

AVALIAÇÃO DA DETERMINAÇÃO DE EXTRATO ETÉREO PELO MÉTODO FILTER BAG E POSSIBILIDADE DE REUTILIZAÇÃO DOS SACOS FILTRANTES

LÉSTER AMORIM PINHEIRO¹; FABIO ANTUNES RIZZO²; RUDOLF BRAND SCHEIBLER²; PATRÍCIA PINTO DA ROSA²; JOEL ANTONIO DE SÁ MANFRON³; JORGE SCHAFHAUSER JUNIOR¹

¹Embrapa Clima Temperado – Estação Experimental Terras Baixas – lester.pinheiro@embrapa.br, jorge.junior@embrapa.br

²Programa de Pós-Graduação em Zootecnia/FAEM/UFPEL

³Universidade Federal de Pelotas - UFPEL

1. INTRODUÇÃO

A determinação da composição química dos alimentos é a maneira mais comumente usada para avaliar sua qualidade nutricional. Em razão dos avanços tecnológicos na ciência dos alimentos, torna-se indispensável a modernização dos métodos analíticos usados na determinação de tais compostos (INSTITUTO ADOLFO LUTZ, 2008).

Os lipídeos são compostos altamente energéticos, que fornecem ácidos graxos essenciais, participam na síntese e transporte de vitaminas lipossolúveis e hormônios. A determinação de sua concentração nos alimentos, é importante para formulação de dietas pela sua importância na alimentação, tanto de animais quanto de humanos (INSTITUTO ADOLFO LUTZ, 2008).

A quantificação de lipídeos em alimentos é usualmente feita por métodos de extração por arraste com solventes orgânicos, como por exemplo o éter, sendo, por este motivo, chamado extrato etéreo. Isso ocorre pois esse método quantifica não só os lipídeos, mas também outros compostos apolares, como ácidos graxos livres, ceras, pigmentos, dentre outros.

O método mais comum utilizado para determinação do extrato etéreo é o método contínuo em aparelho tipo Soxhlet. Este procedimento realiza a quantificação, com confiabilidade e robustez, um número máximo de 6 amostras, em um tempo aproximado de 6 horas. (BRASIL, 1991, INSTITUTO ADOLFO LUTZ, 2008). Entretanto, apesar de ser um método simples, o Soxhlet é um método bastante lento para tal determinação, exigindo operação manual com considerável perda de solvente por evaporação (MANIRAKIZA *et. al.* 2000).

Com o objetivo de diminuir o tempo de extração e as perdas de solvente, tem-se discutido alternativas para esta determinação, tais como misturas de solventes, sugeridas por Folch e Bligh & Dyer (BRUM *et al.* 2009, MANIRAKIZA *et. al.* 2000) e o uso de sacos filtros, conhecido como método filter-bag (AOCS, 2005). Esse método tem como princípio o uso de saquinhos filtrantes em um sistema pressurizado. Sua principal vantagem seria a determinação em menor tempo (de 10 a 120 min.) e em maiores temperaturas (de 60 a 120°C), realizando assim mais refluxos em menos tempo. Entretanto, o custo dos sacos utilizados para extração é alto.

O trabalho teve por objetivo a avaliação da eficácia do método filter bag em saquinhos novos e a possibilidade de reutilização de sacos usados uma única vez.

2. METODOLOGIA

Para realização deste trabalho foram usadas amostras com diferentes concentrações de extrato etéreo, tais como Soja em grão, Farelo de soja e *Urochloa Brizantha*, sendo estas últimas duas matérias-primas, amostras de referência oriundas do Ensaio de Proficiência para Laboratórios de Nutrição Animal (EPLNA).

As análises para determinação do teor de gordura foram realizadas no laboratório de Bromatologia e Nutrição animal (LABNUTRI) da Embrapa Clima Temperado, localizado na Estação Experimental Terras Baixas (EETB). O equipamento utilizado nas extrações de lipídeos foi o XT15 da marca ANKOM TECHNOLOGY®.

A metodologia utilizada neste experimento foi a recomendada pelo fabricante do equipamento. Essa metodologia foi acreditada pela American Oil Chemists' Society (AOCS) sob número 5-04 em 2005. (AOCS, 2005)

Foram pesadas 10 repetições de cada amostra para dois tipos de sacos (novos e reutilizados). Na reutilização dos saquinhos, foram escolhidos sacos usados em apenas uma extração (primeira reutilização) de amostras de pastagens, cuja concentração de lipídeos é baixa.

Foram feitas 5 extrações, cada uma com duas repetições de cada tratamento, no total de 12 amostras por extração, afim de eliminar o efeito de corrida.

Os dados foram submetidos à análise de variância e as médias comparadas pelo teste Tukey, com o auxílio do pacote estatístico SAS 9.0.

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Os resultados de teor de lipídios totais e matéria seca, com a utilização de saquinhos novos e reutilizados, das amostras de grão de soja, farelo de soja e *Urochloa Brizantha* estão relatados na tabela 1.

Tabela 1: Valores médios de Matéria Seca (MS) e Lipídios nas amostras de grão de Soja, Farelo de soja e Braquiária Brizantha utilizando saquinhos novos e reutilizados.

	MS		LIPÍDIOS	
	novo	reutilizado	novo	reutilizado
Soja	88,71	86,66	15,23 ^a	7,77 ^b
Farelo	91,30	90,71	1,93a	1,61a
<i>Urochloa</i>	85,61	84,06	1,16a	1,59a

Médias seguidas de letras diferentes na mesma linha diferem pelo teste de Tukey em nível de 5% ($P < 0,05$).

De acordo com a tabela 1, os valores encontrados a partir dos saquinhos reutilizados nas amostras de farelo de soja e *Urochloa* não diferiram em relação aos valores encontrados para extração utilizando saquinhos novos, o que habilita a reutilização do saquinho no processo de extração.

Os altos coeficientes de variação obtidos nesta avaliação (Soja em grão – 36,74; Farelo de soja – 36,04; *Urochloa Brizantha* – 32,87), indicam que há pontos a serem aperfeiçoados no processo de extração. Tal discrepância deve ser melhor estudada, tanto com relação à reutilização dos saquinhos quanto ao método de extração e o tipo de amostras utilizadas nesse trabalho. Em experimento avaliando diferentes tempos de extração para milho, GOMES *et. al.*,

(2012) recomendam uso de 30 minutos. Estudos realizados por LIU (2010) avaliaram tamanho de partículas, tipos de solvente e tempo de secagem pós-extração em amostras de resíduo de destilaria (DDGS) e verificaram diferenças significativas entre tais variáveis. LIU (2010) recomenda também maiores avaliações para cada tipo de material utilizado.

Os coeficientes de correlação encontrados, entre matéria seca e teores de lipídio, para as amostras de grão de soja e farelo de soja (0,91 e 0,77 respectivamente) sugerem que a umidade residual da amostra pode influenciar no processo de extração, o que justifica, em parte, a alta variabilidade nos resultados das amostras com maior teor de gordura (soja grão e farelo de soja).

Com relação aos valores de referência das amostras oriundas do Ensaio de Proficiência para Laboratórios de Nutrição Animal (Farelo de soja – 1,99% e *Urochloa Brizantha* – 1,86%) pode-se verificar que o procedimento recomendado pelo fabricante subestimou os teores de lipídios. De acordo com AOCS, (2005) o tempo de extração utilizado na determinação depende do tipo de amostra a ser utilizada no processo. Isso também representa a necessidade de avaliações específicas para cada tipo de matriz utilizada na determinação.

Não houve diferença nos resultados encontrados comparando os diferentes tipos de saquinhos em amostras com menor teor de gordura, (*Urochloa Brizantha* e farelo de soja – Tabela 1), o que habilita a possibilidade de reutilização dos mesmos. Porém, esses resultados ainda se mostraram menores em comparação aos valores de referência do EPLNA. Estudos avaliando a influência do tamanho de partículas das amostras e diferentes tempos de extração devem ser realizados.

4. CONCLUSÕES

A quantificação de lipídios pelo método filter-bag surge como alternativa válida na tentativa de substituir métodos lentos e com grandes perdas de solvente. Entretanto, avaliações específicas para cada tipo de amostra utilizada se fazem necessárias, principalmente estudos da influência dos parâmetros utilizados no procedimento de extração.

A reutilização dos saquinhos em amostras com baixo teor de gordura pode representar uma alternativa para diminuir o custo alto desta análise, contudo devem ser feitas mais avaliações a fim de encontrar as possíveis causas de variação do método e com isso, buscar alternativas para minimizá-los.

5. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ANKOM. **Operator's manual – ANKOM XT10 extraction system**. Macedon, 2009b. p. 21

AOCS. American Oil Chemists' Society. **Official Method Am 5-04, Rapid determination of oil/fat utilizing high temperature solvent extraction**. Urbana: Official Methods and Recommended Practices of the American Oil Chemists' Society, 2005.

BRASIL. Portaria, n. 108, 4 set. 1991. Método n. 10. **Diário Oficial [da] Republica Federativa do Brasil**, Brasília, p. 19819, 17 set. 1991. Seção 1.

BRUM, A., ARRUDA, L. e REGITANO-D'ARCE, M. Métodos de extração e qualidade da fração lipídica de matérias-primas de origem vegetal e animal, **Química Nova**, V. 32, N. 4, p. 849-854, 2009.

GOMES, P. C.; SIMEONE, M. L. F. **Determinação rápida de extrato etéreo utilizando extrator a alta temperatura**. Sete Lagoas: Embrapa Milho e Sorgo, 2012.(Comunicado técnico, 202).

INSTITUTO ADOLFO LUTZ. **Métodos físico-químicos para análise de alimentos**. São Paulo: Instituto Adolfo Lutz, 2008. p.1020. Acessado em: 07 out. 2013. Disponível em: [http:// www.ial.sp.gov.br](http://www.ial.sp.gov.br).

LIU, K. **Selected topics in the analysis of lipids**: modification of an AOCS official method for crude oil content in distillers grains. Urbana: The AOCS Lipid Library, 2011. Disponível em: <http://lipidlibrary.aocs.org/topics/oilcontent-Liu/index.htm>.

MANIRAKIZA, P. COVACI, A. and SCHEPENS, P. Comparative Study on Total Lipid Determination using Soxhlet, Roese-Gottlieb, Bligh & Dyer, and Modified Bligh & Dyer Extraction Methods. **JOURNAL OF FOOD COMPOSITION AND ANALYSIS**. V. 14, p. 93-100, 2001.