

UNIVERSIDADE TECNOLÓGICA FEDERAL DO PARANÁ  
CURSO SUPERIOR DE TECNOLOGIA EM ALIMENTOS

THAIS FASCINA SILVA

**ADAPTAÇÃO DA METODOLOGIA DE EXTRAÇÃO LIPÍDICA POR  
EXTRATOR SOXHLET PELO EQUIPAMENTO SOXTEC™ 2055 EM PRODUTOS  
DE SOJA**

TRABALHO DE CONCLUSÃO DE CURSO

LONDRINA  
2018

THAIS FASCINA SILVA

**ADAPTAÇÃO DA METODOLOGIA DE EXTRAÇÃO LIPÍDICA POR  
EXTRATOR SOXHLET PELO EQUIPAMENTO SOXTEC™ 2055 EM PRODUTOS  
DE SOJA**

Trabalho de Conclusão de Curso de graduação, apresentado à disciplina Trabalho de Conclusão de Curso 2 do curso superior de Tecnologia em Alimentos, da Universidade Tecnológica Federal do Paraná – UTFPR, Câmpus Londrina, como requisito parcial para obtenção do título de Tecnóloga em Alimentos.

Orientadora: Profa. Dra. Neusa Fátima Seibel

LONDRINA  
2018

## **TERMO DE APROVAÇÃO**

### **ADAPTAÇÃO DA METODOLOGIA DE EXTRAÇÃO LIPÍDICA POR EXTRATOR SOXHLET PELO EQUIPAMENTO SOXTEC™ 2055 EM PRODUTOS DE SOJA**

THAIS FASCINA SILVA

Este Trabalho de Conclusão de Curso foi apresentado em 27 de novembro de 2018 como requisito parcial para a obtenção do título de Tecnóloga em Alimentos e foi avaliado pelos seguintes professores:

**Profa. Dra. Neusa Fátima Seibel**  
Orientadora

**Profa. Dra. Isabel Craveiro Moreira Andrei**  
Avaliador do trabalho escrito

**Dra. Talita Kato**  
Avaliador do trabalho escrito

**Profa. Dra. Lúcia Felicidade Dias**  
Avaliador da apresentação oral

**Profa. Dra. Marianne Ayumi Shirai**  
Avaliador da apresentação oral

Dedico este trabalho a uma pessoa em particular, por ter me ajudado em todos os momentos de crise e principalmente por não ter me deixado desistir.

## **AGRADECIMENTOS**

Agradeço primeiramente ao grupo PET – Tecnologia em Alimentos, por ter me proporcionado os melhores anos da minha vida acadêmica e me ajudado diretamente para a realização deste trabalho. Fiz amizades que espero levar para toda minha vida ao longo dos três anos e meio que fiz parte do programa.

Agradeço a minha orientadora, Prof<sup>a</sup> Dr<sup>a</sup> Neusa Fátima Seibel, por todo o suporte oferecido para a realização deste trabalho, todo o conhecimento e sabedoria transmitidos por ela durante os anos que trabalhamos juntas.

Agradeço também a minha família, por todo o suporte durante esta jornada.

Por último agradeço ao meu gato, que nos momentos de estresse me fornecia paz e calma com o seu ronronado.

## RESUMO

SILVA, Thais Fascina. **Adaptação da metodologia de extração lipídica por extrator Soxhlet pelo equipamento Soxtec™ 2055 em produtos de soja.** 2018. f. 33. Trabalho de Conclusão de Curso (Tecnologia em Alimentos) - Universidade Tecnológica Federal do Paraná. Londrina, 2018.

Uma das análises realizadas com frequência na área de alimento é para a determinação de lipídios, porém é uma análise que demanda tempo e reagente quando realizada de acordo com a AOAC utilizando o extrator de Soxhlet. O solvente comumente utilizado para esta extração é o éter de petróleo e por apresentar uma baixa temperatura de ebulição e as vidrarias não apresentar um encaixe capaz de vedar corretamente o sistema, durante a análise ocorre a perda de grandes quantidades deste solvente. Uma forma de otimizar tempo e economizar reagentes é utilizar o aparelho Soxtec™2055, ele realiza o mesmo mecanismo da extração na vidraria de Soxhlet, mas por ser um sistema praticamente todo fechado a perda de reagente é muito baixa e o tempo de duração da extração diminui consideravelmente. Foram realizados testes no equipamento em amostras de grão de soja, *okara* extrato de soja e tofu, até encontrar os melhores tempos para as fases de ebulição e refluxo. O tempo mínimo total encontrado para o grão de soja e extrato de soja foi de 90 minutos, para o *okara* foi de uma hora e 40 minutos enquanto para o tofu não foi possível a determinação de um tempo. A recuperação de solvente no equipamento foi consideravelmente maior do que no extrator de Soxhlet. Com todos os testes realizados, avaliando o tempo gasto para a realização da análise o consumo e recuperação de reagente, a análise realizada no equipamento Soxtec™ 2055, mostrou-se mais eficiente e vantajosa do que o conjunto de extrator de Soxhlet.

**Palavras-chave:** Foss Analytical. Éter de petróleo. Extração lipídica. Economia de reagente. Soxhlet.

## ABSTRACT

SILVA, Thais Fascina. **Adaptation of the Soxhlet extractor lipid methodology by Soxtec™ 2055 equipment in soy products**. 2018. f. 33. Trabalho de Conclusão de Curso (Tecnologia em Alimentos) - Federal Technology University - Parana. Londrina, 2018.

One of the frequency analyses in the food area is for determination of lipids, however it is an analysis that requires time and reagents when performed according to the AOAC using the Soxhlet's extractor. Petroleum ether is generally used as a solvent for this extraction, but for having it has a low boiling temperature and glassware do not having a fitting capable to seal the system and during the analysis, big loss of this solvent happens. One way to optimize time and save reagents is to use the Soxtec™ 2055, it performs the same extraction mechanism in Soxhlet's glassware, but because it is a closed system, the reagent loss is very low and the time duration of the extraction decreases considerably. Tests were performed on the equipment in samples of soy bean, okara, soymilk and tofu until founded the best times for the boiling and reflux phases. The minimum time founded for extraction of lipids in soybean and soymilk was 90 minutes, for okara it was one hour and 40 minutes while for tofu it was not possible to determine a time. The recovery of solvent in the equipment was considerably higher than in Soxhlet extractor. With all the tests performed, evaluating the time spent for the analysis and the consumption and recovery of reagent, the analysis performed on the Soxtec™ 2055 proved to be more efficient and advantageous than Soxhlet extractor.

**Keywords:** Foss Analytical. Petroleum ether. Lipids extraction. Reagent economy. Soxhlet.

## LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1 - Obtenção do extrato de soja e <i>okara</i> .....	14
Figura 2 - Obtenção de tofu .....	16
Figura 3 - Aparelho Soxtec™ 2055.....	17
Figura 4 - Painel Soxtec™ 2055 .....	18
Figura 5 - Cadinho de alumínio.....	19
Figura 6 - Dedais de celulose .....	19

## LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Resultados Grão de Soja.....	23
Tabela 2 - Resultados <i>Okara</i> .....	25
Tabela 3 - Resultados Extrato de Soja .....	25
Tabela 4 - Resultados Tofu.....	26
Tabela 5 - Recuperação para amostras de Grão de Soja.....	28
Tabela 6 - Recuperação para amostras de <i>Okara</i> .....	28
Tabela 7 - Recuperação para amostras de Extrato de Soja .....	29
Tabela 8 - Recuperação para amostras de Tofu .....	30



## SUMÁRIO

<b>1 INTRODUÇÃO</b> .....	<b>10</b>
<b>2 OBJETIVOS</b> .....	<b>12</b>
2.1 OBJETIVOS ESPECÍFICOS .....	12
<b>3 QUANTIFICAÇÃO LIPÍDICA DOS GRÃOS DE SOJA E DERIVADOS</b> .....	<b>13</b>
3.1 SOJA .....	13
3.2 EXTRATO DE SOJA .....	14
3.3 OKARA .....	15
3.4 TOFU .....	15
3.5 EQUIPAMENTO SOXTEC™ 2055 .....	17
<b>4 MATERIAIS E MÉTODOS</b> .....	<b>20</b>
4.1 MATERIAL EM ESTUDO .....	20
4.2 MÉTODOS .....	20
4.2.1 Quantificação de lipídios com o conjunto completo de Soxhlet .....	20
4.2.2 Quantificação de lipídios no equipamento Soxtec™ 2055 .....	21
4.3 FÓRMULA PARA DETERMINAÇÃO LIPÍDICA .....	22
4.4 TRATAMENTO DOS DADOS .....	22
<b>5 RESULTADOS E DISCUSSÃO</b> .....	<b>23</b>
5.1 QUANTIFICAÇÃO DOS LIPÍDIOS NO GRÃO DE SOJA .....	23
5.2 QUANTIFICAÇÃO DOS LIPÍDIOS NO OKARA .....	24
5.3 QUANTIFICAÇÃO DOS LIPÍDIOS NO EXTRATO DE SOJA .....	25
5.4 QUANTIFICAÇÃO DE LIPÍDIOS NO TOFU .....	26
5.5 RECUPERAÇÃO DE SOLVENTE .....	27
5.5.1 Recuperação do solvente nas amostras de grão de soja .....	27
5.5.2 Recuperação do solvente nas amostras de Okara .....	28
5.5.3 Recuperação do solvente nas amostras de Extrato de Soja .....	29
<b>6 CONCLUSÃO</b> .....	<b>31</b>
<b>REFERÊNCIAS</b> .....	<b>32</b>

## 1 INTRODUÇÃO

Com o passar dos anos a população vêm preocupando-se mais com a saúde e com isso acabam aderindo hábitos alimentares mais saudáveis, aumentando, assim, a procura por alimentos com melhor qualidade nutricional. Uma forma de saber a qualidade nutricional de um alimento é através da determinação de sua composição proximal, que consiste em umidade, fibras, carboidratos, lipídios, cinzas e proteínas. Com a determinação da composição proximal dos alimentos é possível montar uma tabela nutricional deste produto de forma correta e de fácil compreensão para consumidores, pois deste modo eles saberão o que estão ingerindo e em quais quantidades (TORRES et al., 2000; PHILIPPI, 2014).

Os lipídios possuem papel fundamental na composição dos alimentos possuindo uma alta importância em dietas equilibradas, pois além de proporcionar energia para os seres humanos, em função do seu alto teor calórico, eles apresentam ácidos graxos essenciais, vitaminas lipossolúveis e alguns micronutrientes lipofílicos (BOTHAM, MAYES, 2017). Os lipídios possuem certa heterogeneidade em sua estrutura química, o que acaba dificultando a sua quantificação nos alimentos, por isto é de suma importância a escolha de um método adequado e solventes eficientes que serão capazes de extraí-los completamente do produto e serem quantificados em sua totalidade (GUSSO et al., 2012).

Dentre os vários métodos de extração lipídica a técnica mais utilizada e preconizada pela AOAC é utilizando o extrator de Soxhlet, sendo realizada com o uso de solventes orgânicos onde a quantificação lipídica é realizada através do refluxo deste solvente na amostra alimentícia. O refluxo acontece da seguinte forma: o extrator de Soxhlet com a amostra, colocada dentro de um cartucho de papel filtro, fica acoplado entre o condensador e o balão contendo o solvente, que ao entrar em ebulição, aquecido por uma chapa ou manta de aquecimento, evapora subindo por toda a estrutura da vidraria e é condensado quando entra em contato com o condensador resfriado por circulação de água. O solvente cai sobre a amostra no reservatório do extrator, e ao atingir um determinado volume, o solvente retorna ao balão arrastando os lipídios, e recomeçando outro refluxo (MAX LABOR, 2018). Apesar de ser um dos métodos mais utilizados, acaba sendo muitas vezes desvantajoso devido ao tempo necessário para realizar a análise, podendo levar mais de seis horas dependendo do

tipo de amostra e também devido ao gasto muitas vezes excessivo de solvente devido à perda por evaporação, pois o reagente mais utilizado é o éter de petróleo e este apresenta uma baixa temperatura de ebulição, em torno de 35°C, sendo muito volátil (AOAC, 2016).

Visando a determinação lipídica em alimentos, este trabalho tem como finalidade a adaptação da metodologia de quantificação de lipídios realizada no extrator de Soxhlet para o equipamento Soxtec™ 2055, em produtos de soja, sendo estes: grão, extrato, *okara* e tofu. Objetivando de diminuir o tempo necessário para a realização desta análise, diminuir o gasto de solvente durante a realização da extração lipídica e aumentar a recuperação do solvente gasto durante a análise. Visto que está é uma análise realizada com certa frequência na UTFPR Câmpus Londrina pelos discente e docentes do curso de Tecnologia em Alimentos.

## 2 OBJETIVOS

Adaptar a metodologia realizada em extrator Soxhlet para quantificação de lipídios utilizando o equipamento Soxtec™ 2055 em grãos de soja e seus principais derivados.

### 2.1 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Quantificar os lipídios das amostras pelo extrator de Soxhlet.
- Testar diferentes condições no aparelho Soxtec™ 2055 com o intuito de extrair percentuais lipídicos similares ao extrator de Soxhlet.
- Avaliar e comparar o tempo necessário e a quantidade de reagente gasto nas duas formas de extração de lipídios.
- Calcular a porcentagem recuperada de solvente.

### 3 QUANTIFICAÇÃO LIPÍDICA DOS GRÃOS DE SOJA E DERIVADOS

#### 3.1 SOJA

A soja comumente comercializada (*Glycine max.*(L) Merrill) é uma leguminosa oleaginosa tem como origem o território asiático, sendo cultivada inicialmente pelos chineses há mais de cinco mil anos. Os Estados Unidos, começou a cultivar este grão apenas no início do século XX, e com isso a sua produção cresceu, chegando no Brasil por volta do ano de 1901, e desde então vem sendo a cultura agrícola que mais cresce no território nacional, sendo uma das principais responsáveis pela expansão da fronteira agrícola do país (JOSÉ et al., 2015; SEIBEL, 2018).

O seu grão possui uma alta relevância no mercado devido a sua qualidade nutricional, tendo proteínas de alto valor biológico, além de carboidratos, lipídios (em média 21%), fosfolipídios, vitaminas, fibras, antioxidantes e isoflavonas. Entretanto a sua composição química total pode variar de acordo com inúmeros fatores, como qualidade do solo do plantio, condições climáticas, disponibilidade e qualidade da água, uso ou não de fertilizantes entre outros fatores (JOSÉ et al., 2015; SEIBEL, 2018).

Com o intuito de conciliar uma alimentação e estilo de vida mais saudável, o consumo de produtos à base de soja pela população vêm crescendo, pois estudos mostraram que devido a qualidade nutricional da soja, sua composição química e ações benéficas à saúde do ser humano ela pode ser considerada um alimento funcional, pois auxilia da prevenção de doenças, diminuindo o risco de doenças cardiovasculares, diminuição de sintomas da menopausa, entre outros. No mercado, além do grão de soja, existem diversos produtos oriundos da soja que fornecem todos estes benefícios, como por exemplo o extrato de soja, *okara* e tofu (JOSÉ et al., 2015; SEIBEL, 2018).

### 3.2 EXTRATO DE SOJA

Um dos produtos comercializado no Brasil oriundo da soja é o seu extrato, podendo ser encontrado tanto na sua forma em pó quanto líquida, normalmente combinado com suco de frutas para torná-lo mais atrativo e incentivar o seu consumo, visto que ainda se tem um certo preconceito por parte da população com produtos à base de soja devido ao sabor característico de grão cru proporcionado pelas enzimas lipoxigenase quando os grãos não passam por um tratamento térmico prévio, o que é muito raro atualmente, pois quando os grãos passam por este tratamento o produto final possui uma maior aceitação sensorial (ARDILES et al, 2016).

O processo de obtenção do extrato de soja, conforme demonstrado na Figura 1, consiste em quatro etapas, a primeira é a inativação enzimática ou branqueamento, maceração dos grãos de soja (processo de intumescimento dos grãos de soja, preferencialmente realizado *overnight*), trituração (deve ser realizada com os grãos e a água a 90°C) e por último sua centrifugação (RIBEIRO et al., 2014).

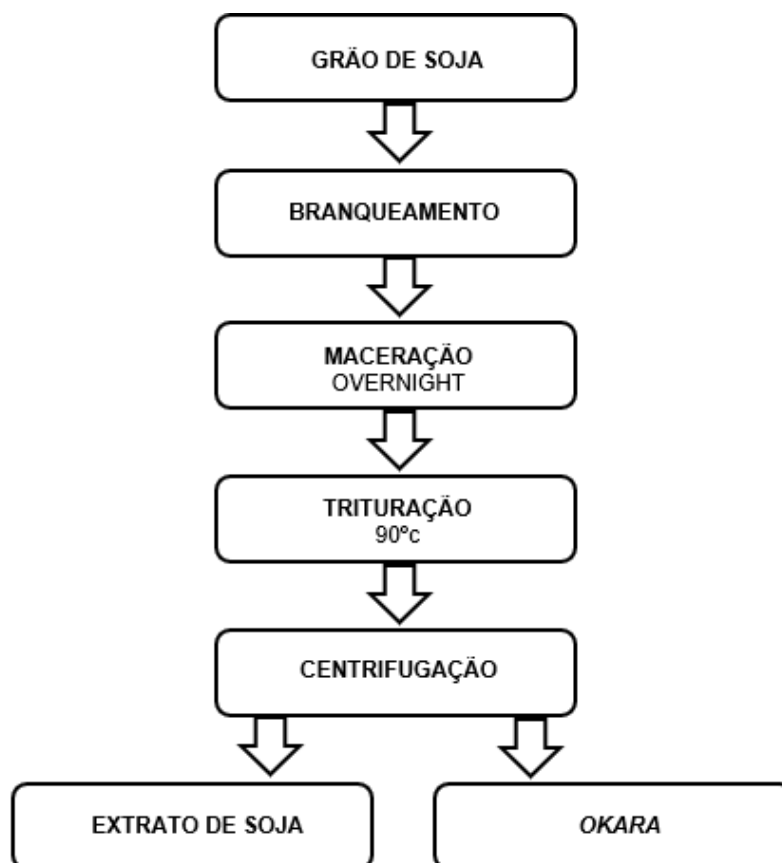


Figura 1 - Obtenção do extrato de soja e *okara*  
Fonte: Seibel (2018).

### 3.3 OKARA

O *okara* é o subproduto obtido durante o processamento do extrato de soja (Figura 1), sendo um produto de alto teor de proteínas, fibras alimentares e minerais, além de baixo teor de carboidratos. Apesar da sua qualidade nutricional a indústria na maioria das vezes considera-o apenas como um resíduo e acaba sendo descartado. No entanto, além de alta qualidade nutricional o *okara* possui um baixo custo e pode ser utilizado, tanto na sua forma úmida quanto na forma de farinha, para acrescentar nutrientes em outros produtos aumentando, assim, o seu valor nutricional. O Japão e a China, por exemplo, utilizam o *okara* em sua alimentação a vários anos, sendo tanto como ingrediente em alguma receita, quanto apenas acrescentado de sal e pimenta (JOSÉ et al., 2015; SILVA et al., 2016; SEIBEL, 2018).

### 3.4 TOFU

O tofu também é um produto oriundo dos grãos de soja, sendo consumido principalmente no oriente e países do sudeste asiático, porém o consumo por parte dos ocidentais vem crescendo devido a sua qualidade nutricional e benefícios proporcionados a saúde. Dependendo da metodologia utilizada para a sua obtenção o tofu pode ser classificado como firme, macio e tipo *silken*, sendo a textura um dos fatores primordiais para a sua aceitação (GONÇALVES et al., 2016; DANIELS; BENASSI; SEIBEL, 2018).

A obtenção do tofu consiste no aquecimento do extrato de soja, coagulação e enformagem, sendo a coagulação o passo de maior cautela, pois nesta etapa há diversas variáveis como a temperatura, tipo de coagulante, forma de agitação e sua velocidade e todas devem ser controladas para se obter o produto com as características desejadas. A qualidade final do produto além de ser influenciada pelas condições da sua obtenção, pode ser influenciada pela cultivar da soja e qualidade do grão. Resumidamente este produto é em um gel obtido através da adição de coagulantes no extrato de soja que acarretam na precipitação das proteínas. Na

Figura 2 é possível observar uma breve descrição do processamento do tofu (GONÇALVES et al., 2016; DANIELS; MANDARINO; SEIBEL, 2018).

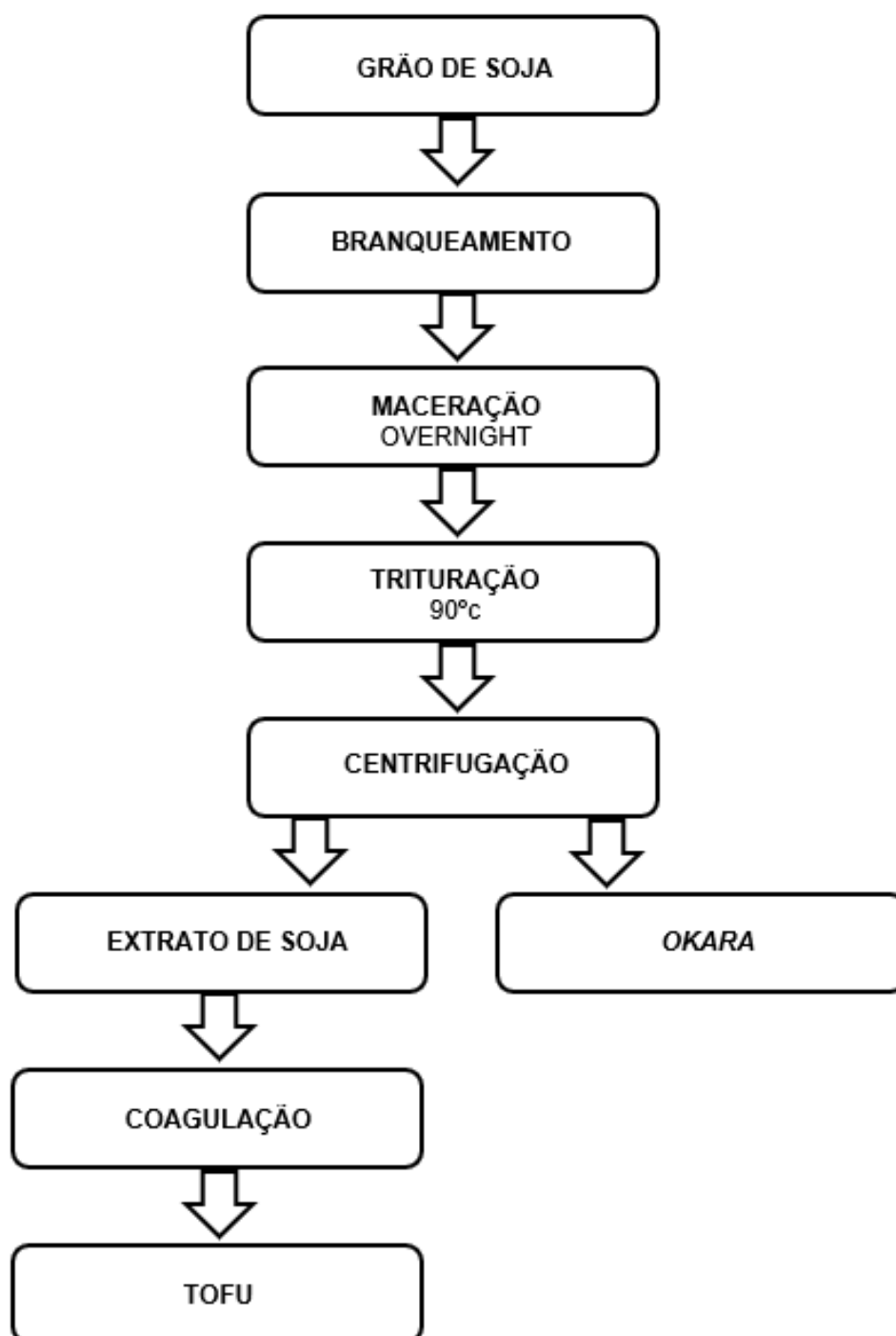


Figura 2 - Obtenção de tofu  
Fonte: Seibel (2018).



### 3.5 EQUIPAMENTO SOXTEC™ 2055

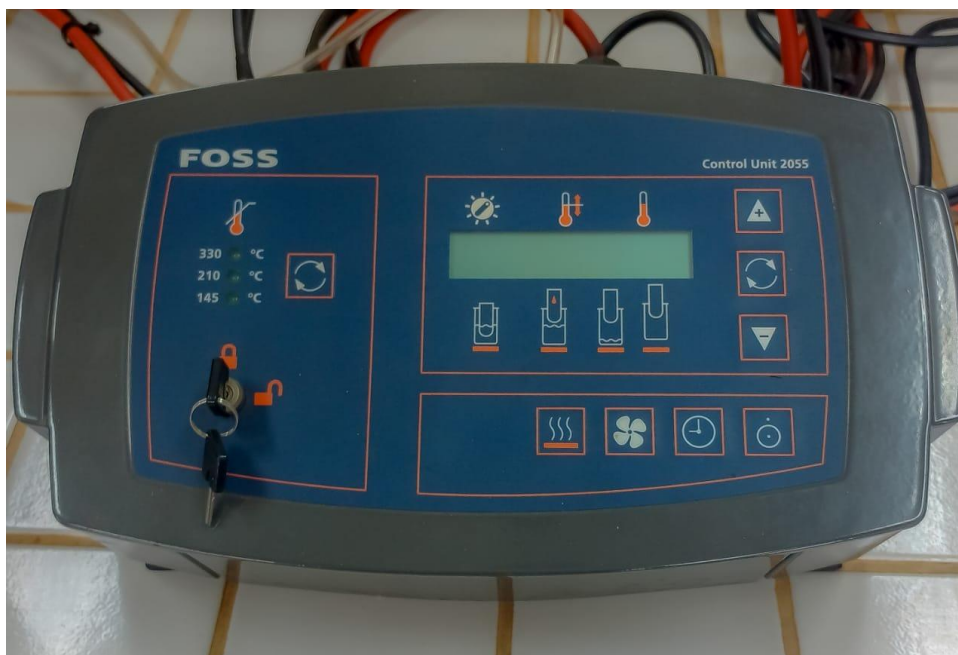
O equipamento de extração lipídica semiautomático Soxtec™ 2055 (Figura 3), possui capacidade para seis amostras simultâneas e foi projetado para dar o máximo de praticidade e segurança para o usuário, pois o contato direto com o solvente extrator é mínimo (PT HAES BROTHERS LABORATORY & SCIENTIFIC INSTRUMENTS, 2018).



**Figura 3 - Aparelho Soxtec™ 2055**  
Fonte: Autoria própria (2018).

A realização da extração de lipídios deste equipamento é reconhecida pela AOAC, e nele é possível programar no seu painel a temperatura que ele irá trabalhar e o tempo de cada fase, sendo elas a de ebulição, refluxo ou lavagem, recuperação

e retirada das amostras (Figura 4). Foi projetado para funcionar com todos os solventes, exceto éter dietílico, devido ao alto risco de explosão. Segundo o fabricante a recuperação do solvente pode chegar em até 80% (FOSS ANALYTICAL, 2009; PT HAES BROTHERS LABORATORY & SCIENTIFIC INSTRUMENTS, 2018).



**Figura 4 - Painel Soxtec™ 2055**  
**Fonte: Autoria própria (2018).**

O princípio da extração de lipídios utilizando o conjunto completo de Soxhlet, se dá pela passagem contínua de um determinado solvente através da amostra. A amostra deve ser seca e triturada previamente para aumentar sua superfície de contato e facilitar a remoção das partículas de lipídios, e pesadas em cartuchos de papel filtro. O balão de fundo chato utilizado para a determinação, deve ser tarado em estufa a 105°C por três horas e pesados. Os cartuchos com a amostra devem ser colocados dentro o extrator e com uma quantidade suficiente de solvente para que ocorra o refluxo. Neste caso a amostra não fica em contato direto com o solvente em ebulição e muitas vezes é necessário repor o solvente durante a análise devido a sua evaporação (AOAC, 2006).

No caso da análise no equipamento Soxtec™ 2055, a amostra deve passar pelo mesmo procedimento citado, o que difere é o uso de cadinhos de alumínio (Figura 5) no lugar dos balões de vidro, que devem ser tarados da mesma forma, e os cartuchos com a amostra são colocados em dedais de celulose (Figura 6) e então

encaixados no equipamento. No caso do equipamento Soxtec™ 2055 não é necessário repor o solvente durante a análise (AOAC, 2006; FOSS ANALYTICAL, 2009).



**Figura 5 - Cadinho de alumínio**  
Fonte: Autoria própria (2018).



**Figura 6 - Dedais de celulose**  
Fonte: Autoria própria (2018).

## 4 MATERIAIS E MÉTODOS

Esta pesquisa possui caráter acadêmico, experimental e quantitativo. Foi desenvolvida nos laboratórios da Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Câmpus Londrina durante o primeiro e segundo semestre de 2018.

### 4.1 MATERIAL EM ESTUDO

Os grãos de soja BRS 232 safra 2015/16 utilizados tanto para as análises quanto para a obtenção do extrato de soja, *okara* e tofu foram doados pela EMBRAPA Soja. O extrato de soja, *okara* e tofu foram produzidos usando as metodologias segundo Seibel (2018) com maceração *overnight* na proporção de 1:6 (soja:água).

### 4.2 MÉTODOS

As metodologias utilizadas neste projeto foram para a quantificação de lipídios utilizando o conjunto completo de Extrator Soxhlet da marca Phox com a bateria de aquecimento da marca Cientec e o equipamento Soxtec™ 2055. Sendo que todas as análises foram realizadas em triplicata. O solvente utilizado para todas as análises foi o éter de petróleo da marca Neon.

#### 4.2.1 Quantificação de lipídios com o conjunto completo de Soxhlet

A quantificação de lipídios dos grãos, extrato de soja, *okara* e tofu foi realizada segundo metodologia da AOAC (2016), onde os balões de fundo chato de 250mL foram tarados previamente em estufa à 105°C por três horas. As amostras do grão de

soja foram moídas, peneiradas em peneira 40 *mesh*, secas previamente e pesou-se duas gramas em cartuchos de papel filtro. O mesmo procedimento foi realizado para as amostras de *okara* e tofu exceto a passagem em peneira.

As amostras do extrato de soja, tiveram que passar por uma hidrólise ácida com ácido clorídrico 3M, onde 10 gramas de extrato de soja foram pesados em balão de fundo chato de 250 mL e adicionados 100 mL da solução do ácido, essas amostras ficaram em ebulição em capela por uma hora. Após esfriamento, as amostras foram filtradas em papel filtro e lavadas com água destilada até a neutralização do pH e o material retido no papel foi seco em estufa a 105°C. O papel filtro com o material retido foi dobrado e inserido dentro de cartuchos também de papel filtro para a extração lipídica.

As amostras de grão de soja, *okara* e tofu ficaram em refluxo no extrator de Soxhlet por seis horas, enquanto as amostras de extrato de soja ficaram em refluxo por oito horas.

#### 4.2.2 Quantificação de lipídios no equipamento Soxtec™2055

O preparo e pesagem das amostras realizadas para a extração no equipamento Soxtec™ 2055 foram exatamente iguais aos preparos para a quantificação no extrator de Soxhlet. O que diferiu nesta quantificação foi o tempo utilizado para a extração lipídica, e no lugar dos balões de fundo chato foram utilizados cadinhos de alumínio pertencentes ao equipamento.

No Soxtec™ 2055, existem quatro etapas, sendo elas a de ebulição, refluxo, recuperação de solvente e retirada das amostras. O tempo utilizado para a recuperação do solvente foi mantido o mesmo durante todo o trabalho, sendo esse de 20 minutos. Enquanto o tempo de ebulição e refluxo foram sendo testados até encontrar as condições adequadas para se obter resultados similares ao da extração no conjunto completo de Soxhlet com um menor tempo. A temperatura de todo o processo permaneceu a mesma durante todo o experimento, sendo de 110°C, pois segundo o fabricante a temperatura máxima do equipamento para éter de petróleo deve ser de 135°C, e como a temperatura possuía algumas oscilações, optou-se pela temperatura de 110°C (FOSS ANALYTICAL, 2009).

### 4.3 FÓRMULA PARA DETERMINAÇÃO LIPÍDICA

As fórmulas utilizadas para calcular a porcentagem de lipídios nas amostras sólidas, tanto no uso do conjunto de Soxhlet quanto no equipamento Soxtec™ 2055 foram, respectivamente (AOAC, 2006):

$$\% \text{ lipídios} = \frac{(\textit{peso bal\~{a}o final} - \textit{peso bal\~{a}o inicial})}{\textit{peso da amostra}}$$

$$\% \text{ lipídios} = \frac{(\textit{peso cadinho final} - \textit{peso cadinho inicial})}{\textit{peso da amostra}}$$

Enquanto as fórmulas utilizadas para o cálculo da porcentagem lipídica do extrato de soja no extrator de Soxhlet e equipamento Soxtec™ 2055, foram respectivamente (AOAC, 2006):

$$\% \text{ lipídios} = \frac{[(\textit{peso bal\~{a}o final} - \textit{peso bal\~{a}o inicial}) \times 10]}{\textit{peso da amostra}}$$

$$\% \text{ lipídios} = \frac{[(\textit{peso cadinho final} - \textit{peso cadinho inicial}) \times 10]}{\textit{peso da amostra}}$$

### 4.4 TRATAMENTO DOS DADOS

Todos os resultados obtidos foram tratados com o software *Statística 13.3.0*, por meio da técnica de análise de variância (ANOVA) e os teste de comparação entre médias de Tukey a 5% de significância.

## 5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Na quantificação de lipídios utilizando o extrato de Soxhlet, que deveria ser uma análise simples porém demorada, observou-se a presença de obstáculos que acabaram tornando-a trabalhosa, como por exemplo, o mau funcionamento da chapa de aquecimento utilizada, e também a perda excessiva de éter de petróleo entre as conexões das vidrarias utilizadas para a análise.

### 5.1 QUANTIFICAÇÃO DOS LIPÍDIOS NO GRÃO DE SOJA

Como os primeiros testes realizados no equipamento Soxtec™ 2055 foram justamente com os grãos de soja e ainda não se sabia ao certo quais parâmetros seriam os ideais para extração lipídica total do grão, realizou-se testes com tempos diferentes da fase de ebulição e refluxo. De acordo com Tabela 1, dois testes foram realizados no extrator de Soxhlet, de acordo com a AOAC (2006), e três testes no equipamento variando os tempos de ebulição e refluxo.

**Tabela 1 - Resultados Grão de Soja**

<b>Método realizado</b>	<b>Lipídios (%)</b>
Extrator de Soxhlet (1º teste, 6 horas de extração)	21,67 ± 0,005 <sup>a</sup>
Extrator de Soxhlet (2º teste, 6 horas de extração)	20,99 ± 0,008 <sup>a</sup>
Soxtec™ 2055 (10 minutos na fase de ebulição e 2 horas na de refluxo)	18,78 ± 0,005 <sup>b</sup>
Soxtec™ 2055 (60 minutos na fase de ebulição e 60 minutos na de refluxo)	20,98 ± 0,004 <sup>a</sup>
Soxtec™ 2055 (50 minutos na fase de ebulição e 20 minutos na de refluxo)	20,32 ± 0,006 <sup>a</sup>

Média em triplicata ± desvio padrão. Médias seguidas de letras iguais, não diferiram entre si pelo teste de Tukey, ( $p \leq 0,05$ ).

**Fonte: Autoria própria (2018).**

Com estes testes, pode-se observar que quanto menor era o tempo de ebulição menor era a quantidade de lipídio extraída. Este acontecimento pode ser justificado decorrente a dois processo que ocorrem durante a extração lipídica, a dissolução e a difusão. A dissolução ocorre de forma rápida, pois consiste na remoção das moléculas de lipídios superficiais, enquanto a difusão é uma etapa mais demorada, pois nela acontece a extração das moléculas de lipídios que estão dentro das células vegetais,

e para isso acontecer o solvente precisa atravessar a parede semipermeável das células (SILVA, 2017). Então, justamente para aumentar o tempo de contato da amostra com o solvente e permitir que acontecesse de forma mais efetiva o processo de difusão, optou-se por aumentar o tempo de ebulição e diminuir o tempo da fase de refluxo.

Os resultados foram avaliados estatisticamente, e pode-se perceber com a Tabela 1 que apenas o teste com duas horas de refluxo diferiu dos outros testes com menor tempo e da análise convencional realizada com o extrator de Soxhlet. Portanto, é possível observar que o menor tempo total possível para conseguir uma extração tão eficaz quanto a convencional, que dura seis horas, foi de 90 minutos, visto que além do tempo de ebulição e refluxo constados na tabela havia 20 minutos para recuperação do solvente utilizado, que foi mantida ao longo de todo o experimento.

Devido a diversos fatores, como condições climáticas, qualidade do solo, genética, cultivar e entre outros, os grãos de soja podem apresentar diferenças em sua composição, assim como em seus produtos derivados. Usualmente os grãos apresentam aproximadamente 21% de lipídios (GONÇALVES et al, 2014).

Segundo Seibel (2018) o grão de soja da Cultivar BRS 232 possui cerca de 20,72% de lipídios, sendo a cultivar utilizada neste trabalho.

## 5.2 QUANTIFICAÇÃO DOS LIPÍDIOS NO OKARA

Nos testes realizados no equipamento Soxtec™ 2055, pode-se observar de acordo com a Tabela 2, que utilizando um tempo um pouco maior de ebulição do que o utilizado com as amostras de grãos de soja, obteve-se uma extração estatisticamente igual à extração em extrator de Soxhlet, ou seja, o tempo total de seis horas necessário para realizar a análise com o conjunto completo de Soxhlet foi reduzido para uma hora e 40 minutos.



**Tabela 2 - Resultados Okara**

<b>Método realizado</b>	<b>Lipídios (%)</b>
Extrator de Soxhlet (6 horas de extração)	22,60 ± 0,017 <sup>a</sup>
Soxtec™ 2055 (50 minutos na fase de ebulição e 20 minutos na de refluxo)	14,89 ± 0,003 <sup>b</sup>
Soxtec™ 2055 (uma hora e 20 minutos na fase de ebulição e 20 minutos na de refluxo)	20,71 ± 0,005 <sup>a</sup>

Média em triplicata ± desvio padrão. Médias seguidas de letras iguais, não diferiram entre si pelo teste de Tukey, ( $p \leq 0,05$ ).

**Fonte: Aatoria própria (2018).**

A necessidade de aumentar o tempo da fase de ebulição, pode ser justificado pela dificuldade da fase de difusão durante a extração lipídica, onde apenas 50 minutos não foi o suficiente para que ocorresse a difusão do solvente nas moléculas da amostra para a extração dos lipídios presentes (SILVA, 2017).

Pereira (2013) realizou um trabalho que avaliou a diferença na composição do extrato de soja e *okara* por diferentes métodos de obtenção destes. O *okara* quando obtido na proporção de 1:6 de grão de soja para água e separado do extrato por centrifugação, apresenta cerca de 22,85% de lipídios. Como as amostras de *okara* foram obtidas nesta mesma proporção, pode-se dizer que os resultados obtidos estão dentro o esperado.

### 5.3 QUANTIFICAÇÃO DOS LIPÍDIOS NO EXTRATO DE SOJA

De acordo com a Tabela 3, os resultados obtidos para no equipamento Soxtec™ 2055 não diferiram estatisticamente do valor encontrado quando utilizado o extrator de Soxhlet, sendo assim, pode-se afirmar que o menor tempo encontrado para se obter uma extração de lipídios eficiente de extrato de soja, foi de 90 minutos.

**Tabela 3 - Resultados Extrato de Soja**

<b>Método realizado</b>	<b>Lipídios (%)</b>
Extrator de Soxhlet (8 horas de extração)	2,51±0,742 <sup>a</sup>
Soxtec™ 2055 (50 minutos na fase de ebulição e 20 minutos na de refluxo)	1,56±0,007 <sup>a</sup>
Soxtec™ 2055 (2 horas na fase de ebulição e 40 minutos na de refluxo)	1,59±0,001 <sup>a</sup>

Média em triplicata ± desvio padrão. Médias seguidas de letras iguais, não diferiram entre si pelo teste de Tukey, ( $p \leq 0,05$ ).

**Fonte: Aatoria própria (2018).**

O extrato de soja obtido através da proporção 1:6 e separado do resíduo, *okara*, por centrifugação apresenta cerca de 2,55% de lipídios (PEREIRA, 2013), não estando muito longe dos valores encontrados nestas análises.

#### 5.4 QUANTIFICAÇÃO DE LIPÍDIOS NO TOFU

Os resultados obtidos para a extração de lipídios das amostras de tofu estão representadas na Tabela 4, e com ela é possível observar que não foi possível obter os mesmos resultados no conjunto completo de Soxhlet com o equipamento Soxtec™2055, mesmo sendo utilizado três horas da fase de ebulição. Porém, estatisticamente os resultados obtidos com três horas de ebulição não diferiu dos resultados encontrados para duas horas de ebulição ou 50 minutos de ebulição.

**Tabela 4 - Resultados Tofu**

<b>Método realizado</b>	<b>Lipídios (%)</b>
Extrator completo de Soxhlet (1º teste, 6 horas de extração)	24,65 ± 0,010 <sup>a</sup>
Extrator completo de Soxhlet (2º teste, 6 horas de extração)	26,26 ± 0,015 <sup>a</sup>
Soxtec™ 2055 (50 minutos na fase de ebulição e 20 minutos na de refluxo)	17,98 ± 0,001 <sup>c</sup>
Soxtec™ 2055 (2 horas na fase de ebulição e 40 minutos na de refluxo)	20,85 ± 0,006 <sup>b</sup>
Soxtec™ 2055 (3 horas na fase de ebulição e 20 minutos na de refluxo)	20,07 ± 0,008 <sup>bc</sup>

Média em triplicata ± desvio padrão. Médias seguidas de letras iguais, não diferiram entre si pelo teste de Tukey, ( $p \leq 0,05$ ).

**Fonte: Autoria própria (2018).**

Com estes resultados pode-se chegar à conclusão de que o equipamento não se mostrou eficiente em relação a extração de lipídios para amostras de tofu, visto que, Benassi, Benassi e Prudêncio (2011), encontraram 27,61% de lipídios em amostras de tofu produzidas com o mesmo cultivar de soja utilizada neste trabalho, BRS 232, sendo os resultados obtidos com o conjunto completo de Soxhlet mais próximo deste.

Optou-se por não realizar novos testes com as amostras de tofu, haja visto que o consumo de solvente estava sendo alto e a sua recuperação estava sendo muito baixa,

## 5.5 RECUPERAÇÃO DE SOLVENTE

Era necessário colocar no mínimo 150 mL de éter de petróleo em cada balão de fundo chato para iniciar a análise no extrator de Soxhlet, porém o gasto total não era fixo, pois era necessário repor o solvente durante o procedimento devido à sua evaporação. O gasto variava de acordo com a temperatura ambiente do dia da análise e o controle do vazamento que acontecia através das conexões do extrator com o condensador e balão. Em dias mais quentes perdia-se solvente com uma maior facilidade e o controle de vazamento era mais difícil de ser realizado do que nos dias mais frios.

Em contra partida o volume gasto utilizando o equipamento Soxtec™ 2055 era fixo, visto que, para cada cadinho de alumínio eram necessários a adição de 90ml de éter de petróleo para a realização de toda a análise. Como foi realizada em triplicata, gastava-se 270 mL por análise no equipamento e não havia a reposição de solvente durante o procedimento.

A recuperação de solvente não foi fixa em nenhuma das análises, pois para a recuperação no extrator de Soxhlet a temperatura também tinha que estar mais amena, enquanto para o equipamento o volume recuperado, dependia do tempo programado da análise, em períodos mais longos a recuperação era um pouco menor.

### 5.5.1 Recuperação do solvente nas amostras de grão de soja

Na Tabela 5 é possível observar a porcentagem total de solvente recuperado com as duas análises das amostras de grãos de soja utilizando o conjunto completo de Soxhlet, e o total de solvente utilizado e recuperado nos três testes que foram realizados no equipamento Soxtec™ 2055. Pode-se perceber que foi utilizado 480mL a mais de solvente para realizar dois testes com o conjunto de extrator de Soxhlet, e além de gastar menos a recuperação foi de aproximadamente 5% a mais, confirmando a vantagem de utilizar o equipamento Soxtec™ 2055 para a quantificação de lipídios em grãos de soja.

**Tabela 5 - Recuperação para amostras de Grão de Soja**

<b>Extrator de Soxhlet</b>	
Gasto	1290 mL
Recuperado	530 mL
% Recuperada	41,09%
<b>Soxtec™ 2055</b>	
Gasto	810 mL
Recuperado	375 mL
% Recuperada	46,30%

Foram realizadas duas análises em triplicata em extrator de Soxhlet e três no equipamento Soxtec™ 2055.

**Fonte: Autoria própria (2018).**

### 5.5.2 Recuperação do solvente nas amostras de *Okara*

A quantificação lipídica das amostras de *okara* foi realizada uma vez utilizando o conjunto completo de Soxhlet, e como pode ser observado na Tabela 6, para realizar apenas uma análise foi gasto 540mL, a mesma quantidade utilizada para realizar duas análises no equipamento Soxtec™ 2055. Quando comparado o total de solvente gasto e recuperado, a porcentagem de recuperação utilizado o extrator de Soxhlet é maior, mas deve-se levar em consideração que para uma única repetição foi gasto 540 enquanto para a quantificação no equipamento é necessário apenas 290mL, pode este motivo o uso do equipamento para a quantificação de lipídios no Soxtec™ 2055 mostrou-se ser mais vantajosa.

**Tabela 6 - Recuperação para amostras de *Okara***

<b>Extrator de Soxhlet</b>	
Gasto	540 mL
Recuperado	316 mL
% Recuperada	58,52%
<b>Soxtec™ 2055</b>	
Gasto	540 mL
Recuperado	282 mL
% Recuperada	52,22%

Foi realizada uma análise em triplicata em extrator de Soxhlet e duas no equipamento Soxtec™ 2055.

**Fonte: Autoria própria (2018).**

### 5.5.3 Recuperação do solvente nas amostras de Extrato de Soja

Assim, como para as amostras de *okara* as amostras de extrato de soja também só foram analisada uma vez utilizando o conjunto de extrator de Soxhlet, porém o volume gasto de éter de petróleo foi maior do que o utilizado para o *okara*, pois no dia desta análise a temperatura ambiente estava mais alta, e conseqüentemente a perda de solvente foi maior e foi necessário repô-lo durante a análise. Para as amostras de extrato de soja, o equipamento Soxtec™ 2055 também se mostrou mais efetivo na questão de gasto e recuperação de solvente (Tabela7).

**Tabela 7 - Recuperação para amostras de Extrato de Soja**

<b>Extrator de Soxhlet</b>	
Gasto	690 mL
Recuperado	200 mL
% Recuperada	28,99%
<b>Soxtec™ 2055</b>	
Gasto	540 mL
Recuperado	270 mL
% Recuperada	50,00%

Foi realizada uma análise em triplicata em extrator de Soxhlet e duas no equipamento Soxtec™ 2055.

**Fonte: Autoria própria (2018).**

### 5.5.4 Recuperação do solvente nas amostras de Tofu

Na Tabela 8 é possível observar que a porcentagem de recuperação de solvente utilizando o Soxtec™ 2055 foi menor quando comparado com os resultados anteriores, isto aconteceu pois as amostras de tofu passaram por uma fase de ebulição mais prolongada, chegando a três horas, e com isso a recuperação do solvente foi menor. Como os resultados obtidos na extração não se mostrou preciso, e a recuperação de solvente neste caso foi baixa quando utilizado o equipamento, o uso do extrator de Soxhlet mostrou-se mais vantajoso.

**Tabela 8 - Recuperação para amostras de Tofu**

<b>Extrator de Soxhlet</b>	
Gasto	1010 mL
Recuperado	556 mL
% Recuperada	55,05 %

<b>Soxtec™ 2055</b>	
Gasto	810 mL
Recuperado	291 mL
% Recuperada	35,93%

Foram realizadas duas análises em triplicata em extrator de Soxhlet e três no equipamento Soxtec™ 2055.

**Fonte: Autoria própria (2018).**

## 6 CONCLUSÃO

Pode-se concluir com este trabalho, que foi possível a adaptação da metodologia de quantificação de lipídios para as amostras de grãos de soja, okara e extrato de soja, no equipamento Soxtec™ 2055. Infelizmente não foi possível em tempo hábil uma a adaptação para as amostras de tofu. Entretanto com mais testes talvez seja possível estabelecer parâmetros no equipamento para que a quantificação seja eficiente.

A adaptação da metodologia para as amostras de grãos de soja, *okara* e tofu só foram possíveis devida à possibilidade da realização de diversos testes de quantificação dos lipídios, tanto utilizando conjunto de extrator de Soxhlet quanto o equipamento Soxtec™ 2055. O tempo total necessário para a realização da quantificação lipídica mostrou-se muito inferior ao tempo necessário quando utilizado o extrator de Soxhlet. Outra vantagem encontrada também foi a maior economia de solvente orgânico e sua maior recuperação.

## REFERÊNCIAS

- AOAC. **Official Methods of Analysis of AOAC International**. ed. 18, Gaithersburg: AOAC International, 2006.
- ARDILES, N. E. et al. *Petit-suisse* com extrato de soja – produção e avaliação. In: XXV Congresso Brasileiro de Ciência e Tecnologia de Alimentos, 2016, Gramado, RS. **Anais**, Gramado: SBCTA Regional, 2016.
- BENASSI, Vera de Toledo; BENASSI, Marta de Toledo; PRUDÊNCIO, Sandra Helena. Cultivares brasileiras de soja: características para a produção de tofu e aceitação pelo mercado consumidor. **Seminário: Ciências Agrárias**, Londrina, v. 32, suplemento 1, p. 1901-1914, 2011
- BOTHAM, Kathleen M.; MAYES, Peter A. Metabolismo dos lipídios. In: RODWELL, Victor W. et al. **Bioquímica ilustrada de Harper**. ed. 30. Porto Alegre: AMGH Editora LTDA, 2017. p. 211-222.
- DANIELS, J.; BENASSI, M.T.; SEIBEL, N.F. Análise de cor e textura de tofus padrão e defumado. In: VIII Congresso Brasileiro de Soja, Goiânia, GO, 2018: inovação, tecnologias digitais e sustentabilidade da soja. **Anais**, Brasília, DF: Embrapa, jun. 2018. p. 41-43.
- DANIELS, J.; MANDARINO, J.M.G; SEIBEL, N.F. Perfil de isoflavonas da matéria-prima e dos tofus produzidos com e sem defumação. In: VIII Congresso Brasileiro de Soja, Goiânia, GO, 2018: inovação, tecnologias digitais e sustentabilidade da soja. **Anais**, Brasília, DF: Embrapa, jun. 2018. p. 38-40.
- FOSS ANALYTICAL. **Soxtec™2055 Manual System User Manual**. Rev. 4. Höganäs, Sweden. 2009.
- GONÇALVES, L.C. et al. Chemical composition and technological properties of two soybeans cultivars. **BBR – Biochemistry and Biotechnology Reports**. v. 3, n. 1, p. 33-40, jan./jul 2014.
- GONÇALVES, L.C. et al. Isoflavonas e aceitação sensorial de tofus com orégano usando duas cultivares de soja. In: XXV Congresso Brasileiro de Ciência e Tecnologia de Alimentos, 2016, Gramado, RS. **Anais**, Gramado: SBCTA Regional, 2016.
- GUSSO, Ana Paula et al. Comparação de diferentes métodos analíticos para quantificação de lipídios em creme de ricota. **Rev. Inst. Latic.**, Cândido Torres, v. 67, n. 389, nov/dez. 2012.
- JOSÉ, Ana Carolina da Silva et al. *Okara*: um resíduo industrial da soja a ser incorporado na alimentação humana. **Alimentos e Bebidas**. São Bernardo do Campo, ed. 5. p. 30-33, 2015.



MAX LABOR. **Para que serve o extrator Soxhlet?**.2018. Disponível em: <<http://www.maxlabor.com.br/blog/para-que-serve-o-extrator-soxhlet/>>. Acesso em: 22 out. 2018.

PEREIRA, Dafne Garcia. **Obtenção de extrato de soja e okara por diferentes métodos**. 2013. f. 34. Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação em Tecnologia em Alimentos). Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Londrina, 2013.

PHILIPPI, Sonia Tucunduva. Alimentação saudável e o redesenho da pirâmide dos alimentos. In:\_\_\_\_\_. **Pirâmide dos alimentos: Fundamentos básicos da nutrição**. Tamboré, SP: Manole, 2014.

PT HAES BROTHERS LABORATORY & SCIENTIFIC INSTRUMENTS. **Soxtec™ 2055 Fat Extraction System**. Disponível em: < [http://www.haes.co.id/wp-content/uploads/2012/01/FOSS\\_CA\\_Soxtec\\_2055\\_Manual.pdf](http://www.haes.co.id/wp-content/uploads/2012/01/FOSS_CA_Soxtec_2055_Manual.pdf)>. Acesso em: 24 jun. 2018.

RIBEIRO, Geovana Piveta et al. Development of soy-based beverages with papaya and mango pulps. **Acta Scientiarum. Technology**, Maringá, v. 36, n. 2, p. 341-347, abr./jun., 2014.

SEIBEL, Neusa Fátima. **Soja: cultivo, benefícios e processamento**. Curitiba:Editora CRV, 2018.

SILVA, Thais Fascina et al. Pão elaborado com farinha de okara. In: XXV Congresso Brasileiro de Ciência e Tecnologia de Alimentos, 2016, Gramado, RS. **Anais**, Gramado: SBCTA Regional, 2016.

SILVA, Alson David Rodrigues da. **Extração e caracterização do óleo das sementes do fruto da graviola (*Annona muricata* L.)**. 2017. f. 75. Dissertação de Mestrado (Mestrado em Energia da Biomassa). Universidade Federal de Alagoas. Rio Largo, 2017.

TORRES, Elizabeth A. F. S. et al. Composição centesimal e valor calórico de alimentos de origem animal. **Ciê. Tecnol. Aliment.**, Campinas, v. 20, n. 2, maio/ago. 2000.