



UNIVERSIDADE TECNOLÓGICA FEDERAL DO PARANÁ
CAMPUS CAMPO MOURÃO
CURSO SUPERIOR DE TECNOLOGIA EM ALIMENTOS

VANDRIELI FRANCO DOS REIS

**RECUPERAÇÃO DE ARGILAS CLARIFICANTES UTILIZADAS NO
BRANQUEAMENTO DE ÓLEO VEGETAL**

TRABALHO DE CONCLUSÃO DE CURSO

CAMPO MOURÃO
2014

VANDRIELI FRANCO DOS REIS

**RECUPERAÇÃO DE ARGILAS CLARIFICANTES UTILIZADAS NO
BRANQUEAMENTO DE ÓLEO VEGETAL**

Trabalho de Conclusão de Curso de
Graduação apresentado a UTFPR –
Campus Campo Mourão, como parte dos
requisitos para a conclusão do Curso
Superior de Tecnologia em Alimentos.

Orientadora: Prof.^a Ailey Aparecida Coelho Tanamati

Campo Mourão
2014

FOLHA DE APROVAÇÃO

RECUPERAÇÃO DE ARGILAS CLARIFICANTES UTILIZADAS NO BRANQUEAMENTO DE ÓLEO VEGETAL

Por **Vandrieli Franco dos Reis**

Trabalho de Conclusão de Curso aprovado como requisito parcial para a obtenção do título de Tecnólogo em Alimentos, no Curso Superior de Tecnologia em Alimentos da Universidade Tecnológica Federal do Paraná - Campus Campo Mourão.

BANCA AVALIADORA

Prof(a). Renata Fuchs - Universidade Tecnológica Federal do Paraná – UTFPR

Prof. Augusto Tanamati - Universidade Tecnológica Federal do Paraná – UTFPR

Prof(a). Ailey A. C. Tanamati - Universidade Tecnológica Federal do Paraná –
UTFPR (Orientadora)

Campo Mourão

2014

RESUMO

REIS, Franco Vandrieli. Recuperação de Argilas Clarificantes utilizadas no Branqueamento de Óleo Vegetal. 2014. TCC (Trabalho de Conclusão de Curso) – Tecnologia em Alimentos, Universidade Federal do Paraná – UTFPR Campus Campo Mourão, 2014.

O óleo de soja passa por vários processos até chegar a uma característica física de sensorial desejada, um desses processos é o branqueamento ou clarificação que utiliza argilas clarificantes para remover os pigmentos indesejáveis, principalmente a clorofila, os quais estão naturalmente presentes no óleo, ou aqueles que sejam produzidos por modificações e decomposição da matéria-prima durante a estocagem, transporte e processamento. Na maioria das vezes a argila obtida no fim do processo de clarificação não é reaproveitada e esta é, encaminhada a aterros para ser rejeitada junto ao lixo. O presente trabalho teve como objetivo empregar tratamentos de extração com solventes orgânicos, seguido de tratamentos químicos e físicos e aquecimento em mufla para recuperação da argila clarificante, utilizada no processamento do óleo de soja, e avaliar a eficiência do método pelo reuso na clarificação do óleo neutro. As análises para testar a eficiência do método foram análises de clorofila, colorimétrica, determinação de acidez, sabões e umidade. A eficiência do tratamento foi avaliada comparando o teor de clorofila do óleo neutro seco com o submetido à clarificação com argila virgem e a argila recuperada.

Palavras chave: Recuperação, argila, branqueamento, clorofila.

ABSTRACT

REIS, Franco Vandrieli. Recovery Clays Clarifiers used in Bleaching Vegetable Oil. 2014. TCC (Work Completion of course) - in Food Technology, Federal University of Paraná - Campus UTFPR Campo Mourão, 2014.

Soybean oil passes through various processes until you reach a desired physical characteristic sensory, such process is bleaching or clarification that uses clays clarifiers to remove unwanted pigments, mainly chlorophyll, which are naturally present in the oil, or those which are produced by changes and decomposition of the raw material during storage, transport and processing. Most often the clay obtained at the end of the clarification process is not reused and this is routed to landfills to be rebuffed by the trash. The present study aimed to employ treatments extraction with organic solvents, followed by chemical and physical treatment and heating in muffle for recovery of clarifying clay used in the processing of soybean oil, and evaluate the efficiency of the method by reusing the clarification of the oil neutral. Analyzes to test the efficiency of the method were analyzes of chlorophyll, colorimetric, determination of acidity, soaps and moisture. Treatment efficiency was evaluated by comparing the chlorophyll content of the dry neutral oil with the clarification submitted with virgin clay and clay recovered.

Keywords : Recovery, clay, bleaching, chlorophyll.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1: Estrutura da molécula de triacilglicerol. Fonte: GAROFALO, (2011).	.12
Figura 2: Estrutura química da clorofila. Fonte: MARTINS, (2012).	.15
Figura 3: Etapas para recuperação da argila e análises realizadas.	.20
Figura 4: Branqueamento do óleo neutro seco utilizando adsorvente ativado.	.23
Figura 5: Concentração (ppm) de clorofila nos óleos branqueados com as argilas tratadas.	.26

LISTA DE TABELAS

Tabela 1: Teor lipídico nas argilas obtido na extração com hexano e etanol. . .	25
Tabela 2: Coloração dos óleos, divididos em unidades de amarelo, vermelho e azul.	28
Tabela 3: Determinação de acidez dos óleos branqueados com as argilas tratadas.	30
Tabela 4: Concentração de sabões (ppm) nos óleos branqueados com as argilas tratadas.	31
Tabela 5: Teor de umidade nos óleos branqueados com as argilas tratadas. .	32

LISTA DE SIGLAS

- AaaE- Argila ativada com ácido (Etanol)
- AaaH- Argila ativada com ácido (Hexano)
- AatE- Argila ativada termicamente (Etanol)
- AatH- Argila ativada termicamente (Hexano)
- ABIOVE- Associação Brasileira das Indústrias de Óleos Vegetais
- AD- Argila desengordurada
- ADE- Argila Desengordurada com Etanol
- ADH- Argila Desengordurada com Hexano
- ANVISA- Agência Nacional de Vigilância Sanitária
- A.O.C.S- American Oil Chemist's Society
- ASDat- Argila sem desengordurar e ativada termicamente
- AV- Argila virgem
- COAMO- Agroindustrial Cooperativa
- NS- Neutro seco

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO	10
2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	12
2.1. Óleo e Gordura Vegetal	12
2.2. Óleo de soja	12
2.3. Extração por solvente.....	13
2.4. Clarificação	14
2.5. Pigmentos	14
2.5.1. Clorofila.....	14
2.5.2. Carotenos	15
2.5.3. Xantofila.....	16
2.6. Argilas clarificantes	16
2.6.1. Ativação das argilas	17
2.6.1.1. Ativação ácida.....	17
2.6.1.2. Calcinação	17
2.7. Danos ambientais causados pela Argila	17
3. OBJETIVO	19
3.1. Objetivo Geral.....	19
3.2. Objetivos Específicos.....	19
4. MATERIAIS E MÉTODOS	20
4.1. Amostragem	21
4.2. Extração lipídica	21
4.3. Secagem.....	21
4.4. Ativação ácida (Aaa).....	22
4.5. Ativação por aquecimento (Aat).....	22
4.6. Branqueamento (método rápido)	22
4.7. Análises de clorofila	23
4.8 Análises colorimétricas	23
4.9. Determinação de acidez	23
4.10. Determinação de sabões.....	24
5. RESULTADOS	25
5.1. Extração lipídica	25
5.2. Análise de clorofila	26
5.3. Análise colorimétrica	28
5.4. Determinações de acidez.....	30
5.5. Determinação de sabões	31
5.6. Determinação de umidade	32
6. CONCLUSÃO	32
7. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	34

1. INTRODUÇÃO

A indústria de obtenção de óleo e farelo de soja é um importante ramo da agroindústria brasileira. Os produtos gerados atendem tanto o mercado interno como o mercado externo. A concorrência é elevada, e para serem competitivos, a redução de custos e de desperdício é fundamental; além disso, como as indústrias utilizam o hexano como solvente na extração do óleo, a preocupação com a saúde do trabalhador e com o meio ambiente é de fundamental importância (PARAISO, 2001).

A produção de óleo vegetal passa por várias etapas, até chegar ao seu produto final, são elas degomagem, neutralização, branqueamento e desodorização. A etapa de clarificação ou branqueamento é de grande importância, pois, é nela que são removidos os pigmentos indesejáveis que conferem cor ao óleo (AMARAL; JAIGOBIND, 2006).

Atualmente os consumidores estão exigindo óleos e gorduras quase incolores, o que é atingido pela adsorção dos corantes com terras clarificantes, ativadas ou naturais, misturadas, às vezes com carvão ativado (JUNIOR, 2010).

A adsorção dos pigmentos é realizada com terras clarificantes, as quais são adicionadas ao óleo aquecido em uma proporção de 0,8 a 1% de terra. A mistura de óleo e de terra passa através do branqueador durante cerca de 20 minutos e depois é bombeada ao filtro prensa. Dos vários tipos de filtro prensa, o mais usado é o de placa, que permite a obtenção de “bolo” (resíduo) de grande espessura (EMBRAPA, 2001).

A falta de tecnologia para reaproveitamento das sobras de uma indústria faz com que o material seja encaminhado para aterros industriais, ou mesmo ter o reaproveitamento inadequado. A falta de aterros industriais e o aumento da fiscalização governamental e da própria população para cumprimento de uma legislação ambiental cada vez mais rígida, fez com que o preço da destinação final destes resíduos se elevasse, aumentando conseqüentemente o custo da produção. Este cenário fez com que as empresas motivassem estudos sobre a possibilidade de valorização dos resíduos gerados, com a

possibilidade de serem reutilizados no próprio processo industrial ou em outros processos, sendo então vendidos como matéria-prima, evitando ter que encaminhar para um aterro industrial (GAROFALO, 2011).

De acordo com Garofalo, (2011) a recuperação de argilas para o reuso é considerada como reciclagem primária, onde os resíduos são reutilizados no mesmo processo industrial, e reciclagem secundária quando convertido em outros tipos de produtos.

Com base no contexto, o trabalho tem como objetivo realizar o processo de reaproveitamento da argila utilizada no processo de clarificação do óleo de soja.

2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1. Óleo e Gordura Vegetal

Os termos óleos e gorduras designam substâncias insolúveis em água (hidrofóbicas), de origem animal ou vegetal, formados predominantemente por ésteres de triacilgliceróis, produtos resultantes da esterificação entre o glicerol e ácidos graxos (MORETTO; FETT 1998). Os triacilgliceróis (Figura 1) são compostos insolúveis em água e na temperatura ambiente, possuem uma consistência de líquido para sólido. Quando estão sob forma sólida são chamados de gorduras e quando estão sob forma líquida são chamados de óleos (GAROFALO, 2011).

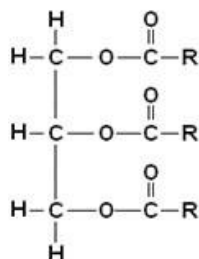


Figura 1: Estrutura da molécula de triacilglicerol. Fonte: GAROFALO, (2011).

Além de triacilgliceróis, os óleos contêm vários componentes em menor proporção, como mono e diglicerídeos (importantes como emulsionantes); ácidos graxos livres; tocoferol (importante antioxidante); proteínas, esteróis e vitaminas (FARIA et al., 2002).

2.2. Óleo de soja

Após a extração do óleo presente na soja, este é denominado de óleo bruto que é composto de uma mistura de triglicérides (que é a forma básica do óleo de soja), ácidos graxos livres, fosfatídeos (entre eles lecitina), compostos oxigenados, pigmentos (caroteno, xantofilas, clorofilas), gossipol, quinomas, dicetonas, voláteis diversos, entre outros (LOPES, 2008).

Os lipídios são compostos importantes encontrados nos alimentos e são fundamentais para a saúde humana, devido ao seu alto valor energético e à

presença de vitaminas, ácidos graxos essenciais e antioxidantes naturais (BOBBIO; BOBBIO, 2003).

Para consumo humano o óleo deve ser composto essencialmente por triglicerídeos; o refinamento ou purificação do óleo é então necessário para remover as impurezas indesejáveis e a acidez, presentes naturalmente nos óleos, ou formadas nas etapas anteriores do processamento, que lhe imputam características indesejáveis e aceleram sua rancificação e oxidação. As etapas envolvidas neste processamento são: degomagem, desacidificação, clarificação e desodorização (LOPES, 2008).

2.3. Extração por solvente

Uma das primeiras etapas de obtenção do óleo de soja é a extração. Inicialmente a soja é quebrada, laminada e cozida de forma a aumentar sua área de contato com o solvente, permitindo a extração do óleo. O grão de soja laminado e cozido é inserido em um extrator na presença de solvente por um tempo determinado, o solvente dissolve o óleo residual das lâminas, deixando-as praticamente sem óleo. O solvente é recuperado e o óleo separado do solvente, o farelo obtido no processo vira ração animal e o óleo bruto segue para a etapa de refino (EMBRAPA, 2001).

A forma mais comum empregada pelas empresas é a extração por solvente orgânico. O solvente utilizado atualmente é o hexano, com ponto de ebulição próximo de 70°C. O hexano satisfaz uma série de exigências de um solvente apropriado: dissolve com facilidade a fração lipídica, sem agir sobre outros componentes dos grãos; possui composição homogênea e estreita faixa de temperatura de ebulição; é imiscível em água, com a qual não forma azeótropos; e tem baixo calor latente de ebulição. Contudo, apresenta algumas desvantagens, tais como a alta inflamabilidade e, atualmente, o alto custo. Portanto, o uso de outros solventes, como o etanol, pode oferecer uma possibilidade industrial no futuro (JUNIOR, 2010).

2.4. Clarificação

A clarificação é uma etapa do processo de refino onde o principal objetivo é a remoção dos pigmentos indesejáveis (principalmente clorofila). Esses pigmentos existem normalmente no óleo, porém alguns outros são produzidos por modificações e decomposição da matéria-prima durante a estocagem, transporte e processamento. Outras impurezas também eliminadas são os resíduos de sabões, traços de metais pesados, produtos de oxidação, resíduos de fosfatídeos e material insaponificável (PAIVA, 2008).

Esta etapa consiste na adição de adsorvente ao óleo, aquecimento e filtração. O adsorvente ou argilas clarificantes realiza uma remoção seletiva de pigmentos como os carotenos, xantofilas, clorofilas, produtos de degradação de proteína e carboidratos (cor marrom) e γ -tocoferol, através da retenção destes nos poros de sua superfície. Os sabões, metais, peróxidos, fosfatídeos, ácidos graxos livres e umidade são outros componentes removidos nessa etapa (VICALI, 2013).

2.5. Pigmentos

Os pigmentos contidos nos óleos são semelhantes em composição química, caracterizam-se por intenso poder corante e são conhecidos como eritrofila ou α e β caroteno (amarelo e vermelho $C_{16}H_{56}$), xantofila (amarela, $C_{40}H_{56}O_2$) e clorofila (azul, $C_{55}H_{72}O_5N_4Mg$ e amarela, $C_{55}H_{70}O_6N_4Mg$) (LIMA, 2003).

2.5.1. Clorofila

As clorofilas são pigmentos verdes muito comuns em legumes e em várias frutas. Devido a sua cor e as propriedades físico-químicas, são também usadas como aditivos para produtos alimentícios. Estes pigmentos são quimicamente instáveis e podem ser alterados ou destruídos facilmente, modificando a percepção e a qualidade dos produtos. Com exceção do óleo de oliva, a cor verde nos óleos vegetais é sempre indesejável. Em geral, as clorofilas são relativamente instáveis e sensíveis à luz, aquecimento, oxigênio e a degradação química (SCHOEFS, 2002).

Estruturalmente as clorofilas são moléculas complexas, pertencentes às classes das porfirinas, formados por quatro anéis pirrólicos e um quinto anel isocíclico, localizado ao lado do terceiro anel pirrólico. Os anéis estão ligados entre si por pontes metilênicas e uma molécula contém um átomo de magnésio no seu interior, coordenado aos anéis. No quarto anel pirrólico, o ácido propiônico ali existente é esterificado por um álcool acíclico de cadeia longa, geralmente o fitol, conferindo a clorofila um caráter hidrofóbico (MARTINS, 2012). A figura 2 esquematiza a estrutura química da clorofila.

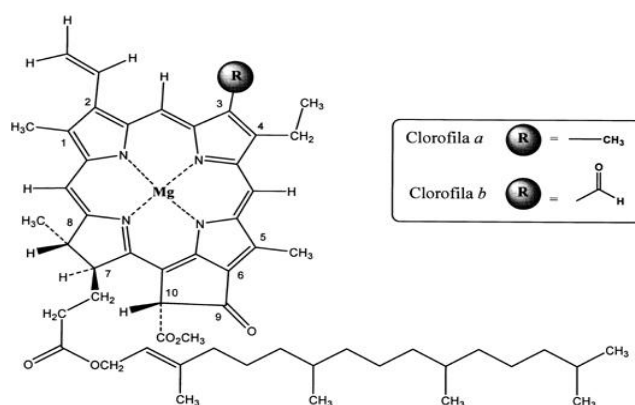


Figura 2: Estrutura química da clorofila. Fonte: MARTINS, (2012).

2.5.2. Carotenos

A denominação de carotenoides é dada a um grupo de pigmentos amarelos ou vermelhos, solúveis nas gorduras, profundamente distribuídos nos tecidos vegetais e animais numa proporção de 0,1% a 0,7% e responsáveis, em grande parte, pela coloração característica amarelo-avermelhadas que apresentam as substâncias graxas. Os carotenos estão classificados no grupo dos carotenoides hidrocarbonetos que se admitem a existência de dois isômeros, alfa e beta, encontrados em quase todos os órgãos vegetais, flores, frutos, sementes e raízes, em estado amorfo ou cristalino, emprestando-lhes sua coloração característica. Os carotenoides são facilmente adsorvidos em argilas e carvões ativados, onde as cores de óleos e gorduras fortemente pigmentados podem ser reduzidas por um tratamento suficientemente intensivo com estes adsorventes (LIMA, 2003).

2.5.3. Xantofila

A Xantofila é um pigmento amarelo do tipo oxicarotenóide, indicando que é produzido pela oxidação dos pigmentos carotenos. É encontrado nas folhas das plantas embora permaneça imperceptível devido à predominância da clorofila. Pela deterioração deste pigmento, a cor amarela da xantofila pode ser vista nos processos de envelhecimento natural das folhas ou por fatores ambientais e climáticos. Xantofilas são polares, funcionalizados com diversos grupos oxigenados como aldeídos, cetonas, e hidroxilas. Têm pelo menos nove ligações duplas conjugadas, que absorvem comprimentos de onda específicos da luz visível e assim fornecendo suas cores características (SILVA, 2011).

2.6. Argilas Clarificantes

As argilas são comumente definidas como materiais naturais, terrosos, de granulação fina. De modo geral, o termo argilas refere-se às partículas do solo que possuem diâmetro inferior a 2 μ m e das quais podem fazer parte diferentes tipos de minerais: silicatos lamelares de magnésio e de alumínio (filossilicatos), quartzo, feldspato, carbonatos, óxidos metálicos e até mesmo matéria orgânica. O termo argilominerais é usado para designar especificamente os filossilicatos que são hidrofílicos e conferem a propriedade de plasticidade às argilas. O total de componentes que não são argilominerais nas argilas dificilmente é inferior a 10% em massa (SOUZA, 1992).

Os termos “argila descorante”, “terra descorante”, “argila clarificante” ou ainda “argila adsorvente” são utilizados nas indústrias de óleos para designar argilas que, no estado natural ou após ativação química através de ácidos orgânicos ou ativação térmica, apresentam a propriedade de adsorver as matérias corantes dissolvidas de óleos minerais, vegetais e animais (LIMA, 2003).

A demanda do mercado para argilas destinadas ao descoramento de óleos vegetais tem crescido nos últimos anos segundo a ABIOVE (Associação Brasileira das Indústrias de Óleos Vegetais), uma vez que é crescente a produção de óleos vegetais no Brasil. No entanto, o mercado brasileiro de argilas de clarificação é dominado por empresas estrangeiras (Süd Chemie,

Oil Dri e BASF), que obtêm seus produtos pela ativação ácida (FREITAS, 2013).

2.6.1. Ativação das argilas

2.6.1.1. Ativação ácida

Ativação ácida é geralmente realizada através do tratamento com ácido clorídrico ou ácido sulfúrico e tem como objetivo eliminar impurezas cimentantes adsorvidas naturalmente nos cristais, substituir cátions trocáveis por H^+ , abrir as bordas dos cristais e lixiviar cátions octaédricos, como Al^{+3} e Mg^{+2} . Este tratamento garante promove maior dispersão das partículas com consequente aumento da área superficial específica, aumento da porosidade aberta e diâmetro dos poros (CARRERA, 2008).

2.6.1.2. Calcinação

Durante a calcinação os sítios das pequenas partículas de argila são ativos e liberados, e com a clarificação são novamente ocupados, sendo esta ocupação determinada pela redução da concentração dos componentes que dão cor ao óleo, que é proporcional à absorvância, baseando-se na lei de Beer-Lambert (SOUZA, 2002).

2.7. Danos ambientais causados pela Argila

Apesar de pequena em relação à quantidade de óleo produzida, a quantidade de terra clarificante remanescente do processo de clarificação se afigura como um problema, considerando o volume total de óleo vegetal processado. O consumo mundial de argilas ativadas é estimado em 600 mil ton/ano. As argilas são utilizadas apenas uma vez e retém cerca de 20–35% de óleo em peso que, após o uso, são depositadas em aterros sanitários, causando sérios problemas ambientais (SOUZA, 2002).

O subproduto do processo de clarificação é a argila clarificante, chamada de “bolo” ou “torta de filtração”. Quando se usa uma argila ativada por

meio de ácidos minerais como sulfúrico ou clorídrico, o resíduo da filtração pode ser considerado como um material de risco. A “torta de filtração”, quando estocada em local aberto ou fechado, pode resultar em processos conhecidos como combustão espontânea, ou autocombustão, ou ainda, auto ignição. Estes processos podem ocorrer logo após a filtração devido à alta retenção de óleo ou gordura na torta e a alta reatividade destes produtos, associados à alta temperatura (MARIOTTO, 2013).

3. OBJETIVO

3.1. Objetivo Geral

Empregar metodologias químicas e físicas de recuperação da argila clarificante, utilizada no processamento do óleo de soja, e avaliar a eficiência do método pelo reuso na clarificação do óleo neutro.

3.2. Objetivos Específicos

- Submeter à argila ao processo de extração do óleo, por Soxhlet com uso, separadamente de hexano e etanol.
- Realizar a ativação ácida da argila;
- Realizar ativação térmica da argila;
- Empregar a argila ativada no processo de clarificação do óleo de soja;
- Avaliar a eficiência da clarificação do óleo através de análises de clorofila, colorimétricas, determinação de acidez, sabões e umidade.

4. MATERIAIS E MÉTODOS

A pesquisa foi realizada na empresa COAMO – Agroindustrial Cooperativa, e nas dependências da UTFPR – Universidade Tecnológica Federal do Paraná, ambas localizadas em Campo Mourão – PR. Todos os métodos físico-químicos e analíticos foram realizados de acordo com INSTITUTO ADOLFO LUTZ, (2005) e a A.O.C.S – American Oil Chemist's Society (2003). O Fluxograma apresentado na Figura 3 indica as etapas realizadas na recuperação da argila e posteriores análises para comprovar a eficiência do método.

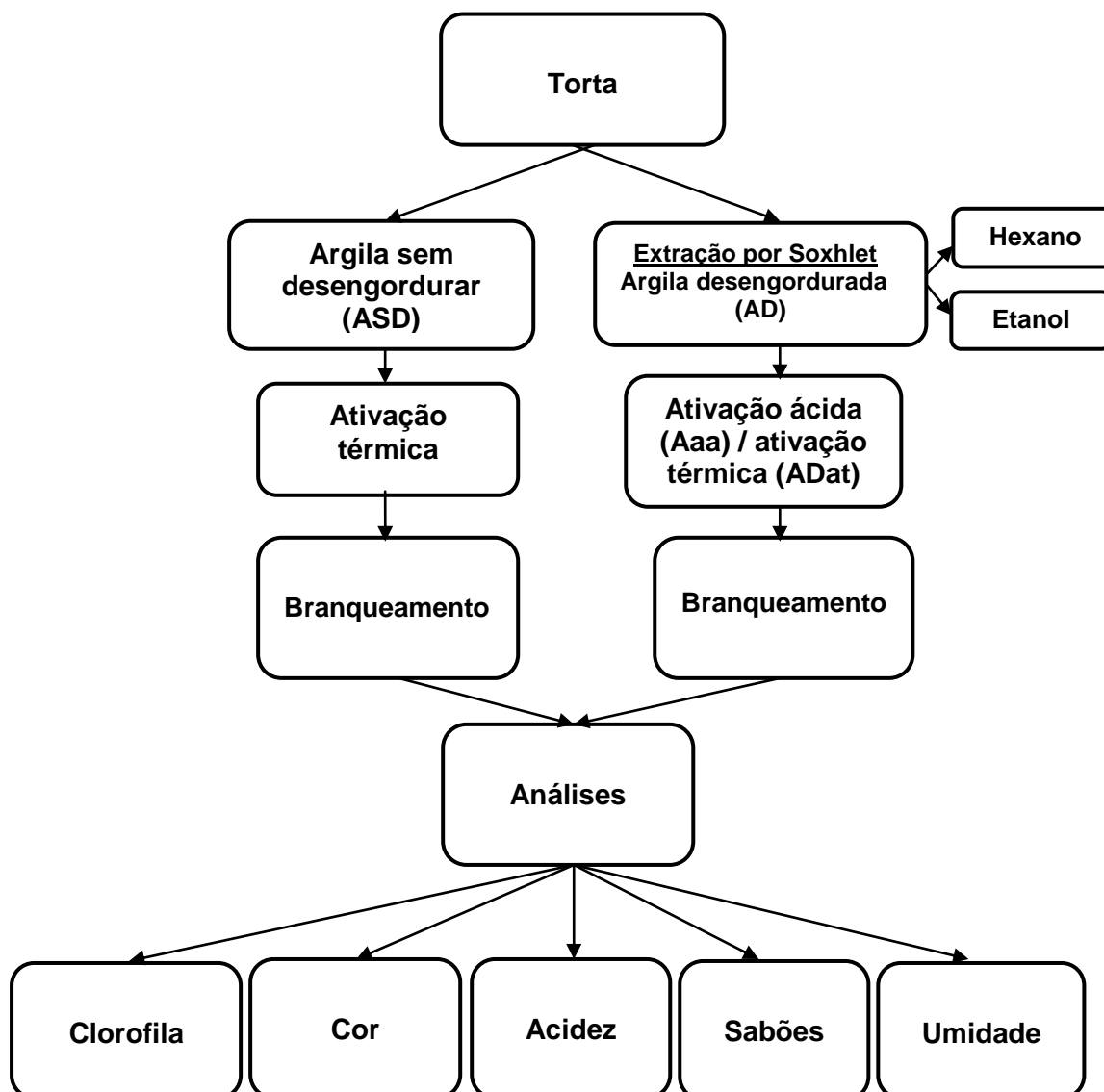


Figura 3: Etapas para recuperação da argila e análises realizadas.

4.1. Amostragem

As amostras das argilas identificadas neste trabalho como torta e argila virgem foram doadas pela COAMO Agroindustrial Cooperativa, localizada em Campo Mourão PR. As argilas inicialmente foram peneiradas e desaglomeradas, para aumentar a superfície de contato. Uma porção desta argila ainda sem passar pela extração lipídica foi guardada para ser ativada termicamente (ASDat).

4.2. Extração lipídica

As remoções do material lipídico, da torta, foram realizadas por extração em Soxhlet, conforme metodologia descrita nas Normas Analíticas do INSTITUTO ADOLFO LUTZ (2005). Os solventes utilizados foram hexano e etanol e, após o procedimento, o material foi identificado como argila desengordurada (AD). A quantidade de lipídios totais foi expressa em percentagem e obtida conforme Equação (1).

$$P(\%) = \frac{(P_1 - P_2) \times 100}{P} \quad (1)$$

P_1 = massa do béquer com a amostra

P_2 = massa do béquer vazio

P = massa da amostra

4.3. Secagem

A argila desengordurada (AD) foi seca em estufa a 105°C, por duas horas, como está descrito nos métodos químicos e físicos para análise de alimentos do INSTITUTO ADOLFO LUTZ, (2005). Em seguida, foram divididas em três porções, a primeira porção de argila desengordurada (AD), não passou por tratamentos de ativação, sendo armazenada em dessecador e empregada em análises posteriores, as outras duas foram feitas separadamente a ativação ácida e térmica.

4.4. Ativação Ácida (Aaa)

A argila desengordurada (AD) foi submetida a uma ativação ácida em suspensão de 10% em com ácido sulfúrico 3 mol/L, sob agitação magnética por aproximadamente duas horas, após ela foi filtrada sob vácuo e seca em estufa a 105°C por duas horas e utilizada no teste de branqueamento.

4.5. Ativação por aquecimento (Aat)

Aproximadamente dois gramas da argila desengordurada (AD) foram, calcinada em mufla a 500°C por duas horas, após foi armazenada em dessecador e, em seguida, utilizada no branqueamento.

4.6. Branqueamento (método rápido)

Foram utilizados amostras de óleo de soja neutralizado e seco, fornecido pela COAMO, após o óleo foi utilizado para os testes de clarificação com os adsorventes recuperados.

A amostra de argila virgem (AV), utilizada como branco comparativo, a argila sem desengordurar com ativação térmica (ASDat), as argilas somente desengordurada (AD), argila ativada por ácido (Aaa) e argila ativada termicamente (Aat), foram submetidas, separadamente, a testes de branqueamento de bancada.

O teste de branqueamento consistiu no aquecimento de 50 mL de óleo neutro seco com 1% de argila, por 5 minutos, sob agitação e mantendo a temperatura entre 105-110°C. Os óleos com a argila ativada foram filtrados em bomba à vácuo com o auxílio de um cadinho de Gooch (conforme a Figura 4), e o óleo recém-branqueado foi coletado para análise de clorofila, colorimétrica, determinações de acidez, sabões e umidade.



Figura 4: Branqueamento do óleo neutro seco utilizando adsorvente ativado.

4.7. Análises de Clorofila

As clorofilas dos óleos branqueados e neutro seco foram medidas por espectrofotometria de absorvância nas ondas de 630 nm, 670 nm e 710 nm, com ajuda de um espectrofotômetro Femto. Os resultados são expressos em partes por milhão (ppm), de acordo com A.O.C.S (2003).

4.8 Análises colorimétricas

A análise de cor dos óleos foi realizada em um Colorímetro Lovibond, o resultado final é expresso pelo índice de unidades amarelas, vermelhas e azuis da amostra de acordo com a A.O.C.S (2003).

4.9. Determinação do índice de acidez

A determinação do percentual de acidez foi realizada de acordo com os métodos analíticos descritos no INSTITUTO ADOLFO LUTZ, (2005) onde o índice de acidez é definido como o número de miligrama de hidróxido de potássio necessário para neutralizar um grama da amostra. A Equação (2) representa a acidez titulável em percentagem de ácido oleico presente na amostra.

$$\text{Acidez (\%)} = \frac{V \times f \times 100 \times 0,0282}{P} \quad (2)$$

Onde:

V = volume de NaOH 0,1 mol/L gasto na titulação (mL)

f = fator de correção da solução

P = massa da amostra (g)

4.10. Determinação de sabões

Para realização do método coloca-se em um erlenmeyer 100 mL de solução acetônica (contém o indicador bromofenol) e neutraliza-se com uma gota de HCl 0,01 mol/L. Pesa-se 10 g da amostra na solução acetônica. Aguarda-se a separação das fases. Se a fase superior for amarela, indica ausência de sabões; se estiver verde, titula-se a amostra com HCl 0,01 mol/L até a viragem para cor amarela permanente. O resultado é expresso em partes por milhão (ppm), a Equação (3) representa a determinação de sabões presentes na amostra.

$$\text{ppm de sabões} = \frac{V \times 3.040}{P} \quad (3)$$

Onde:

V = volume de HCl 0,01 Mol/L gasto na titulação (mL)

P = massa da amostra (g)

4.11. Determinação de umidade

A determinação de umidade é feita com base no método de perdas por dessecação em estufa a 105°C, por duas horas, como descrito nos métodos químicos e físicos para análise de alimentos do INSTITUTO ADOLFO LUTZ, (2005). O resultado expresso em percentagem de umidade como mostra a como mostra a Equação (4).

$$\text{Umidade (\%)} = \frac{(P1 - P2) \times 100}{P} \quad (4)$$

Onde:

P1= massa inicial da cápsula + amostra

P2= massa final da cápsula + amostra após sair da estufa

P= massa da amostra

5. RESULTADOS

5.1. Extração Lipídica

Os teores de lipídios totais obtidos na pesquisa encontram-se expressos na Tabela 1. Os percentuais encontrados foram 6,347% e 25,954%, para hexano e etanol, respectivamente. Mesmo o hexano sendo o solvente mais utilizado industrialmente este mostrou resultados de extração bem inferior comparado ao material extraído com etanol.

As propriedades físicas e químicas do etanol dependem principalmente do grupo hidroxila, o qual confere polaridade à molécula, já o hexano é um composto apolar e um hidrocarboneto (PEREIRA; ANDRADE 1997).

Os lipídios são macromoléculas que apresentam uma classe de substâncias químicas cuja principal característica é sua apolaridade e a solubilidade em solventes orgânicos (COSTA, 2010).

Por causa da apolaridade do lipídio o hexano é o solvente mais indicado no processo de extração. Contudo, o maior percentual foi encontrado utilizando o etanol. A presença de um grupamento polar na estrutura do etanol pode ter arrastado compostos polares presentes na argila e esse material não lipídico poderia ter sido dosado gravimetricamente.

Tabela 1: Teor lipídico nas argilas obtido na extração com hexano e etanol.

Solvente	Teor lipídico (%)
Hexano	6,347 ± 0,875
Etanol	25,954 ± 3,341

Média±desvio padrão das determinações em triplicata

O material lipídico obtido nesta etapa pode voltar ao processo produtivo, tendo em vista a grande quantidade de óleo que é perdido, interferindo economicamente no processo industrial. A indústria pode ter uma redução de custos e aumento na economia neste sentido e também na reutilização da argila descartada na clarificação do óleo.

Foram realizadas análises elementares das argilas ativadas, comparando com a argila sem ativação e a argila virgem.

5.2. Análise de Clorofila

A análise essencial para a qualidade do óleo branqueado é a determinação de clorofila, que indica se a quantidade de argila adicionada a este processo está sendo suficiente para remover componentes que conferem cor ao óleo. A Figura 4 mostra os resultados obtidos dos óleos após sofrerem o processo de branqueamento utilizando argilas ativadas e sem ativação.

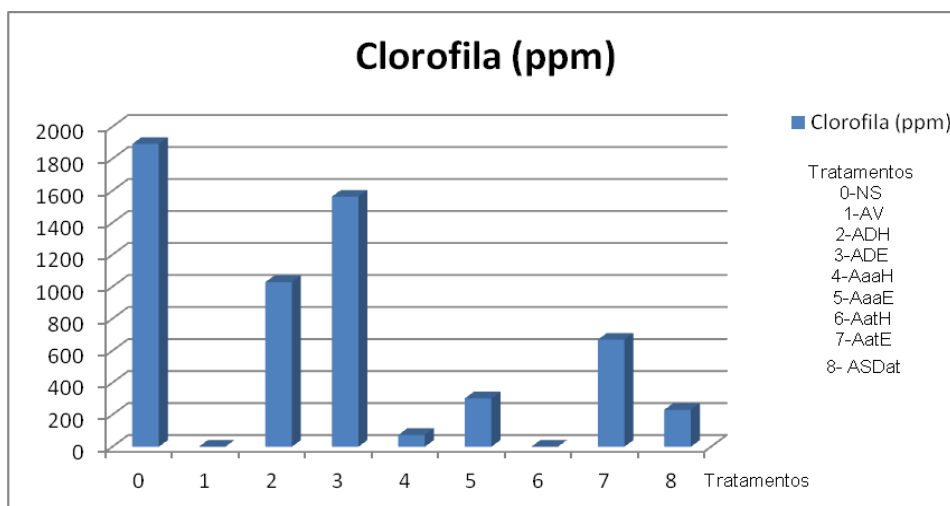


Figura 5: Concentração (ppm) de clorofila nos óleos branqueados com as argilas tratadas

Pode-se observar que o óleo neutro seco (NS), que não sofreu tratamento de branqueamento (tratamento 0) e utilizado também como base de comparação quanto à eficiência das argilas, apresentou resultado de clorofila elevado (1900 ppm). Este óleo é proveniente do processo de neutralização no qual ainda encontra-se presente muitos pigmentos como clorofilas, xantofilas e carotenóides que além de conferir cor pode comprometer a qualidade do óleo se não removido em processos posteriores.

A argila virgem (AV) também foi utilizada como base comparativa, como um branco, com as demais argilas que sofreram e as que não sofreram ativação. Após o óleo (NS) ser branqueado com a argila virgem sua clorofila passou de 1900 ppm para 0 ppm. Geralmente, quando se utiliza argila virgem na quantidade e tempo de contato adequado seu resultado de clorofila deve-se apresentar-se entre 0 e 100 ppm (BRASIL, 2006), então os tratamentos subsequentes devem ficar entre esses parâmetros.

As argilas que não sofreram ativação, aquelas que foram somente desengorduradas com hexano (ADH) e etanol (ADE), tiveram valores elevados

de clorofila com 1028 ppm para (ADH) e 1592 ppm para (ADE). A ausência dos tratamentos de ativação na argila desengordura mostrou que, apenas a remoção dos lipídios não foi eficiente para o processo de branqueamento do óleo neutro seco, ou seja, o óleo não pode ser considerado clarificado ou branqueado com esses elevados teores de clorofila.

O branqueamento dos óleos realizados com a argila ativada com ácido (AaaH) e ativação térmica (AatH) utilizando o hexano como extrator lipídico, tiveram valores satisfatórios de clorofila ficando a (AaaH) com 70 ppm e a (AatH) com 0 ppm, tão eficiente quando a argila virgem (AV). Apesar da argila utilizando hexano apresentar ineficiência na extração lipídica se comparado ao etanol, este fator não influenciou no resultado do processo de branqueamento do óleo, provando que as características físicas da argila não foram alteradas.

Nos tratamentos onde a argila foi tratada separadamente com ácido e termicamente utilizando etanol como solvente de extração lipídica (AaaE) e (AatE), respectivamente, tiveram seus valores de clorofila de 302 ppm para tratamento (AaaE) e 669 ppm para o tratamento (AatE). Os valores se encontram bem acima do óleo branqueado com a (AV) (padrão), mostrando que, apesar da extração com etanol ter sido tão eficiente, no processo de clarificação a eficiência não se repetiu. Isso mostrou que não houve relação entre o processo de extração lipídica da argila com etanol e o de clarificação do óleo. Os resultados elevados de clorofila nas amostras testadas sugere que o processo de clarificação do óleo usando (AaaE) e (AatE) houve alterações na estrutura da argila e diminuindo o seu poder de adsorção.

Já o tratamento de (ASDat) onde a argila não foi desengordurada, no entanto realizou-se o seu tratamento térmico, teve resultado de clorofila de 240 ppm. A calcinação da argila sem desengordurar pode ter removido não somente a matéria lipídica mais também outros componentes presentes na mesma.

Na clarificação do óleo (NS), utilizando todos os tipos de tratamentos a quantidade de argila, tempo e temperaturas do branqueamento foram as mesmas durante o processo.

Com exceção dos tratamentos AaaH e AatH, os demais obtiveram resultados elevados de clorofila. Esses valores elevados de clorofila poderiam ser reduzidos se a dosagem de argila utilizada no branqueamento fosse maior,

ou se o óleo permanecesse mais tempo em contato com as mesmas. Industrialmente valores acima de 100 ppm de clorofila ainda são aceitáveis, mais com certa cautela, em certos casos a coloração do óleo pode ser corrigida no processo posterior, o que não ocorre se a quantidade de clorofila estiver muito elevada.

5.3. Análise Colorimétrica

A análise colorimétrica em óleo branqueado está bem relacionada com a análise de clorofila, se uma análise demonstrar grandes alterações é provável que se constate a mesma característica na outra análise. A Tabela 2 apresenta alguns resultados de cor tanto no óleo neutro seco como o óleo branqueado com argilas tratadas os resultados são expressos em unidades de cor amarela, vermelhas e azuis medidas na escala Lovibond.

Tabela 2: Coloração dos óleos, divididos em unidades de amarelo, vermelho e azul.

Tratamentos	Coloração Unidade amarela	Coloração Unidade vermelha	Coloração Unidade azul
NS (0)	72,000 ^a ± 0,000	3,066 ^c ± 0,115	0,000 ^b ± 0,000
AV (1)	70,000 ^b ± 0,000	2,366 ^c ± 0,057	0,000 ^b ± 0,000
ADH (2)	70,000 ^b ± 0,000	3,733 ^b ± 0,057	0,000 ^b ± 0,000
ADE (3)	70,000 ^b ± 0,000	5,066 ^a ± 0,057	0,000 ^b ± 0,000
AaaH (4)	70,000 ^b ± 0,000	4,933 ^a ± 0,152	0,000 ^b ± 0,000
AaaE (5)	70,000 ^b ± 0,000	3,966 ^b ± 0,152	0,000 ^b ± 0,000
AatH (6)	70,000 ^b ± 0,000	4,933 ^a ± 0,152	0,000 ^b ± 0,000
AatE (7)	70,000 ^b ± 0,000	3,766 ^b ± 0,152	0,000 ^b ± 0,000
ASDat (8)	70,000 ^b ± 0,000	2,466 ^c ± 0,057	0,000 ^b ± 0,000

- Médias seguidas por letras iguais em cada coluna, não diferem entre si pelo teste de Tukey ($p < 0,05$). - Os resultados expressos na tabela são referentes às médias das análises e o respectivo desvio padrão de cada uma delas.

Verifica-se na Tabela 2 que nas unidades de cor amarela, apenas no tratamento 0 (NS) houve diferença significativa dos demais, este apresentou cor 72,000 enquanto a (AV) e os outros tratamento obtiveram coloração 70,000 para esta unidade. Quando o óleo apresenta altas taxas de unidades de amarelo indica uma coloração mais escura ou quantidade elevada de

xantofilas. Para óleos do tipo neutro seco e branqueado esta unidade deve ser de 50,000 segundo o BRASIL (2006).

Para as unidades de vermelho o tratamento (NS) e (AV) não se diferiu do tratamento (ASDat), o mesmo aconteceu no tratamento (ADH) em relação aos tratamentos (AaaE) e (AatE), os tratamentos (AaaH) e (AatH) não houve diferença significativa entre as amostras ao nível de 5% de significância. Os resultados de três leituras de cada óleo também não teve grande variação entre um resultado e outro, podendo notar-se pelo desvio padrão de cada teste que se manteve estável.

Observa-se que o tratamento (ASDat), apresentou valor de unidade de vermelho tão baixo quanto ao óleo branqueado com argila virgem (AV). Segundo Foletto (2001), como a argila não passou por tratamento de remoção lipídica, e sim por tratamento térmico, pode ter ocorrido uma melhor remoção da fração lipídica da argila não se constatando nos demais tratamentos. A argila inicialmente desengordurada e depois tratada pode apresentar óleo residual e/ou impurezas adsorvidas nos poros como fosfolipídios, sabões e traços de metais, sendo a provável causa do baixo grau de clarificação observada.

As unidades em vermelho significa que o óleo está em uma coloração mais acentuada de vermelho ou com presença elevada de carotenoides, tendo grande influência na coloração final do óleo. De acordo o BRASIL (2006), óleos do tipo neutralizado seco e branqueado deve apresentar no máximo 5,000 unidades de vermelho, dentre os tratamentos apenas no (ADH) teve um valor um pouco acima 5,066 unidades. Valores acima deste padrão podem resultar em óleos mais escuros no processo final, tendo em vista que última etapa tem a função de desodorizar o óleo e não corrigir falhas de processos anteriores.

A coloração em unidades de azul não teve diferença significativa entre nenhuma das amostras, já que todos apresentaram ausência desta coloração. A unidade em azul significa que o óleo apresenta uma coloração esverdeada, este fato se dá por óleos com elevada taxa de clorofila sendo aqueles produzidos principalmente com soja verde.

5.4. Determinações de acidez

A Tabela 3 mostra os resultados da porcentagem da acidez em ácido oleico, nos óleos branqueados por meio das argilas tratadas.

Tabela 3: Determinação de acidez dos óleos branqueados com as argilas tratadas

Tratamentos	Acidez (% ácido oleico)
NS (0)	0,098 ^{bc} ± 0,012
AV (1)	0,116 ^{bcd} ± 0,005
ADH (2)	0,120 ^{bcd} ± 0,010
ADE (3)	0,133 ^{acd} ± 0,020
AaaH (4)	0,143 ^{ad} ± 0,015
AaaE (5)	0,156 ^a ± 0,005
AatH (6)	0,116 ^{bcd} ± 0,005
AatE (7)	0,106 ^{bc} ± 0,015
ASDat (8)	0,095 ^{bc} ± 0,006

-Médias seguidas por letras iguais, não diferem entre si pelo teste de Tukey ($p < 0,05$).

-Os resultados expressos na tabela são referentes às médias das análises e o respectivo desvio padrão de cada uma delas.

Os resultados de acidez variaram de 0,095% e 0,156% de ácido oleico, o óleo padrão (NS) não apresentou diferença significativa com outros tratamentos como o (AV), (ADH), (ADE), (AatH), (AatE) e (ASDat). O resultado mais distante foi o tratamento AaaE com acidez 0,156 % mais este não diferiu estatisticamente ($p < 0,05$) de tratamentos como o AaaH e AaaE. Pode verificar-se que a maioria dos resultados apesar da pouca diferença foi superior ao óleo neutro seco, com destaque aos tratamentos que sofreram ativação ácida. Como a argila não passou por neutralização após este processo pode ter ficado resquícios de ácido, aumentando a acidez da argila e conseqüentemente o óleo que foi branqueado posteriormente, influenciando assim no resultado final.

Segundo a ANVISA (1999), a porcentagem em ácido oleico permitido em óleo neutralizado e seco é de 0,5 % e para óleo branqueado é de 0,2 %, então todos os resultados se encontram dentro dos padrões de acordo com a legislação vigente.

5.5. Determinação de sabões

Apenas o óleo neutro seco apresentou sabões, os demais óleos branqueados com as argilas tratadas apresentaram ausência de sabões como mostra a Tabela 4.

Tabela 4: Concentração de sabões (ppm) nos óleos branqueados com as argilas tratadas

Amostras	Sabões (ppm)
NS (0)	69,336 ^a ± 0,418
AV (1)	0,000 ^b ± 0,000
ADH (2)	0,000 ^b ± 0,000
ADE (3)	0,000 ^b ± 0,000
AaaH (4)	0,000 ^b ± 0,000
AaaE (5)	0,000 ^b ± 0,000
AatH (6)	0,000 ^b ± 0,000
AatE (7)	0,000 ^b ± 0,000
ASDat (8)	0,000 ^b ± 0,000

-Médias seguidas por letras iguais, não diferem entre si pelo teste de Tukey ($p < 0,05$).

-Os resultados expressos na tabela são referentes às médias das análises e o respectivo desvio padrão de cada uma delas.

A análise de sabões tem como objetivo, verificar a quantidade de oleato de sódio, produzido durante a neutralização dos ácidos graxos livres. Esta análise é realizada em todas as etapas subsequentes a neutralização. Segundo Germano, Germano, (2008) no final da neutralização que dá origem ao óleo neutro seco e na etapa de branqueamento não deve apresentar presença de sabões.

O óleo neutro seco apresentou resultado de 69,336 ppm de sabões, este fato se deve pela ineficiência da lavagem do óleo no processo de neutralização para remover o hidróxido de sódio. Pode-se notar que após os óleos passarem pelo branqueamento apresentaram ausência de sabões, então as argilas foram capazes de reter essa substância evitando que se prolongasse para o processamento final do óleo.

Segundo Moretto e Fett (1998), o processo de branqueamento além de clarificar o óleo permite também corrigir eventuais falhas no processo de tratamento anterior como: preparação das oleaginosas, extração do óleo, degomagem, neutralização e lavagem, e facilitando a desodorização do produto final.

5.6. Determinação de Umidade

Verificam-se na Tabela 5 as percentagens de umidade dos óleos analisados, onde no tratamento (NS), obteve resultado de 0,662%, diferente dos demais ao nível de 5% de significância, Já outros tratamentos como (ADH) e (AaaH) não se diferiram, os tratamentos (ADE) e (AaaE) também não tiveram diferença entre si, ao mesmo tempo o tratamento (ADE) não teve diferença com o tratamento (AatE). O Tratamento (AV) não teve diferença significativa com o tratamento (ASDat) este ultimo não se diferiu ao mesmo tempo dos tratamentos (ADH) e (AaaH).

Tabela 5: Teor de umidade nos óleos branqueados com as argilas tratadas

Tratamentos	Umidades (%)
NS (0)	0,662 ^a ± 0,014
AV (1)	0,247 ^b ± 0,000
ADH (2)	0,143 ^{cd} ± 0,009
ADE (3)	0,099 ^{de} ± 0,009
AaaH (4)	0,140 ^{cd} ± 0,023
AaaE (5)	0,102 ^{de} ± 0,004
AatH (6)	0,078 ^{ef} ± 0,024
AatE (7)	0,042 ^f ± 0,016
ASDat (8)	0,190 ^{bc} ± 0,012

-Médias seguidas por letras iguais, não diferem entre si pelo teste de Tukey ($p < 0,05$).

- Os resultados expressos na tabela são referentes às médias das análises e o respectivo desvio padrão de cada uma delas.

Com os testes pode perceber que o óleo apenas neutralizado e seco apresentou umidade superior aos demais, o que justificaria seria a etapa de secagem que este óleo passa no final do processo de neutralização que não foi eficiente. A argila virgem também apresentou valores um pouco elevados de umidade 0,2475%, que mostra que esta argila pode ter adquirido umidade durante o armazenamento, e juntamente com a umidade elevada do NS não foram possíveis eliminá-la em maior quantidade nessa etapa.

Já os outros tratamentos pelo fato de terem passado por algumas etapas de secagem durante o processo pode ter influenciado no resultado final, principalmente as amostras (AatH) 0,078% de umidade e (AatE) 0,042% que apresentaram resultados mínimos de umidade, estas sofreram calcinação em elevadas temperaturas. Está hipótese não se aplica a (ASDat) que também passou por calcinação mais teve resultado de 0,190% de umidade, como a argila ficou armazenada por alguns dias antes do branqueamento esta pode ter adquirido umidade durante este período.

6. CONCLUSÃO

Com a pesquisa pode-se verificar que a argila tratada anteriormente com etanol para extração lipídica apresentou valores satisfatórios neste quesito, mais isto não foi suficiente para apresentar também bons resultados nos tratamentos posteriores como na ativação, dando resultados elevados principalmente de clorofila, análise indispensável realizada na etapa de branqueamento do óleo. Já a extração lipídica com hexano não foi tão satisfatória como encontrado na literatura, mas os tratamentos seguintes apresentaram bons resultados, a clorofila, por exemplo, foi próxima da obtida de óleos branqueados com a argila virgem considerada padrão.

Outros testes complementares como colorimétrico, determinação de acidez e umidade não apresentaram grandes variações, muitos de seus resultados não diferiram estatisticamente. No teste de sabões, inicialmente havia a confirmação da presença no óleo neutro seco, após o branqueamento todos os tratamentos apresentaram ausência, mostrando a eficiência da característica filtrante da argila para certos componentes.

A recuperação de argila clarificante, utilizada no processamento de branqueamento do óleo vegetal apresenta-se viável, tendo em vista fatores como: custo elevado; uso de grande quantidade, e despesas industriais na contratação de empresas terceirizadas para encaminhá-las para aterros industriais. Com isso a recuperação da argila poderia diminuir custos no processo industrial e aumentar o lucro, já que o óleo extraído da torta retornaria ao processo, e a argila poderia ser recuperada e reutilizada na etapa que a originou. Como as indústrias já utilizam o hexano como solvente para a extração lipídica, teria que fazer apenas algumas adaptações para a recuperação deste material, que tecnicamente é fácil, rápido e de baixo custo.

7. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ANVISA - Agência Nacional de Vigilância Sanitária. **Regulamento técnico para fixação de identidade e qualidade de óleos e gorduras vegetais.** Resolução nº 482, de 23 de setembro de 1999. Disponível em: http://portal.anvisa.gov.br/wps/wcm/connect/a2190900474588939242d63fbc4c6735/RDC_482_1999.pdf?MOD=AJPERES. Acesso em 23 dez. 2013

AMARAL. L; JAIGOBIND. S. J. **Dossiê técnico- óleo de soja.** Curitiba PR, 2006.

AMERICAN OIL CHEMISTS' SOCIETY. **Official methods and recommended practices of the American Oil Chemists' Society.** 4th ed. Champaign, USA. A.O.C.S., 2003.

BRASIL. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. **Regulamento Técnico de Identidade e Qualidade dos Óleos Vegetais Refinados.** Instrução Normativa nº 49, de 22 de dezembro de 2006.

BOBBIO, A. P; BOBBIO, O. F. **Introdução à química de alimentos.** 3. Ed. São Paulo: Editora Varela, 2003.

CARRERA. M. M. A. **Argilas Bentoníticas da península de Santa Elena, Equador: pilarização, ativação ácida e seu uso como descolorante de óleo de soja.** Ouro Preto MG. 2008. Disponível em: <http://www.scielo.br/pdf/qn/v32n9/v32n9a09.pdf> Acesso em: 23 dez. 2013.

COSTA. F, M. **Biologia Celular e Tecidual.** Universidade castelo Branco, Rio de Janeiro, RJ. 2010.

EMBRAPA. **Tecnologia para produção do óleo de soja.** Londrina, PR. 2001.

FARIA. A, A; LEMES, M. I. G.; IONASHIRO, M. **Estudo da Estabilidade Térmica de Óleos e Gorduras Vegetais por TG/DTG e DTA.** Quím, São Paulo, 2002.

FREITA. M, G, N; ALVES. L, S; MELEIR., C, H, A; MENDES. M, F; MELEIRO. L, A, C. Desenvolvimento de um Processo Contínuo para Clarificação de Óleo de Milho em Coluna de Leito Fixo. **Revista Ciências exatas.** Rio de Janeiro, 2013.

FOLETTTO. E, L; ALVES. C, C, A; PORTO. L, M. **Regeneração de Argila Comercial Utilizada na Indústria de Óleos Vegetais e sua Reutilização na Clarificação de Óleo de soja.** Florianópolis- SC. 2001.

GAROFALO. N, M. **Regeneração de argilas clarificantes da Indústria de refino de óleos vegetais.** Florianópolis, SC. 2011.

GERMANO, P. M. L; GERMANO, M. I. S. **Higiene e vigilância Sanitária de Alimentos.** 3º ed. São Paulo: Manole, 2008. 986p.

INSTITUTO ADOLFO LUTZ. **Normas Analíticas do Instituto Adolfo Lutz: métodos químicos e físicos para análise de alimentos.** 3 ed., São Paulo, 2005.

JUNIOR. S. B. G. **Avaliação técnica e econômica da aplicação de óleo vegetal de crambe como isolante elétrico em comparação com óleo de soja.** Curitiba PR, 2010.

LIMA. S. N. **Recuperação de Rejeitos da Clarificação de Óleos Vegetais por dessorção/extração.** Recife PE. 2003.

LOPES. K. S. **Avaliação da Etapa de Clarificação do Óleo de Soja Através de Planejamento Composto Central e Investigação do Potencial de Melhoria Energética no Processamento da Soja.** Dissertação de mestrado UFPR. Curitiba Pr. 2008. Disponível em: <http://www.pipe.ufpr.br/portal/defesas/dissertacao/139.pdf>. Acesso em: 02 fev. 2014.

MARTINS. P. C. M. **Participação da Clorofila e Betaláina utilizando Sistemas Aquosos Bifásicos.** Viçosa MG. 2012.

MARIOTTO. V. Clarificação de Gordura vegetal e Animal. **Revista Graxaria Brasileira.** São Paulo SP. 2013.

MORETTO. E; FETT, R. **Tecnologia de Óleos e Gorduras Vegetais.** São Paulo: Varela, 1998.

PAIVA. F. F. **Análises físico-químicas do Farelo de Arroz e de seus Subprodutos.** Pelotas RS. 2008.

PARAISO. R, P. **Modelagem e análise do processo de obtenção do óleo de soja.** Campinas, SP. 2001.

PEREIRA. P, A, P; ANDRADE. J, B **Reatividade do metanol e etanol na atmosfera.** Salvador Bahia, 1997.

SILVA. C. **Conferência Xantofilas.** UEM. Maringá, PR. 2011.

SCHOEFS B. Chlorophyll and carotenoid analysis in food products. Properties of the pigments and methods of analysis. **Trends in Food Science & Technology**. 2002.

SOUZA. S. P. **Ciência e Tecnologia de Argilas**, 2a ed., Edgar Blücher: São Paulo, 1992.

SOUZA. D. D. C. **Regeneração Térmica de Argilas Comerciais para Reutilização na Clarificação de Óleo de Soja**. Florianópolis SC. 2002.

VICALI. O. S. J. **Qualidade de óleo de soja refinado embalado em PET (Polietileno Tereftalato) armazenado na presença e ausência de luz**. Campo Grande MS. 2013.