

QUANTIFICAÇÃO DE ÓLEO EM SEMENTES DE CRAMBE PELO MÉTODO DA CALCINAÇÃO EM FORNO TIPO MUFLA

Tiago Roque Benetoli da Silva¹, Flávia Rogério², Juciléia Irian dos Santos³, Juliana Parisotto Poletine¹ e Affonso Celso Gonçalves Júnior⁴

¹Universidade Estadual de Maringá – UEM, Departamento de Ciências Agronômicas, Campus de Umuarama. Estrada da Paca s/n, CEP: 87500-000, Bairro São Cristóvão, Umuarama, PR. E-mail: trbsilva@uem.br, jppoletine@uem.br

²Escola Superior de Agricultura Luiz de Queiroz - USP, Piracicaba, SP.

³Universidade Estadual Paulista, Campus Jaboticabal – SP, Doutorado em Produção Vegetal.

⁴Universidade Estadual do Oeste do Paraná – Unioeste, Campus de Marechal Cândido Rondon – PR, Laboratório de Química Ambiental.

RESUMO: O crambe é uma crucífera com alto teor de óleo. A quantificação desse óleo nas sementes de crambe é demorado e envolve gastos com reagentes químicos. O objetivo deste trabalho foi verificar a existência de correlação entre a quantificação de óleo em sementes de crambe, variedade FMS-Brilhante, por meio do método Soxhlet com a massa das cinzas dessas sementes, obtidas por calcinação em forno tipo mufla. Para isso, foram coletadas amostras de sementes de crambe e o óleo quantificado por Soxhlet e as mesmas amostras calcinadas em cinzas. Realizou-se o teste de correlação simples obtendo-se regressão linear. Para validação do método conduziu-se um experimento em delineamento inteiramente casualizado, cujos tratamentos consistiam na quantificação de óleo pelo método de Soxhlet e pela calcinação na mufla usando-se a equação obtida. Existe correlação positiva significativa entre o teor de óleo obtido pelo método de Soxhlet e massa de cinzas da semente de crambe. Para a variedade FMS Brilhante é viável quantificar o teor de óleo por meio da equação $Y = - 3,7229x + 45,953$.

PALAVRAS-CHAVE: *Crambe abyssinica*, Método soxhlet, correlação linear.

OIL QUANTIFICATION OF CRAMBE SEEDS CALCINATION METHOD IN MUFFLE FURNACE

ABSTRACT: Crambe plant is a cruciferous with high oil content. Oil quantification in crambe seed is time consuming and involves spending chemical reagents. The objective of this study was to assess the correlation between the oil quantification in crambe seed, variety FMS-Bright, through the Soxhlet method with the seed ashes mass obtained by calcination in a muffle furnace. For this, crambe seed oil samples and quantified by Soxhlet and calcined in the same samples were collected ash. Carried out the correlation test obtaining linear regression. Method validation was conducted in a completely randomized design experiment, the treatments consisted in quantifying oil Soxhlet and the calcination in the oven using the obtained equation. There is a significant positive correlation between oil content obtained by the Soxhlet method and mass crambe seed ash. For variety FMS Brilhante is feasible to quantify the oil content by the equation $Y = - 3.7229x + 45.953$.

PALAVRAS-CHAVE: *Crambe abyssinica*, Soxhlet method, linear correlation.

INTRODUÇÃO

O crambe (*Crambe abyssinica* Hochst) é uma oleaginosa, pertencente à família das crucíferas se destacando por possuir ciclo curto, podendo ser cultivada no Brasil durante o inverno em segunda safra (Pitol et al., 2010). O óleo é utilizado para fabricação de produtos químicos intermediários que, posteriormente, serão utilizados como insumos na produção de sacos de plástico, cosméticos, produtos de higiene pessoal, entre outros, suas sementes contêm cerca de 37% de óleo, isso demonstra seu verdadeiro potencial na indústria química (Pitol, 2008).

Óleo é um lipídio simples, considerado como composto orgânico altamente energéticos (Pinheiro et al., 2005). A quantificação de lipídios é feita, na maioria dos casos, pela extração com solventes, por exemplo, hexano ou éter em aparelho do tipo Soxhlet, seguida da remoção por evaporação ou destilação do solvente empregado (IUPAC, 1998). O resíduo obtido não é constituído unicamente por lipídios, mas por todos os compostos que, nas condições da determinação, possam ser extraídos pelo solvente. Estes conjuntos incluem os ácidos graxos livres, ésteres de ácidos graxos, as lecitinas, as ceras, os carotenóides, a clorofila e outros pigmentos, mas em quantidades relativamente pequenas, que não chegam a representar diferença significativa na determinação (IAL, 2008). Tal determinação é demorada, onerosa e trabalhosa.

Existem diversos métodos laboratoriais que quantificam substâncias, como por exemplo a determinação da matéria orgânica no solo pelo método da calcinação em altas temperaturas (Silva et al., 1999). Resíduo por incineração ou cinzas é o nome dado ao resíduo obtido por aquecimento de um produto em temperatura próxima a 550 °C em um forno do tipo mufla. O resíduo representa as substâncias inorgânicas presentes na amostra (IAL, 2008).

Aquecimentos em altas temperaturas promovem a evaporação de substâncias orgânicas, bem como da água estrutural (Silva et al., 1999). Portanto, o óleo é um composto que se perde por volatilização, sabendo-se o teor original, é possível quantificar o que foi perdido para atmosfera.

Outros métodos de determinação indireta são usados atualmente, os quais não envolvem gastos com reagentes e são instantâneos. Como exemplo, os métodos tradicionalmente empregados para a determinação do teor de clorofila nas folhas que são destrutivos e trabalhosos (Godoy et al., 2003). A quantificação do teor de clorofila em plantas atualmente é feita por medida indireta com medidores portáteis, como por exemplo o SPAD 502, realizando leituras de forma rápida e não destrutiva (Texeira et al., 2004; Silva-Lobo et

al., 2012). Há experimentos que demonstram a correlação positiva entre o teor real de clorofila e as leituras do SPAD-502, em milho (Argenta et al., 2001), painço (Lima et al., 2007), citros (Souza et al., 2011) e feijão (Maia et al., 2012).

Portanto o objetivo desse trabalho foi verificar a existência de correlação entre o teor de óleo de sementes de crambe, obtidos pelo método de Soxhlet com o teor de cinzas obtido após queima na mufla e, por conseguinte a validação desse método de determinação.

MATERIAL E MÉTODOS

O experimento foi conduzido em laboratório da Fazenda da Universidade Estadual de Maringá, Campus Regional de Umuarama-PR.

As sementes de crambe, variedade FMS-Brilhante, foram coletadas de modo aleatório em experimentos colhidos na própria universidade. Para as determinações laboratoriais, as mesmas foram submetidas a secagem em estufa de ventilação de ar, na temperatura de 65 °C por 72 horas. Utilizou-se 10 amostras para ambas as determinações.

A quantificação do óleo foi realizada pelo método de extração pelo Soxhlet (IUAPC, 1998), utilizando o éter de petróleo como solvente. Os resultados foram expressos em porcentagem, obtidos através da diferença de massa.

Amostras de 0,2 g das mesmas sementes foram coletadas, colocadas em cadinhos cujas massas já devidamente anotadas e, levadas a mufla, permanecendo por cinco horas em temperatura de 550 °C, após resfriamento, os cadinhos com as cinzas foram pesados e por diferença resultou na massa da cinza, por regra de três o resultado foi expresso em porcentagem de cinzas. Ressalta-se que as pesagens devem ser realizadas em balança de precisão analítica e todas as casas após a vírgula devem ser anotadas.

Os dados foram analisados por meio de correlação linear simples, usando-se 1% de significância, objetivando obtenção de regressão linear.

Para validação do método, foram coletadas 100 amostras de sementes, aleatoriamente em experimentos colhidos no mesmo campus universitário. Realizou-se a quantificação do óleo pelo método de Soxhlet e a quantificação de cinzas pelo método da mufla. Usou-se a conversão da %cinzas em óleo por meio da regressão obtida.

Para análise estatística foi usado um delineamento inteiramente casualizado, com dois tratamentos (Soxhlet e mufla), com 100 repetições. Realizou-se análise de variância a 1% de significância, para comparação entre os dois métodos.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

Observa-se na Figura 1 que existe correlação positiva significativa entre quantificação de óleo pelo método de Soxhlet e a quantidade de cinzas. O coeficiente de correlação é alto (0,84) e significativo a 1% de probabilidade, isso indica que é possível utilizar a regressão obtida para conversão da quantidade de cinzas para teor de óleo.

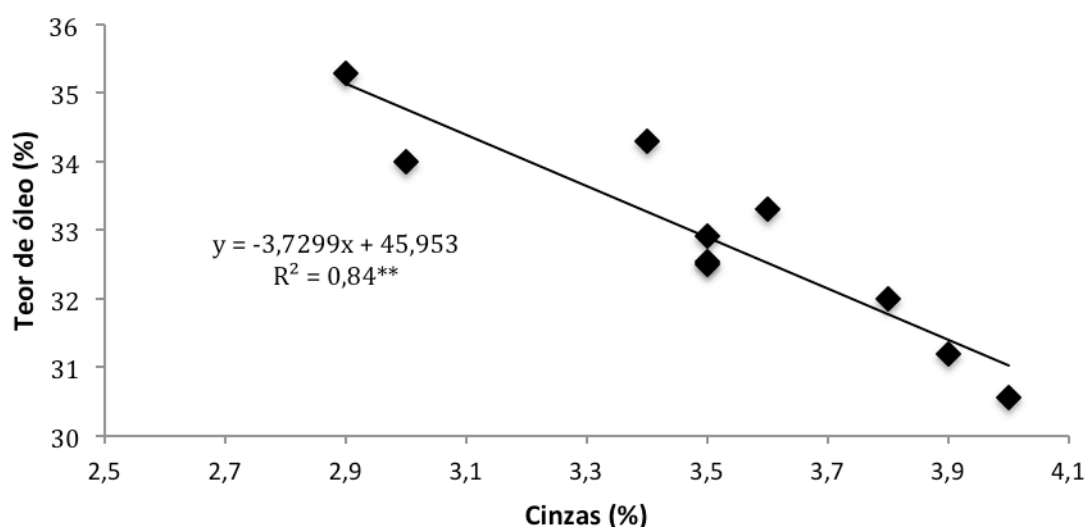


Figura 1 – Correlação entre teor de óleo obtido pelo método Soxhlet e porcentagem de cinzas obtidas pelo método da mufla. ** = significativo a 1% de probabilidade de erro. Umuarama – 2014.

A equação $Y = -3,7229x + 45,953$ é constituída:

Y = teor de óleo (%);

x = cinzas (%)

Após obtenção da equação, analisou-se pelos dois métodos 100 amostras de sementes, observando que não houve diferença significativa entre os mesmos (Tabela 1). Portanto, o método é coerente com o teor real de óleo, quantificado pelo método de Soxhlet.

Tabela 1 – Teor de óleo obtido pelo método Soxhlet e por calcinação em forno tipo mufla. Umuarama – PR, 2014

Método de determinação	Teor de óleo (%)
Soxhlet	31,11
Mufla	31,20
D.M.S.	0,48
C.V. %	5,55

Média seguida de mesma letra, não difere entre si pelo teste t, a 1% de probabilidade de erro.

D.M.S. = diferença mínima significativa.

C.V. = coeficiente de variação.

Há relatos de outros aparelhos que efetuem medidas indiretas, sem destruição e gasto de reagentes. Atualmente a análise do teor de clorofila em plantas tem sido feita através da medida indireta por medidores portáteis de clorofila, como o aparelho SPAD 502, o qual realiza leituras de forma rápida e não destrutiva (Texeira et al., 2004; Silva-Lobo et al., 2012). Nas folhas de milho, a concentração de clorofila e as leituras fornecidas pelo SPAD-502 estão positivamente correlacionadas (Argenta et al., 2001).

Amarante et al. (2010) em seu trabalho avaliando a quantificação de clorofilas em folhas de milho através de métodos não destrutivos, verificaram que a utilização o colorímetro foi eficiente para determinar a intensidade das cores das folhas e a quantidade de clorofila. Em razão dessa similaridade de leitura entre os aparelhos, a medição indireta do teor de clorofila pode ser realizada em ambos os aparelhos.

CONCLUSÃO

Existe correlação positiva significativa entre o teor de óleo obtido pelo método de Soxhlet e massa de cinzas da semente de crambe.

Para a variedade FMS Brilhante é viável quantificar o teor de óleo por meio da equação $Y = - 3,7229x + 45,953$.

REFERÊNCIAS

- AMARANTE, C.V.T.; STEFFENS, C.A.; SANGOI, L.; ZANARDI, O.Z.; MIQUELOTO, A.; SCHWEITZER, C. Quantificação de clorofilas em folhas de milho através de métodos ópticos não destrutivos. **Revista Brasileira de Milho e Sorgo**, Sete Lagoas, v.9, n. p.39-50, 2010.
- ARGENTA, G.; SILVA, P.R.F.; BARTOLINI, C.G.; FORSTHOFER, E.L.; STRIEDER, M.L. Relação da leitura do clorofilômetro com os teores de clorofila extraível e nitrogênio na folha de milho. **Revista Brasileira de Fisiologia Vegetal**, Lavras, v.13, n.2, p.158-167, 2001.
- GODOY, L.J.G.; VILLAS BOAS, R.L.; GRASSI FILHO, H. Adubação nitrogenada na cultura do milho baseada na medida do clorofilômetro e no índice de suficiência em nitrogênio (ISN). **Acta Scientiarum: Agronomy**, Maringá, v.25, n.2, p.373-380, 2003.
- IAL – Instituto Adolfo Lutz. **Métodos físico-químicos para análise de alimentos**. São Paulo: Ministério da Saúde, 4 Ed., 1 Ed. digital, 2008. 1020p.
- IUPAC. **Standard methods for the analysis of oils, fats and derivatives**: Determination of oil content (Extraction method), 1998.
- LIMA, E.V.; SILVA, T.R.B.; SORATTO, R.P.; CRUSCIOL, C.A.C. Relação da leitura do clorofilômetro com o N total na folha de painço (*Panicum miliaceum* L.) em função da adubação nitrogenada de cobertura. **Revista Brasileira de Milho e Sorgo**, Sete Lagoas, v.6, n.2, p.149-158, 2007.

MAIA, S.C.M.; SORATTO, R.P.; NASTARO, B.; FREITAS, L.B. The nitrogen sufficiency index underlying estimates of nitrogen fertilization requirements of common bean. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, Viçosa, v.36, n.1, p.183-192, 2012.

PINHEIRO, D.M.; PORTO, K.R.A.; MENEZES, M.E.S. A química dos alimentos. Maceio: UFAL, 2005. 52p.

PITOL, C. **Cultura do crambe**. Tecnologia e produção: Milho safrinha e culturas de inverno 2008. Fundação MS, 2008.

PITOL, C.; BROCH, D. L.; ROSCOE, R. **Tecnologia e Produção: Crambe**. 2010. Maracaju: Fundação MS, 2010.

SILVA-LOBO, V.L.; FILIPPI, M.C.C.; SILVA, G.B.; VENANCIO, W.L.; PRABHU, A.S. Relação entre o teor de clorofila nas folhas e a severidade de brusone nas panículas em arroz de terras altas. **Tropical Plant Pathology**, Viçosa, v.37, n.1, p.83-87, 2012.

SILVA, A.C.; VIDIGAL-TORRADO, P.; ABREU JÚNIOR, J.S. Métodos de quantificação da matéria orgânica do solo. **Revista Universidade Alfenas**, Alfenas, v.5, n.1, p.21-26, 1999.

SOUZA, T.R.; SALOMÃO, L.C.; ANDRADE, T.F.; VILLAS BÔAS, R.L.; QUAGGIO, J.A. Medida indireta da clorofila e sua relação com o manejo da adubação nitrogenada em plantas cítricas fertirrigadas. **Revista Brasileira de Fruticultura**, Jaboticabal, v.33, n.3, p.993-1003, 2011.

TEIXEIRA, I.R.; BORÉM, A.; ANDRADE, M.J.B.; GIÚDICE, M.P.D.; CECON, P.R. Teores de clorofila em plantas de feijoeiros influenciadas pela adubação com manganês e zinco. **Acta Scientiarum: Agronomy**, Maringá, v.26, n. 2, p.147-152, 2004.