

Caracterização química do óleo de semente de uva extraído por Soxhlet utilizando álcool etílico e isopropílico como solventes

Chemical characterization of the grape seed oil by Soxhlet extracted using ethyl alcohol and isopropyl alcohol assolvent.

Yasna de Araujo Pereira
yasna@alunos.utfpr.edu.br
Universidade Federal Tecnológica
Federal do Paraná, Apucarana,
Paraná, Brasil

Carlos Henrique de Oliveira Batista
carlosbatista@alunos.utfpr.edu.br
Universidade Federal Tecnológica
Federal do Paraná, Apucarana,
Paraná, Brasil

Juliana Guerra Sgorlon
julianasgorlon@utfpr.edu.br
Universidade Federal Tecnológica
Federal do Paraná, Apucarana,
Paraná, Brasil

Maria Carolina Sergi Gomes
mariagomes@utfpr.edu.br
Universidade Federal Tecnológica
Federal do Paraná, Apucarana,
Paraná, Brasil

Maraísa Lopes de Menezes
maraisal@utfpr.edu.br
Universidade Federal Tecnológica
Federal do Paraná, Apucarana,
Paraná, Brasil

RESUMO

Os óleos vegetais são uma das fontes mais ricas de microcomponentes naturais. Os ácidos graxos poli-insaturados e os compostos antioxidantes que estão presentes no óleo de uva são indispensáveis para o corpo humano. Mas como o rendimento e a composição desses extratos dependem tanto do método aplicado quanto do solvente utilizado, o objetivo do presente estudo foi avaliar o processo de extração de óleo de uva utilizando-se álcool etílico e isopropílico como solventes, a fim de se verificar a qualidade do óleo obtido. A determinação da capacidade antioxidante pelo método DPPH, dos compostos fenólicos totais e de carotenoides totais do óleo de uva foram realizados para as condições que apresentaram o maior teor de óleo, avaliando-se a influência da temperatura de secagem das sementes e do tempo de extração no teor de óleo obtido. O extrato etanol apresentou uma maior atividade antioxidante sendo consumido mais de 50% do radical dpph em menos de 5 minutos. O teor de fenóis totais do extrato etanol apresentou maior eficiência, comparando-o com o extrato de Isopropanol 174,43 mg EAG 100 g⁻¹, onde EAG representa o equivalente em ácido gálico e as quantidades presentes de carotenoide foram: 68,57 e 440,07 µg g⁻¹, respectivamente, para isopropanol e etanol.

PALAVRAS-CHAVE: antioxidante, óleo de uva e extração.

ABSTRACT

Vegetable oils are one of the richest sources of natural microcomponents. Polyunsaturated fatty acids and antioxidant compounds that are present in the grapeseed oil are essential to the human body. But as the yield and composition of these extracts depends on the method applied as the solvent used, the objective of this study was to assess the process of grape oil extraction using ethanol and isopropyl alcohol solvent, in order to check the quality of oil. The determination of antioxidant capacity by DPPH method, of total phenolics and carotenoids of grape seed oil were conducted under the conditions that presented the highest oil content, evaluating the influence of drying temperature of seed and time of oil extraction. The ethanol extract showed a greater antioxidant activity being consumed more than 50% of the DPPH radical in less than 5 minutes. The total phenols content of ethanol extract showed greater efficiency, comparing it with Isopropanol extract 174.43 mg 100 g⁻¹ EAG, where EAG represents the equivalent in gallic acid and the amounts present of carotenoid have been: 68.57 and 440.07 µg g⁻¹, respectively, for isopropanol and ethanol.

KEYWORDS: antioxidant, Grapeseed Oil and extraction.

Recebido: 31 ago 2018

Aprovado: 04 out 2018

Direito autorial:

Este trabalho está licenciado sob os termos da Licença Creative Commons-Atribuição 4.0 Internacional.



INTRODUÇÃO

A produção da uva em 2017, conforme afirma a Embrapa, no Brasil, foi a maior da história vitícola. Neste mesmo ano a área plantada com videiras no País foi de 78.028 ha. Essa ampla safra é em virtude do fato de que no cenário mundial, a uva se destaca entre as frutas mais consumidas, seja em seus derivados como o suco de uva concentrado e o vinho, principais produtos de exportação, ou na sua forma *in natura*. (CAMARGO et al., 2011).

O processo de produção desses derivados da uva gera resíduos na indústria e tem motivado interesse crescente na exploração dos mesmos. Principalmente, pelo fato, dos resíduos das adegas servirem como fonte alternativa para obtenção de antioxidantes naturais que são considerados completamente seguros em comparação com antioxidantes sintéticos. (ARVANITOYANNIS, 2016).

O óleo de uva possui substâncias conhecidamente antioxidantes, sendo esses flavonoides, polifenóis e antocianinas. O consumo do mesmo tem sido investigado devido ao seu potencial efeito em melhorar a capacidade antioxidante (SILVESTRE, 2013). Em muitos países os antioxidantes sintéticos têm seu uso restrito por conta da incerteza quanto a sua inofensibilidade e seu potencial tóxico o que gera um grande interesse na obtenção de antioxidantes naturais (FERREIRA et al., 2012).

Diante dessa perspectiva, o objetivo desse presente trabalho foi avaliar o processo de extração de óleo de uva utilizando-se álcool etílico e isopropílico como solventes, afim de se verificar a qualidade do óleo obtido.

METODOLOGIA

As análises foram realizadas no Laboratório de Pesquisa (M103) da Universidade Tecnológica Federal do Paraná - Câmpus Apucarana.

Materiais

As sementes de uva da variedade Bordô foram adquiridas na Vinícola Coavit, situada na cidade de Marialva/PR.

Métodos

Preliminarmente, as sementes foram limpas e secas à temperatura ambiente, embaladas em sacos plásticos e armazenadas a -5°C.

As sementes de uva Bordô foram previamente secas nas temperaturas de 60 e 80 °C, em estufa Solab-102. Em seguida, as sementes foram trituradas em um liquidificador (modo Pulsar) por 10 segundos, homogeneizadas e trituradas por mais 10 segundos. Posteriormente, para as extrações foram utilizados como solventes, alcoóis de cadeia curta, álcool etílico (PE:80°C) e o álcool isopropílico (PE:82,5°C), sendo as extrações realizadas na temperatura de ebulição dos solventes, em um tempo de extração de 14 e 6 horas, respectivamente.

Para ambos os solventes as extrações do óleo, foram realizadas em triplicata, em um aparelho Soxhlet com, aproximadamente, 10 g de sementes previamente limpas, secas e trituradas e 300 mL de solvente.

Após o período de extração, a amostra contendo o óleo e o solvente (extrato) ficou recolhida no balão e o extrato foi levado para o refrigerador.

Fenóis totais

Para a quantificação dos fenóis totais, foi construída uma curva de calibração com uma solução aquosa de ácido gálico na qual, os pontos utilizados na confecção da curva foram preparados em balões volumétricos de 10 mL, sendo diluídos a partir de uma solução estoque de ácido gálico ($500 \mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$). As concentrações escolhidas foram de 100, 80, 60, 40, 20 e $10 \mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$. Os mesmos procedimentos realizados nos extratos foram aplicados aos pontos da curva de calibração.

Os resultados foram expressos em $\text{mg EAG } 100 \text{ g}^{-1}$, onde EAG representa o equivalente em ácido gálico.

Atividade Antioxidante

Para a determinação da atividade antioxidante dos dois extratos foram utilizados 100 mL de uma solução de $60 \mu\text{M}$ de DPPH (2,2-difenil-1-picrilhidrazil) em etanol (Etanol HPLC). Em uma cubeta adicionou-se 2,0 mL da solução do radical DPPH e 1,0 mL de extrato. Um controle foi conduzido nas mesmas condições, substituindo o extrato por 1,0 mL de etanol. Devido à coloração amarela dos extratos, foi conduzido um branco para cada extrato substituindo o radical DPPH por 2,0 mL de etanol.

Em seguida, foram realizadas leituras a cada um minuto em espectrofotômetro Agile Technologies, modelo Cary 60 UV-vis, a 517 nm durante 30 minutos. A atividade antioxidante foi expressa como porcentagem de inibição em relação ao controle, de acordo com a Equação 1, na qual a absorbância do branco é representada por A_c , a absorbância do branco de cada extrato por A_b , enquanto a absorbância do extrato por A_a .

$$AA\% = \frac{A_c - (A_a - A_b)}{A_c} \quad (1)$$

Carotenoides totais

As quantificações de carotenoides do óleo de uva Bordô dos extratos foram obtidas através da extração no Soxhlet e em seguida rota evaporadas, utilizou-se éter de petróleo para solubilizar a amostra e a detecção dos carotenoides totais ocorreu em espectrofotômetro Thermo Fisher Scientific modelo Genesys 10-S no comprimento de onda de 450 nm (Rodriguez-Amaya, 2001). A concentração de carotenoides totais foi calculada de acordo com a Equação 2.

$$\text{Carotenoides totais (ppm)} = \frac{\text{Abs} \cdot (\text{Amostra}) \cdot V \text{ (mL)} \times 10^4}{A_{1\text{cm}}^{1\%} \cdot (\beta\text{-caroteno}) \cdot M \text{ (g)}} \quad (2)$$

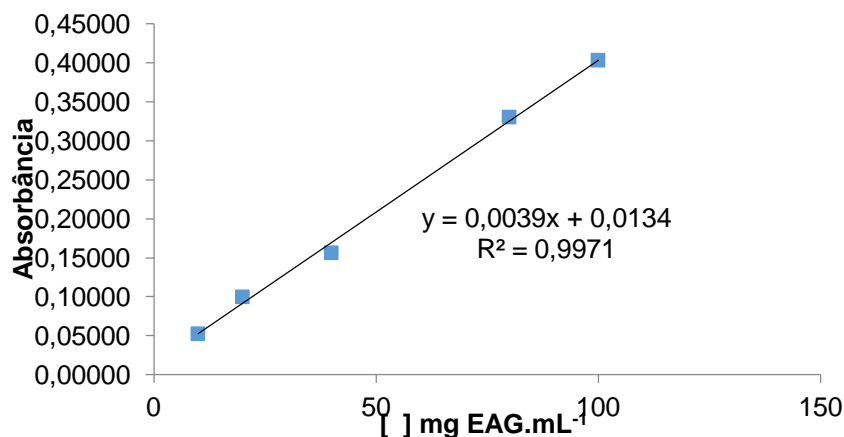
Na qual, Abs é a absorbância da amostra; V é o volume (em mL) da amostra utilizada; $A_{1\text{cm}}^{1\%}$ é o coeficiente de absorção do caroteno em éter de petróleo; $A_{1\text{cm}}^{1\%} = 2592$, tabelado por Davies, (1976) e M é a massa de amostra (g).

RESULTADOS E DISCUSSÕES

Fenóis totais

Para análise de fenóis totais, fez-se necessário a obtenção da curva padrão de ácido gálico (Figura 1).

Figura 1 – Curva padrão de ácido gálico para determinação de compostos fenólicos.



Fonte: Autoria Própria (2018).

Os resultados obtidos na determinação dos fenóis totais baseado nos diferentes tipos de extratos de uva, nas quais foram extraídos com solventes distintos, estão apresentados na Tabela 1.

Tabela 1 – Resultados dos fenóis totais em mg EAG 100 g⁻¹ amostra para os diferentes extratos de uva Bordô.

Temperatura °C	Solvente	Media ± Desvio Padrão
60	Etanol	174,43 ± 4
80	Isopropanol	135,7 ± 11,81

Fonte: Autoria Própria (2018).

O teor de fenóis totais do extrato etanol (P.E:80°C) apresentou maior eficiência, comparando-o com o extrato de Isopropanol (PE:82,5°C) 174,43 mg EAG 100 g⁻¹, havendo uma diferença significativa entre o desvio de cada um, ao passo que, o resultado que apresentou uma menor eficiência é representado pelo extrato isopropílico, possui um valor de 135,7 mg EAG 100 g⁻¹.

Essa diferença pode ser observada devido aos tipos de solventes e a temperatura, na qual foi extraído o óleo, o emprego de temperaturas elevadas para extração de óleos vegetais por Soxhlet podem ocasionar a formação de ácidos graxos livres, devido à quebra de ligações entre ácidos graxos e o glicerol, prejudicando-se assim a qualidade do material extraído, tendo sido observado que temperaturas superiores acarretaram menores teores de fenóis (CORRÊA et al., 2004).

Atividade antioxidante:

Os valores obtidos frente ao sequestro do radical livre (DPPH^o), para os diferentes extratos de uva encontram-se expressos na Tabela 2.

Tabela 2 - Percentual de inibição do radical DPPH dos diferentes extratos de uva Bordô.

Temperatura (°C)	Solvente	T=0 min	T=5 min	T=30 min
60	Etanol	88,6809 ± 5,9715	96,0088 ± 0,273	96,7844 ± 0,254
80	Isopropanol	9,5521 ± 4,8168	38,6145 ± 3,3081	83,3977 ± 2,7791

Fonte: Autoria Própria (2018).

O tempo de consumo de 50% do radical DPPH (TC50), classifica o comportamento cinético dos compostos, conseqüentemente, para TC50 menor que 5 minutos a cinética é classificada como rápida, já para TC50 entre 5 e 30 minutos, cinética intermediária, em suma quando TC50 apresentar-se maior que 30 minutos a cinética é dada como lenta (SÁNCHEZ-MORENO,1998).

Teoricamente todos os extratos apresentaram uma alta atividade antioxidante, porém o etanol apresentou uma cinética rápida, consumindo mais de 50% do radical DPPH em tempo menos que 5 minutos, sendo este classificado como uma cinética rápida. Portanto, para o presente trabalho o solvente Etanol foi o que obteve melhores resultados para a análise de radicais livres.

Carotenoides

As quantidades presentes de carotenoide foram: 68,57 e 440,07 µg g⁻¹, respectivamente, para isopropanol e etanol. Portanto, constatou-se, uma maior quantidade de caroteno no óleo extraído com etanol do que com o óleo extraído com isopropanol. O óleo extraído com etanol apresentou um melhor desempenho.

CONCLUSÕES

O emprego de temperaturas elevadas para extração de óleos vegetais por Soxhlet podem ocasionar a formação de ácidos graxos livres, devido à quebra de ligações entre ácidos graxos e o glicerol, prejudicando-se assim a qualidade do material extraído é outro fator que afeta os níveis de compostos fenólicos, tendo sido observado que temperaturas superiores acarretaram menores teor.

A extração usando o solvente etanol foi a mais eficaz para a obtenção dos compostos fenólicos do extrato de uva bordo, apresentando também a maior atividade antioxidante e um melhor desempenho na quantificação de carotenoides. Pode-se inferir que o óleo de semente de uva bordô é fonte de compostos fenólicos e, possivelmente, pode ser utilizado como fonte natural de antioxidantes. Substâncias naturais podem ser responsáveis pela proteção contra os riscos de muitas doenças. Os resultados descritos neste trabalho estimulam a continuidade dos estudos para avaliar a ação antioxidante de substâncias.

REFERÊNCIAS

- ARVANITTOYANNIS, I. S.; LADAS, D.; MAVROMATIS, A., Potential uses and applications of treated wine waste: a review. *International Journal of Food Science and Technology*, Oxford, v. 41, p. 475-487, 2006.
- CAMARGO, U. A.; TONIETTO, J.; HOFFMANN, A. (2011), "Progressos na viticultura brasileira", *Rev. Bras. Frutic.*, Vol. 33, n. 1, p.144-149.
- CORRÊA, A. D.; SANTOS, S. R.; ABREU, C. M. P.; JOKL, L.; SANTOS, C. D. Removal of polyphenols of the flour cassava leaves. *Ciência e Tecnologia de Alimentos*, Campinas, v. 24, n. 2, p. 159-164, 2004.
- DAVIES, B.H. Carotenoids. *Chemistry and Biochemistry of Plant Pigments*. V.2, cap.19, p.38-165, London, Academic Press, 1976.
- EMBRAPA, Desempenho da vitivinicultura brasileira em 2015. Disponível em: <<https://www.embrapa.br/busca-denoticias/-/noticia/9952204/artigo-desempenho-da-vitivinicultura-brasileira-em-2015>>. Acesso em 19 Ago. 2018.
- FERREIRA, Luiz Fernando D.; PIROZI, Monica R.; RAMOSE, Afonso M.; PEREIRA, José Antônio M. Modelagem matemática da secagem em camada delgada de bagaço de uva fermentado. *Revista Pesquisa agropecuária brasileira*, Brasília, v. 47, n. 6, p.855-863, Junho 2012.
- GÁRCIA-PÉREZ, J.V.; GÁRCIA-ALVARADO, M.A.; CARCEL, J.A.; MULLET, A. Extraction kinetics modeling of antioxidants from grape stalk (*Vitis vinifera* var. Bobal): influence of drying conditions. *Journal of Food Engineering*, v.101, p.49-58, 2010.
- JONHSON, L.A.; LUSAS, E.W. (1983), "Comparison of alternative solvents for oils extraction", *J Am Oil Chem Soc.*, Vol 60, n. 2, p.229-242
- WARD, J. A. Processing high oil content seeds in continuous screw presses. *Journal of the American Oil Chemists' Society*, v. 53, p. 261 – 264, 1976.
- MENEZES, M. L. (2014), Estudo dos processos de secagem e de extração da produção do óleo bruto de semente de uva. 2014. Universidade Estadual de Maringá – Maringá – PR. 288 f. (Tese de doutorado em Engenharia Química).
- OLIVEIRA, D. A., Caracterização fitoquímica e biológica de extratos obtidos de Bagaço de uva (*Vitis Vinífera*) das variedades Merlot e Syrah. Dissertação (Mestrado).
- RHODES, M. J. C. Physiologically-active compounds in plant food: an overview. *Proceedings of the Nutrition Society*, Cambridge, v. 55, n. 1B, p. 371–384, 1996.
- RODRIGUEZ-AMAYA, D. B. *A Guide to Carotenoid Analysis in Food*. ILSI Press, Washington, 2001.
- SILVESTRE, J. C.; JUZWIAK, C. R.; GOLLÜCKE, A. P. B; DOURADO, V. Z.; ALMEIDA, V. D'.; Efeito agudo da ingestão de concentrado de uva sobre os biomarcadores do estresse oxidativo em triatletas. *Revista Brasileira de Cienatropometria e Desempenho Humano*, p.533-544, out 2013.
- SÁNCHEZ-MORENO, C. et al. A procedure to measure the antiradical efficiency of polyphenols. *J. Sci. Food. Agric.* v.76, p. 270-276, 1998.