

## Difratometria de Raios X e Método de Rietveld para a análise quantitativa em triacilgliceróis

Bruno F. F. Araujo\*, Alan Á.Silva, Camilia Santos, Ana Paula B. Ribeiro, Lisandro P. Cardoso.

### Resumo

Neste trabalho são analisados os dados obtidos por difratometria de raios X para uma cristalização estática de amostra de óleo de soja totalmente hidrogenado (hardfat de óleo de soja) para 0 e 10 dias de armazenamento e de amostra contendo a mistura do hardfat com a adição de 5% de óleo de canola para diferentes tempos de armazenamento (0,1,7,10 e 16 dias). A observação qualitativa direta desses resultados é que houve um grande aumento na velocidade da transição polimórfica da amostra com óleo de canola, passando do polimorfo  $\beta$  em menores tempos, para o polimorfo  $\beta$  em tempos maiores que 10 dias. A incorporação de pequenos teores de óleo de canola ao hardfat de soja, promove, portanto, rápida estabilidade polimórfica em  $\beta$ , viabilizando aplicações em que este tipo de cristal é desejável.

### Palavras-chave

Difratometria de Raios X, Triacilgliceróis, Polimorfismo.

### Introdução

A difração de raios X já tem sido utilizada pelo grupo de pesquisa no estudo do polimorfismo, cinética de cristalização e microestrutura de vários tipos de óleos e gorduras, e é a técnica mais indicada a ser utilizada na análise estrutural das gorduras totalmente hidrogenadas deste trabalho, em que se pretende obter informações quantitativas, através da associação com método de Rietveld para refinamento de estruturas cristalinas.<sup>1</sup>

Esta primeira parte do projeto, que constou de apenas 5 meses, permitiu as medidas das amostras de hardfat de óleo de soja puro e como mistura com a adição de 5% de óleo de canola, para diferentes tempos de armazenamento, utilizando a difratometria de raios X para amostras policristalinas. Pretende-se avaliar o efeito do óleo de canola na mistura com relação à velocidade da transição polimórfica. Por enquanto, a associação com o método de Rietveld para permitir a análise quantitativa ainda não foi possível ser realizada, nesta primeira etapa do projeto.

### Resultados e Discussão

O hábito polimórfico das bases lipídicas foi determinado por difração de raios X, método AOCS Cj 2-95<sup>2</sup>. As medidas foram realizadas no Laboratório de Preparação e Caracterização de Materiais (LPCM), DFA, IFGW, UNICAMP. Foi utilizado um Difratômetro Philips (PW 1710, Almelo, Holanda), com a geometria Bragg-Brentano ( $\Theta:2\Theta$ ) utilizando radiação Cu-K $\alpha$  ( $\lambda = 1,5418 \text{ \AA}$ , tensão de 40KV e corrente de 30 mA). As medidas foram obtidas com passos de  $0,02^\circ$  ( $2\theta$ ) e tempo de aquisição de 2s, com varreduras de  $15$  a  $30^\circ$  (escala  $2\theta$ ). A identificação da forma polimórfica foi determinada a partir dos valores dos *shorts spacings* (distâncias entre os grupos acila paralelos no triacilglicerol) característicos dos cristais. As amostras foram fundidas para completa destruição do histórico cristalino, e estabilizadas com cristalização estática em béquer a  $25^\circ\text{C}$ .

Os resultados mostrados na fig, 1, claramente exibem a transição polimórfica para a amostra da mistura, uma vez que o hardfat puro se apresentou na fase  $\alpha$ , e com a adição do óleo de canola foi possível a obtenção da fase  $\beta$ . Após 7 dias, as duas fases polimórficas  $\beta$  e  $\beta$  passaram a coexistir com o início da formação desta

última fase cristalina. Pode-se ainda observar, a predominância quase total da fase  $\beta$  após 16 dias.

### Resultados HS+5%C

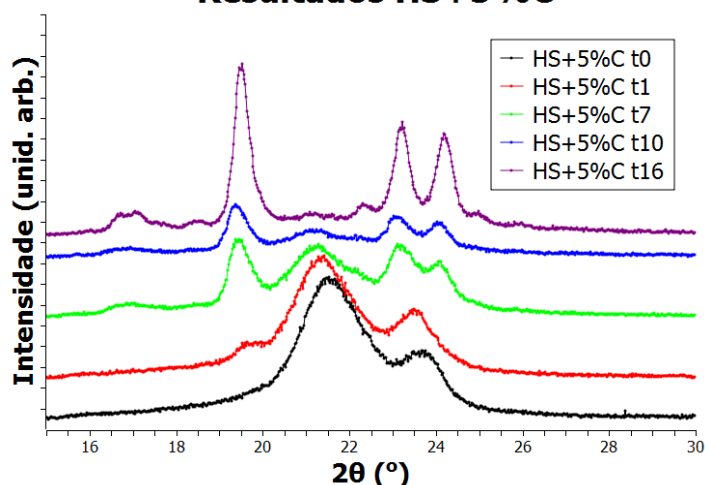


Figura 1. Difratogramas de raios X para a amostra contendo a mistura de hardfat com 5% de óleo de canola para diferentes tempos de armazenamento.

### Conclusões

O estudo da cristalização estática ( $25^\circ\text{C}$ ) do hardfat puro (óleo de soja) e mistura a partir da adição de 5% do óleo de canola com a difratometria de raios X levou à clara observação do efeito do aditivo no aumento da velocidade da transição polimórfica, com a detecção das fases  $\beta$  (início da adição),  $\beta+\beta$  (7 dias) e, finalmente, apenas a fase  $\beta$  (16 dias). A incorporação de óleo de canola maximiza, portanto, o uso do hardfat de soja em aplicações nas quais o polimorfo  $\beta$  é desejável para esta base lipídica.

### Agradecimentos

Apoio: CNPq

<sup>1</sup>AOCS. American Oil Chemists' Society. Official methods and recommended practices of the American Oil Chemists' Society. 6ed, Champaign, 2009.

<sup>2</sup>LOPES, J. D. et al. European Journal of Lipid Science and Technology, v. 117, p. 1733-1744, 2015.