

## Introdução

O óleo de palma bruto é a fonte mais rica da natureza em carotenóides (pro vitamina A) com concentrações de 500-1000ppm. Os carotenóides possuem propriedades anticancerígenas e antioxidantes. Este projeto visa à preparação do óleo de palma para posterior obtenção do beta caroteno (principal carotenóide presente no óleo) através da destilação molecular. A preparação do óleo possui duas etapas consecutivas, a primeira é a neutralização do óleo, pois o mesmo possui alguns ácidos graxos livres como o palmítico e o oléico, e a segunda etapa é a de transesterificação do óleo, necessária para transformar os glicerídeos presentes no óleo em componentes de menor peso molecular (os ésteres). Ambas as etapas serão apresentadas a seguir.

## Desenvolvimento e resultados

### 1. Etapa de Neutralização

Na Figura 1 estão representadas as etapas do processo de neutralização do óleo de palma bruto. Para definir as melhores condições de realização desta etapa foi realizado um planejamento experimental com 17 ensaios variando as condições temperatura, tempo de reação e quantidade de hidróxido de sódio, conforme apresentado na Tabela 1. Na Tabela 2 é mostrada a análise dos resultados obtidos, através do programa "Statística 7.0". Através da análise de superfície de resposta, foi possível otimizar o processo.

Através da análise de superfície de resposta, foi possível otimizar o processo.



Figura 1: Processo de Neutralização do óleo de Palma Bruto.

Tabela 1. Níveis das Variáveis do Planejamento Experimental

Variáveis	-1,68	-1	0	1	1,68
Porcentagem de NaOH*	66%	100%	150%	200%	234%
Temperatura (°C)	43,2	50	60	70	76,8
Tempo (min)	6,6	10	15	20	23,4

\*percentagem relativa à estequiometria da reação

Tabela 2. Efeito das variáveis estudadas para resposta: Beta-caroteno perdido

Fator	Efeito	Erro Puro	t(2)	p
Média	168,5322*	3,8759*	43,4817*	0,0005*
(1)T (L)	23,8693*	3,6425*	6,5531*	0,0225*
T (Q)	-57,8579*	4,0128*	-14,4182*	0,0048*
(2)NAOH(L)	10,0821	3,6425	2,7679	0,1095
NAOH(Q)	-38,9439	4,0128*	-9,7048	0,0105*
(3)TR (L)	34,2815	3,6425*	9,4116	0,0111*
TR (Q)	-1,1580	4,0128	-0,2886	0,8001
1L by 2L	8,0551	4,7570	1,6933	0,2325
1L by 3L	19,1544*	4,7570*	4,0265*	0,0565*
2L by 3L	16,7842*	4,7570*	3,5283*	0,0718*

Unregistered version, please register. www.word-pdf-convert.com

\*Significância de 90%

Sendo assim, com a análise dos dados apresentados anteriormente, e levando em conta economia "versus" qualidade, concluiu-se que a quantidade de hidróxido de sódio deve ser de 50% de excesso, a temperatura no ponto axial inferior (43,2°C) e o tempo de reação de 15 minutos. Nestas condições é possível obter um óleo com acidez menor que 0,3% sem perdas significativas de beta caroteno.

### 2. Etapa de Transesterificação

Na figura 2 estão representadas as etapas do processo de transesterificação do óleo de palma bruto. Para definir as melhores condições experimentais para essa etapa, procede-se da mesma forma que a etapa anterior. Foi realizado um planejamento experimental com 17 ensaios variando a temperatura, a proporção de álcool e o tempo de reação, conforme Tabela 3. Na Tabela 4 é apresentada a Matriz do planejamento executado. A concentração de beta-caroteno aumenta devido à retirada da glicerina.

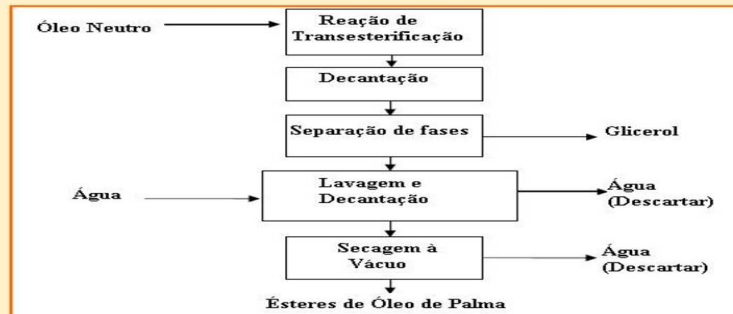


Figura 2: Processo de Transesterificação do Óleo de Palma Neutro.

Tabela 4. Variáveis do Planejamento Experimental

Variáveis	-1,68	-1	0	1	1,68
Álcool	1:4,64*	1:6*	1:8*	1:10*	1:11,36*
Temperatura	43,2	50	60	70	76,8
t <sub>R</sub>	6,6	10	15	20	23,4

\*Relação óleo:álcool.

Após a realização de cada experimento, o óleo resultante foi analisado através de análise UV, realizada de acordo com o método PORIM ("Palm Oil Research Institute of Malaysia"-RO-10 REF 020R). Os dados obtidos através dessa análise foram então analisados novamente através do programa "Statística 7.0" e estão apresentados na tabela a seguir.

Tabela 3. Efeito das variáveis estudadas para resposta: % do aumento da concentração de beta-caroteno.

Fator	Efeito	Erro Puro	t(2)	p
Média	6,3933*	0,5895	10,8444	0,0084
(1)Álcool (L)	1,3878	0,5540	2,5049	0,1292
Álcool (Q)	-0,0269	0,6104	-0,0440	0,9689
(2)t <sub>R</sub> (L)	-0,3743	0,5540	-0,6757	0,5689
t <sub>R</sub> (Q)	-2,4238*	0,6104	-3,9710	0,0580
(3)Temperatura(L)	-2,3950*	0,5540	-4,3227	0,0496
Temperatura (Q)	-4,0608*	0,6104	-6,6530	0,0219
1L by 2L	-0,2700	0,7236	-0,3732	0,7449
1L by 3L	-2,8600*	0,7236	-3,9526	0,0585
2L by 3L	1,7600	0,7236	2,4324	0,1355

\*Efeitos estatisticamente significativos para um nível de confiança de 90%.



Figura 3: Secagem a vácuo do Óleo transesterificado.



Figura 4: Óleo centrifugado: Separação óleo-sabão.

Através dos dados expostos acima, concluiu-se que para o planejamento experimental da transesterificação a variável álcool não produz efeito significativo para o nível de confiança estudado levando em conta a % de aumento na concentração de beta caroteno. Constatou-se que para obter um aumento na concentração de beta caroteno acima de 8% é necessário um tempo de reação inferior a 17 minutos e uma quantidade de álcool superior a relação óleo /álcool 1:10. Para ocorrer um % de aumento de concentração de beta caroteno acima de 8%, é necessário trabalhar com temperaturas menores que 50 graus Celsius.

## Conclusão

A metodologia apresentada mostra as principais etapas para um bom desempenho do trabalho experimental. Ficou evidente que, para os processos aqui estudados, um pré-tratamento da matéria-prima é fundamental para obter um bom desempenho da destilação molecular. A otimização do processo de neutralização do óleo de palma foi realizado, bem como a otimização do processo de transesterificação do mesmo óleo. Através do planejamento experimental e da análise de superfície de resposta foi possível determinar as variáveis de operação que mais influenciam os processos de preparação do óleo, bem como determinar os valores ótimos para todas as variáveis estudadas. Para neutralização do óleo de palma, levando em conta a perda de beta caroteno e valor da acidez o ideal para qualidade "versus" custo, é trabalhar com temperatura de 43,2 graus Celsius, tempo de reação de 15 minutos e um excesso estequiométrico de 50% de hidróxido de sódio. Para obtenção de um processo otimizado no processo de transesterificação tanto para o % de aumento na concentração de beta caroteno e formação de glicerina/glicerol o ideal é trabalhar com as seguintes variáveis de operação: temperatura de reação de 50 graus Celsius, proporção de óleo/álcool superior 1:9 e tempo de reação máximo de 15 minutos.

## Referências Bibliográficas

- BATISTELLA, C.B. E MACIEL, M.R.W., 1996a, "Modeling, Simulation and Analysis of Molecular Distillators: Centrifugal and Falling Film". *Computers Chemical Engineering*, 20, Suppl., pp. S19-S24.  
BATISTELLA, C.B. E MACIEL, M.R.W., 1996d, "Comparison Between Falling Film and Centrifugal Molecular Distillators for Separation of Fine Chemicals". *3er Congreso Interamericano de Computacion Aplicada a la Industria de Procesos, CAIP'96, Cordoba, 12-15 Novembro, Argentina*.  
BATISTELLA, C.B.; MORAES, E.B. E MACIEL, M.R.W., 1999, "Comparing Centrifugal and Falling Film Molecular Stills using Reflux and Cascade for Fine Chemical Separations", *Comput. Chem. Eng. Supplem.*, S767-S770.

## Contatos

Rubens Maciel Filho: maciel@feq.unicamp.br  
Edinara Adelaide Boss: boss@feq.unicamp.br  
Jaqueline Ferreira: jaque\_pferreira@hotmail.com