



Foto: Fine Instrument Technology

COMUNICADO  
TÉCNICO

122

São Carlos, SP  
Março, 2024

**Embrapa**

## Análises de teor de óleo em amostras residuais (perdas) da indústria de óleo de palma e palmiste por RMN

Lucas Eduardo Topp  
Daniel Martelozo Consalter  
Luiz Alberto Colnago

# Análises de teor de óleo em amostras residuais (perdas) da indústria de óleo de palma e palmiste por RMN

Lucas E. Topp, Engenheiro de Produção, Gerente de Operações da Fine Instrument Technology, São Carlos, SP. Daniel M. Consalter, físico, doutor em física pelo IFSC/USP, CEO da Fine Instrument Technology, São Carlos, SP. Luiz Alberto Colnago, farmacêutico, doutor em Química pelo Instituto Militar de Engenharia, pesquisador da Embrapa Instrumentação, São Carlos, SP.

## Introdução

Processos de extração de óleo vegetal de matrizes conhecidas como oleaginosas são extremamente comuns em todo o mundo, sendo o óleo de palma (*Elaeis guineenses*) o óleo vegetal mais produzido e consumido no mundo, seguido pelo óleo de soja (FAS, 2020).

O principal processo industrial de extração de óleo vegetal é a prensagem, por ser rápida e não usar produtos químicos. No entanto, o processo de prensagem não é 100% eficiente e, portanto, parte do óleo permanece nos subprodutos do processo. Além disso, parte do óleo também pode ser perdida durante os processos subsequentes de torná-lo próprio para consumo humano. Conhecer os pontos de perda do óleo nessas várias etapas é fundamental para uma maior capacidade de gerenciabilidade do processo, possibilitando ajustes no mesmo com o foco na redução de perdas e consequentemente o aumento da eficiência da extração e refino (Otti, 2014).

A técnica padrão clássica para análises de teor de óleo é o Soxhlet, método oficial da Internacional Union of Pure and Applied Chemistry (IUPAC),

American Oil Chemists' Society (AOCS) e International Organization for Standardization (ISO). Porém o método é complexo, gerando maior possibilidade de erros analíticos no ambiente industrial onde muitas vezes a mão de obra não é especializada, é demorado, as análises podem durar horas, o que não possibilita ações rápidas para ajustes em curto período de tempo no processo. Além disso, o método usa produtos químicos o que pode gerar resíduos tóxicos aos trabalhadores e ao ambiente. Também, Walat e Bock (2003) consideraram de extrema importância definir como necessidade urgente o desenvolvimento de novos métodos de medição de perdas em unidades extratoras de óleo.

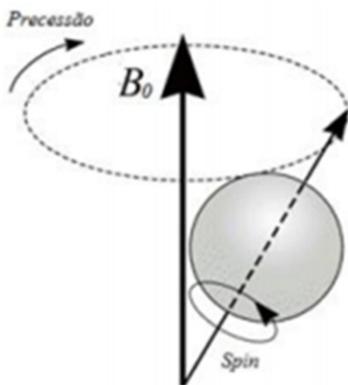
Neste comunicado técnico, apresentamos um método baseado em ressonância magnética nuclear no domínio do tempo (TD-NMR) para a análise do teor de óleo nos resíduos do processo de uma extratora de óleo de palma, desenvolvida a partir do método descrito na normativa AOCS Ak 3-94, em substituição ao método de Soxhlet.

Este método se apresenta como uma técnica alternativa mais eficiente para análises de teor de óleo a essa indústria, pois apresenta rapidez de análises para

teor de óleo (30 segundos) e maior independência dos operadores devido a uma menor manipulação das amostras, sendo uma importante ferramenta para o controle de processo nessa indústria, além de não utilizar produtos químicos.

## Princípios de RMN

Segundo Haacke (1999), uma das características fundamentais do núcleo dos átomos é o seu spin, que se relaciona ao momento angular intrínseco da partícula, ou, classicamente falando, a rotação do núcleo em torno de si mesmo, conforme Figura 1. Para todo núcleo cujo spin não seja zero, há um momento magnético associado, com mesmo sentido do spin.



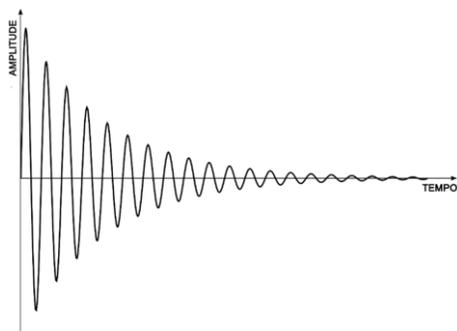
**Figura 1.** Movimento de precessão de um núcleo em campo externo  $B_0$ . (Adaptado de Haacke, 1999)

Os momentos magnéticos de núcleos em um material apontam em direções aleatórias, de forma que a soma de seus momentos magnéticos, ou magnetização, seja igual a zero. Entretanto, quando o material é colocado sob influência de um campo magnético estático ( $B_0$ ), os momentos magnéticos tendem a se alinhar na

mesma direção de  $B_0$ , de forma a gerar um movimento de precessão com uma frequência característica chamada de frequência de Larmor ou frequência de ressonância. Sob ação de  $B_0$  se observa uma magnetização resultante da soma de todos os momentos magnéticos da amostra ( $M$ ), na direção do campo aplicado (Consalter, 2017).

O sinal de RMN pode ser obtido com a técnica pulsada que consiste de um pulso de radiofrequência, na frequência de Larmor (excitação) e de um processo de detecção que ocorre durante os processos de relaxação. A excitação da amostra na presença de  $B_0$  ocorre através da aplicação de um campo magnético oscilante ( $B_1$ ) na frequência de Larmor, na forma de pulso de radiofrequência (RF). Sob efeito desse pulso, a magnetização resultante  $M$  girará em torno do eixo perpendicular ao campo  $B_1$  em um ângulo que dependerá da intensidade de  $B_1$  e do tempo de duração do pulso de RF. Ao desligar este pulso, a magnetização tende a retornar ao estado original, iniciando os processos de relaxação. Neste momento o sinal de RMN é gerado pela indução da magnetização  $M$ , que foi deslocada da direção de  $B_0$  o que é detectado pela sonda (Consalter, 2017).

A sequências como os pulsos são aplicados na amostra geram sinais específicos que são úteis para a avaliação de características físico-químicas das amostras, como é o caso do sinal conhecido como FID (do inglês: "free induction decay"), que é o decaimento livre da indução (sinal de RMN) após um pulso RF, como observado na figura 2.



**Figura 2.** Sinal de FID (Adptado de Cardona, 2015)

O FID é um sinal cuja amplitude decai exponencialmente com o tempo, ou seja, é um sinal no domínio do tempo. O FID é usado nos equipamentos de ressonância magnética nuclear no domínio do tempo (RMN-DT) sem a necessidade de uso da transformada de Fourier para convertê-lo no domínio da frequência, como ocorre nos aparelhos de alta resolução em alto campo.

O uso da intensidade do sinal de RMN para análises de resíduos de óleos vegetais está descrito na Norma ISO 10632 (2000). Neste comunicado técnico, esta norma foi adaptada para a determinação do resíduo de óleo de palma no seu processo de extração e purificação.

## Óleo de Palma O Mercado

Os dados então apresentados mostram que as extratoras estão muito bem divididas em regiões, sendo principalmente sudeste asiático e América Latina, conforme observa-se na tabela 1.

**Tabela 1.** Localização das extratoras de óleo de palma mapeadas pela empresa Unilever (Unilever, 2020)

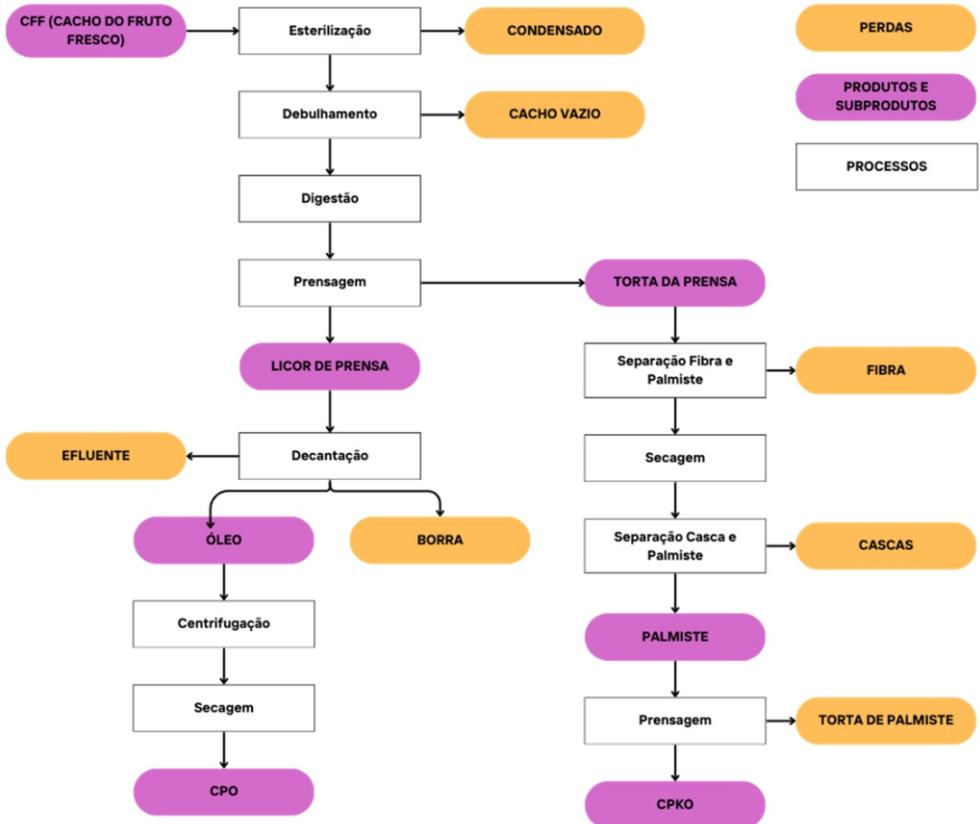
País	Número de Extratoras	%
Indonésia	996	61,75%
Malásia	404	25,05%
Colômbia	61	3,78%
Thailândia	44	2,73%
Costa do Marfim	16	0,99%
Equador	16	0,99%
Páua Nova Guiné	16	0,99%
Guatemala	13	0,81%
Honduras	12	0,74%
Máximo	8	0,50%
Índia	7	0,43%
Brasil	6	0,37%
Costa Rica	5	0,31%
Cambodia	2	0,12%
Gabão	2	0,12%
Gana	2	0,12%
Nicarágua	1	0,06%
Panamá	1	0,06%
Ilhas Salomão	1	0,06%

## As Perdas

Todas as perdas estão nos resíduos de óleo que ficam nos subprodutos da extração. Segundo estudo realizado pela NF Agency (2013), consideram-se perdas:

- Cacho do Fruto Vazio (Cacho Vazio);
- Fibra;
- Cascas do Palmiste;
- POME (*Palm Oil Mill Effluents*);
- Condensado;
- Borra;
- Águas residuais

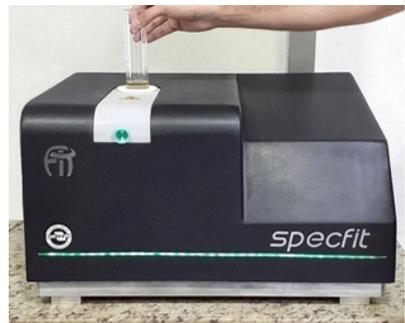
Abaixo podemos destacar também o balanço de massa de um processo de extração do óleo de palma, onde ficam identificados os pontos de perda, conforme figura 3 (Corley e Tinker, 2008).



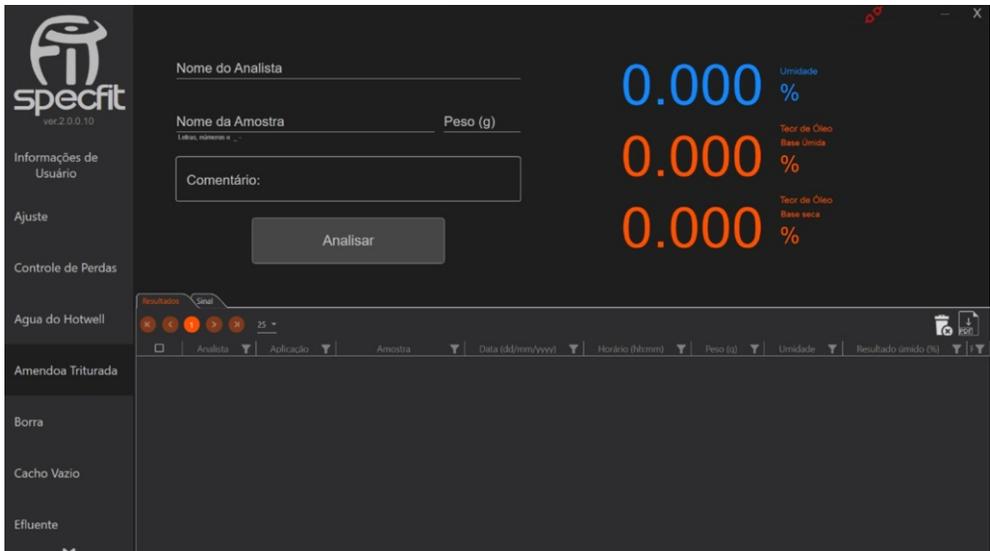
**Figura 3.** Fluxo esquemático do balanço de massa na extração do óleo de palma (Adaptado de Corley and Tinker, 2008)

## Equipamento

O equipamento SpecFIT (Figura 4) foi desenvolvido pela empresa Fine Instrument Technology (FIT) e o módulo para medir teor de óleo em resíduos da extração do óleo de palma foi desenvolvido em parceria com a Embrapa Instrumentação, sendo uma tecnologia Embrapa.



**Figura 4.** Equipamento de RMN SpecFIT desenvolvido pela empresa FIT em parceria com a Embrapa Instrumentação. (Fine Instrument Technology, 2024)



**Figura 5.** Software disponível no equipamento de RMN SpecFIT (Fine Instrument Technology, 2024)

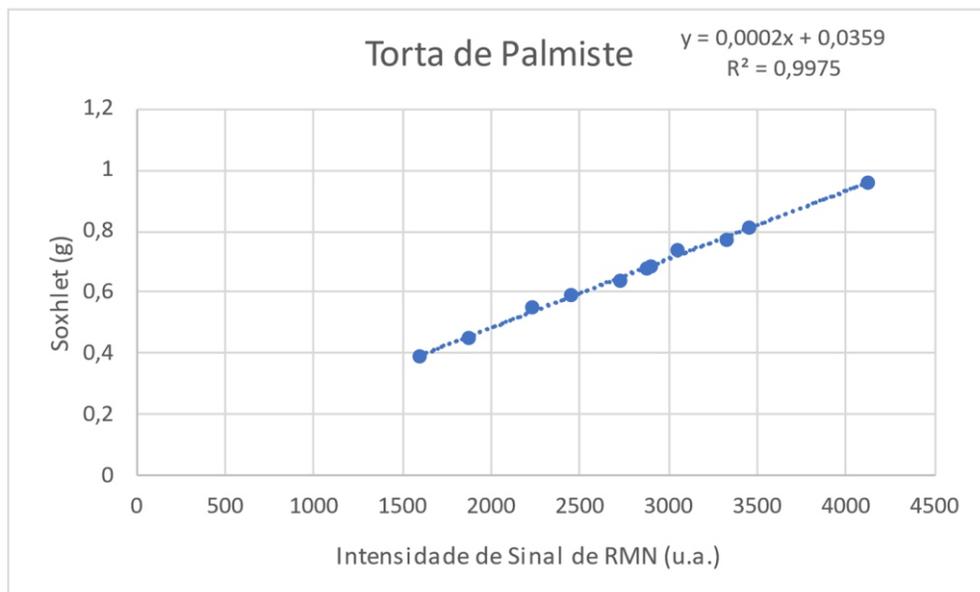
O aparelho de RMN desenvolvido pela FIT usa um ímã de aproximadamente 0,5 Tesla, com a frequência de ressonância em aproximadamente 15 MHz para o núcleo de  $^1\text{H}$  no modelo HR50. Para esse modelo o SpecFIT conta com sonda para amostras de até 40 mm de diâmetro, podendo analisar também amostras sólidas.

Em conjunto com o RMN, utiliza-se o software SpecFIT (figura 5), desenvolvido especialmente para o complexo processo de extração do óleo de palma.

## Procedimentos

### Calibração

- a. Coleta das amostras do processo;
- b. Separação das amostras em porções, de acordo com protocolo de calibração SpecFIT;
- c. Pesagem das amostras úmidas;
- d. Secagem das amostras em estufa ou micro-ondas para retirada da umidade da amostra;
- e. Pesagem de amostras secas; Colocação da amostra no porta-amostra;
- f. Colocação do porta-amostra no equipamento RMN;
- g. Análise das amostras no RMN;
- h. Análise das mesmas amostras no Soxhlet;
- i. Geração de curvas de calibração (Exemplo: Figura 6) a partir dos sinais de RMN e Soxhlet;
- j. Instalação do software com curvas de calibração.



**Figura 6.** Curva de Calibração

### Análise

- a. Coleta das amostras do processo;
- b. Separação das amostras em porção para análise;
- c. Pesagem da amostra úmida;
- d. Secagem da amostra em estufa ou micro-ondas para retirada da umidade da amostra;
- e. Pesagem de amostras secas;
- f. Colocação da amostra no porta-amostra;
- g. Colocação do porta-amostra no equipamento RMN;
- h. Análise das amostras no RMN;

### Considerações Finais

A tecnologia de RMN deve ser vista como uma alternativa viável ao Soxhlet, destacando-se pela eliminação do uso de solventes, menor dependência dos operadores na qualidade das análises e obtenção rápida de resultados. Sua

implementação possibilita acelerar o monitoramento e intervenção da indústria em seus processos, impulsionando a eficiência e sustentabilidade.

### Referências Bibliográficas

CARDONA, L.; JIMÉNEZ, J.; VANEGAS, N. Nuclear quadrupole resonance for explosive detection. **Ingeniare. Revista chilena de ingeniería**, v. 23, n. 3, p. 458-472, 2015.

COLNAGO, L.A.; MARTIN-NETO, L.; BISCEGLI, C.I.; NASCIMENTO, O.R.; BONAGAMBA, T.J.; PANEPUCCI, H.; VIEIRA, E.M.; SEIDEL, P.R.; SPOSITO, G.; OPELLA, S.J. Aplicações da ressonância magnética nuclear (RMN) e ressonância paramagnética eletrônica (EPR). In: CRESTANA, S.; CRUVINEL, P.E.; MASCARENHAS, S.; BISCEGLI, C.I.; MARTIN-NETO, L.; COLNAGO, L.A., ed. **Instrumentação agropecuária: contribuições no limiar do novo século**. Brasília: EMBRAPA-SPI, 1996, p.15-50.

CORLEY, R. H. V.; TINKER, P. B. **The oil palm**. John Wiley & Sons, 2008.

CONSALTER, D. M. **Implementação de aquisição paralelas de imagens utilizando bobinas de RF tipo phased array e sampled array**. 2017. Tese de Doutorado. Universidade de São Paulo.

FAS (FOREIGN AGRICULTURAL SERVICE). **Oilseeds: World Markets and Trade**. **USDA Economics**, Statistics and Market Information System. 2021.

HAACKE, E.M. **Magnetic Resonance Imaging: Physical Principles and Sequences Design**. Cap 2-3, Detroit, 1999.

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION, Norma **ISO 10632 [2000] Oilseed Residues – Simultaneous determination of oil and water contents – Method using pulsed nuclear magnetic resonance spectroscopy**.

NF AGENCY. **Valorization of palm oil (mill) residues**. Ministry of Economic Affairs, Agriculture and Innovation. The Netherlands, 2013.

OTTI, V. I. et al. Sustainable oil palm waste management in engineering development. **Civil and Environmental Research**, v. 6, n. 5, p. 121-125, 2014.

UNILEVER. **2020 Palm Oil Mills**. Disponível em < <https://www.unilever.com/planet-and-society/protect-and-regenerate-nature/sustainable-palm-oil/> > Acesso em: fevereiro de 2024.

WALAT O.; BOCK, NG. S. OER and total oil losses. **Palm Oil Engineering Bulletin**, n. 66, p. 7-11, 2003.

Exemplares desta publicação podem ser adquiridos na:

**Embrapa Instrumentação**

Rua XV de Novembro, 1452

Caixa Postal 741

CEP 13560-970 São Carlos, SP

Fone: (16) 2107 2800

Fax: (16) 2107 2902

[www.embrapa.br](http://www.embrapa.br)

[www.embrapa.br/fale-conosco/sac](http://www.embrapa.br/fale-conosco/sac)

1ª edição

1ª impressão (2024): tiragem 100

Comitê Local de Publicações

Presidente

*Daniel Souza Corrêa*

Membros

*Elaine Cristina Paris*

*Maria Alice Martins*

*Cristiane Sanchez Farinas*

*Cíntia Cabral da Costa*

*Carlos Renato Marmo*

*Paulo Renato Orlandi Lasso*

*Maria do Socorro Gonçalves de Souza Monzane*

Foto da capa

*Fine Instrument Technology*

Editoração eletrônica e

tratamento das ilustrações

*Valentim Monzane*



MINISTÉRIO DA  
AGRICULTURA E  
PECUÁRIA

