas e técnico (a) do laboratório.

3. DOCUMENTOS DE REFERÊNCIA

Roteiro de prática.

4. CONDIÇÕES/MATERIAIS OU EQUIPAMENTOS

4.1 Materiais e Equipamentos:

- Aparelho de extração SOXHLET;
- Cartucho de celulose, para extração, lavado com solvente;
- Manta de aquecimento elétrica;
- Bomba de vácuo;
- Funil de Buchner;
- Papel de filtro para velocidade média de filtração e retenção cristalina (110 mm de diâmetro);
- Disco de musseline com 110 mm de diâmetro;
- Lã de vidro, lavada com solvente;
- Banho-maria (70 ou 85°C), provido de placa metálica para cobri-lo na fase de secagem do balão de destilação;
- Adaptador para destilação com juntas de 15,24mm;
- Banho de gelo;
- Recipiente de resíduos para guardar o solvente usado;
- Dessecador;
- Estufar de ar quente a 103°C;
- Vidro de relógio de 120 mm de diâmetro;
- Proveta;
- Medidor de pH;
- Balança analítica com precisão de 0,1 mg.

4.2 Reagentes e Soluções:

- Solução de ácido clorídrico (HCl);
- Triclorotrifluoroetano;
- Hexano normal $[(CH_3(CH_2)_4CH_3)]$;
- Suspensão auxiliar de filtração de sílica de diatomácea;
- Éter trimetilbutil $[(CH_3)_3COCH_3]$;
- Solvente: será o triclorotrifluoroetano ou uma mistura de 80% de hexano normal e 20% de éter trimetilbutil.

	PROGRAMA DE GESTÃO DA QUALIDADE							
	ÓLEOS E GRAXAS							
	Código:	POP84	Revisão:	01	Data de Aprov.:	07/06/2018	Página:	2-3

5. DESCRIÇÃO DAS ATIVIDADES

Marcar o nível da amostra no frasco de coleta para aferir o seu volume. Acidificar a amostra, com HCl 1+1, para um pH=2 ou menor. Preparar um filtro consistindo de um disco de musseline coberto com um papel de filtro. Umedecer com água e pressionar as extremidades do papel e, em seguida, sob vácuo, aplicar 100 mL da suspensão de sílica de diatomácea até que toda a água tenha passado.

Lavar, sob vácuo, com 1 L de água destilada. Filtrar a amostra acidificada, aplicando vácuo, até que toda a água tenha passado. Transferir o filtro para um vidro de relógio. Enxugar os lados e o fundo do frasco de coleta de amostra e o funil de Buchner com pedaços de papel de filtro umedecidos em solvente com vistas à remoção de todo vestígio de material graxo e de sólidos.

Juntar os pedaços de papel de filtro, usados na limpeza, ao material sobre o vidro de relógio. Enrolar o filtro, juntando também os retalhos de papel de filtro e colocar no interior do cartucho de extração. Enxugar o vidro de relógio com papel de filtro umedecido em solvente, colocando este também no cartucho de extração.

Encher o cartucho com lã de vidro. Secar o cartucho de extração cheio a 103°C, durante 30 minutos, numa estufa de ar quente e colocá-lo na câmara de extração do aparelho Soxhlet.

Pesar o frasco de extração previamente lavado e seco a 103°C (PBA). Extrair óleos e graxas num aparelho Soxhlet, a uma taxa de 20 ciclos/h, durante 4 horas, devendo o volume de solvente ser compatível com a capacidade do frasco do aparelho Soxhlet.

Destilar o solvente, secar, resfriar e pesar (PBRA) o frasco seguindo os passos finais da sequência de execução do método gravimétrico.

Processar, também, uma prova em branco, seguindo os passos de execução do método, mas sem usar amostra. Isto é, filtrar um volume correspondente de água destilada através do conjunto de filtração, colocar o filtro no interior do cartucho de extração, enchê-lo com retalhos de papel de filtro e lã de vidro, secá-la e colocá-lo na câmara de extração. Usando um volume de solvente igual ao utilizado no tratamento da amostra, destilar nas mesmas condições empregadas para a prova que contém a amostra.

6. RESULTADOS ESPERADOS

-

7. DEFINIÇÕES E CONCEITOS

7.1 Cálculos necessários:

$$\text{Óleos e graxas (g/l)} = \frac{[(\text{PBRA} - \text{PBA}) - (\text{PBRB} - \text{PBB})] \times 1000}{\text{VA}}$$

PBRA – peso do balão mais resíduo de óleos e graxas contidos no solvente extrator da amostra, g.

PBA – tara do balão que recolheu o solvente extrator de óleos e graxas presentes na amostra, g.

	PROGRAMA DE GESTÃO DA QUALIDADE							
	ÓLEOS E GRAXAS							
	Código:	POP84	Revisão:	01	Data de Aprov.:	07/06/2018	Página:	3-3

PBRB – peso do balão mais resíduo deixado pelo solvente da prova em branco, g.

PBB – tara do balão que recolheu o solvente da prova em branco, g.

VA – volume da amostra, mL.

8. INSTRUÇÕES DE SEGURANÇA

- Equipamentos de proteção individual (EPIs) – Jaleco, sapato fechado, calça comprida, luva de látex e óculos.
- Consultar a **FISPQ** dos reagentes usados no preparo das soluções.

9. DESTINO OS RESÍDUOS GERADOS

-

10. ANEXOS

-

11. CONTROLE DE REVISÕES

REVISÃO	DATA DE APROVAÇÃO	NATUREZA DA REVISÃO
00		— Criação do documento
01		— Revisão de formatação e adequação ao QLAB

APROVAÇÃO DO DOCUMENTO		
ELABORADOR (ES)	COORDENAÇÃO LAQAMB	COORDENAÇÃO LTPA
Isadora M. Martins	Profa. Cynara Aguiar	Prof. Bruno César