



AVALIAÇÃO DE DIFERENTES MÉTODOS DE EXTRAÇÃO LIPÍDICA SOBRE A COMPOSIÇÃO DO ÁCIDO GRAXO α -LINOLÊNICO EM SEMENTES DE *Perilla frutescens* (L.)

Claudia Marques da Silva¹; Ana Beatriz Zanqui¹; Aloísio Henrique Pereira de Souza²; Aline Kirie Gohara²; Lúcio Cardozo Filho³; Makoto Matsushita⁴

RESUMO: Foram desenvolvidos estudos comparativos entre três diferentes métodos de extração lipídica e avaliados em relação a composição do ácido graxo 18:3n-3 na semente de *Perilla frutescens* (L.). As extrações de lipídios foram realizadas de acordo com métodos de Soxhlet, prensagem e fluido subcrítico. Os resultados mostram que houve diferença significativa ($p < 0,05$), no teor do ácido graxo ômega-3 entre os métodos de extração. A menor concentração do ácido graxo da série ômega-3 foi observado no método de Soxhlet, e as maiores concentrações foram verificadas entre os métodos do fluido subcrítico e prensagem mecânica.

PALAVRAS-CHAVE: ácidos graxos; métodos de extração; ômega-3; *Perilla frutescens* (L.)

1. INTRODUÇÃO

Perilla frutescens (L.) pertence a família Labiatae, é uma planta herbácea amplamente cultivada na Ásia Ocidental. Suas folhas são frequentemente utilizadas em sushi, sopas, saladas, temperos e enfeite de comida. Os grãos de *Perilla* contêm níveis elevados do ácido graxo α -linolênico (em torno de 60%) (YANG et al., 2012). A ingestão deste ácido graxo é de grande importância na dieta, pois ele não é sintetizado pela síntese *de novo* e atua na percução dos ácidos graxos poli-insaturados de cadeia longa como eicosapentanoico e docosahexaenoico (DUBOIS et al., 2007).

O ômega-3 é conhecido pelos seus efeitos benéficos a saúde e contribui na prevenção de doenças crônicas (SIMOPOULOS, 1991).

Existem diferentes técnicas de extração lipídica, entretanto a qualidade do produto final pode ser influenciada pela metodologia utilizada. Segundo MORETTO & FETTE (1998), a extração lipídica de sementes oleaginosas é tradicionalmente executada através da metodologia de Soxhlet, empregando solvente orgânico e por meio do método da prensagem, ou na combinação de ambos.

¹ Alunas de mestrado do Programa de Pós-Graduação em Química da Universidade Estadual de Maringá, UEM Maringá – Paraná. claudia_marquess@hotmail.com, biazanqui@gmail.com

² Alunos de doutorado do Programa de Pós-Graduação em Ciência de Alimentos da Universidade Estadual de Maringá UEM Maringá – Paraná. souzaahps@gmail.com, aline.gohara@gmail.com

³ Co-orientador, Professor Doutor do Departamento de Engenharia Química da Universidade Estadual de Maringá UEM Maringá – Paraná. cardozo@deq.uem.br

⁴ Orientador, Professor Doutor do Departamento de Química da Universidade Estadual de Maringá UEM Maringá – Paraná. mmakoto@uem.br

A extração por fluido subcrítico é uma alternativa em relação aos métodos convencionais, apresentando uma série de vantagens como ausência de solvente no extrato final, maior seletividade e não utiliza solventes tóxicos (LANG & WAI, 2001).

O objetivo deste trabalho foi avaliar entre os diferentes métodos, qual a técnica mais eficiente para a obtenção do ácido graxo α -linolênico extraído de grãos de perilla.

2. MATERIAL E MÉTODOS

As amostras foram adquiridas no comércio local na cidade de Maringá (PR), importadas da Índia. Os grãos foram moídos, passados em peneiras de 14 mesh, homogeneizadas, embaladas a vácuo em embalagem de polietileno e congeladas a temperatura de -18°C .

A extração lipídica foi avaliada por três técnicas, sendo realizada segundo a metodologia segundo INSTITUTO ADOLFO LUTZ, 2005 (Soxhlet); prensagem mecânica e por fluido subcrítico empregando propano como solvente na condição de pressão 16 MPa e temperatura de 80°C , sob vazão constante de $2\text{ cm}^3/\text{min}$ durante 90 minutos.

Os ácidos graxos foram convertidos em ésteres metílicos de ácidos graxos (EMAG), conforme a metodologia proposta por MAIA & RODRIGUEZ-AMAYA (1993). Os EMAG foram separados em um cromatógrafo a gás CP-3380 (Varian, EUA), equipado com detector de ionização em chama e coluna capilar de sílica fundida CP -7420 Select FAME (100 m de comprimento, 0,25 mm de diâmetro interno e 0,25 μm de cianopropil). As temperaturas do injetor e detector foram mantidas em 235° . O fluxo dos gases foi de $1,4\text{ mL min}^{-1}$ para o gás de arraste (H_2), 30 mL min^{-1} para o gás auxiliar (N_2), 30 e 300 mL min^{-1} , para o gás H_2 e ar sintético da chama. O volume injetado foi de $2,0\text{ }\mu\text{L}$ e o divisor de amostra 1:100. A temperatura da coluna foi programada em 165°C durante 4 min., $4^{\circ}\text{C min}^{-1}$ até 185°C por 5 min., em seguida uma temperatura de $10^{\circ}\text{C min}^{-1}$ até 225°C onde foi mantida durante 10 min., totalizando 28 min. de análise. As áreas dos picos foram determinadas através do Software Varian Workstation Star, versão 5.0. A identificação dos EMAG foi realizada por comparação do tempo de retenção de padrões de ésteres metílicos da Sigma (EUA). A quantificação absoluta foi realizada segundo JOSEPH & ACKMAN (1992) utilizando tricosenoato de metila como padrão interno, os resultados foram expressos em mg/g lipídeo.

Os resultados obtidos foram submetidos à análise de variância (ANOVA) a 5% de probabilidade, pelo teste de Tukey, através do software do Sistema SAS, versão 9.1.

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

A tabela 1 apresenta a composição dos ácidos graxos, somatórios e razão entre os grupos de ácidos graxos da Perilla submetida aos diferentes métodos de extração de lipídios.

Foram quantificados seis ácidos graxos na composição lipídica da semente, dentre estes, três ácidos graxos saturados (AGS), um ácido graxo monoinsaturado (AGMI) e dois ácidos graxos poliinsaturados (AGPI). Dentre os ácidos graxos analisados, o α -linolênico (18-3n-3) foi predominante, seguido dos oléico (18:1n-9) e linoléico (18:2n-6).

Pode-se observar diferenças entre os valores dos ácidos graxos presentes entre as diferentes técnicas. O método do fluido subcrítico e prensagem apresentaram maiores resultados do 18-3n-3, com 530,43 mg/g de lipídios totais e 523,85 mg/g de lipídios totais, respectivamente. A menor concentração foi observado no método de Soxhlet (494,17 mg/g de lipídios totais) provavelmente isto ocorreu devido a degradação pela alta temperatura aplicada. Analisando a razão ômega-3/ômega-6, o método do fluido

subcrítico apresentou o melhor valor 0,26, com diferença significativa entre os demais métodos. Esta razão, entre ácidos graxos n-6 e n-3 é um importante fator na dieta, pois determina a ingestão adequada de ácidos graxos.

Tabela 1: Composição em ácidos graxos em mg/g de lipídios totais das sementes de *Perilla frutescens* por diferentes métodos de extração lipídica

Ácidos graxos	Metodologia de extração lipídios		
	Fluido subcrítico	Prensagem mecânica	Soxhlet
16:0	61,50 ^b ±1,13	64,22 ^b ±0,90	69,75 ^a ±2,13
18:0	17,52 ^c ±0,42	15,90 ^b ±0,77	23,00 ^a ±0,08
18:1n-9	172,56 ^b ±2,41	146,91 ^c ±4,23	185,13 ^a ±6,93
18:2n-6	140,66 ^b ±2,13	171,70 ^a ±4,60	150,41 ^b ±4,81
20:0	2,31 ^a ±0,09	2,35 ^a ±0,10	2,30 ^a ±0,08
18:3n-3	530,43 ^a ±5,54	523,85 ^a ±10,12	494,17 ^b ±14,26
AGS	81,32 ^b ±1,38	82,48 ^b ±1,56	95,05 ^a ±2,09
AGMI	172,56 ^b ±2,40	146,91 ^c ±4,23	185,13 ^a ±6,93
AGPI	671,09 ^b ±3,41	695,55 ^a ±5,55	644,58 ^c ±9,44
n-6	140,66 ^b ±2,12	171,70 ^a ±4,59	150,41 ^b ±4,81
n-3	530,43 ^a ±5,53	523,85 ^a ±10,12	494,17 ^b ±14,25
AGPI/AGS	8,25 ^a ±0,17	8,44 ^a ±0,23	6,79 ^b ±0,24
n-6/n-3	0,26 ^c ±0,00	0,33 ^a ±0,01	0,30 ^{ab} ±0,02

Resultados da média de três replicatas±desvio padrão. Valores expressos em mg/g de lipídios totais.

Médias seguidas de letras diferentes na mesma linha são significativamente diferentes entre si pelo teste de Tukey, a nível de 5% de probabilidade. AGS: somatório dos ácidos graxos saturados, AGMI: somatório dos ácidos graxos monoinsaturados, AGPI: somatório dos ácidos graxos poli-insaturados, n-6: somatório dos ácidos graxos ômega-6, n-3: somatório dos ácidos graxos ômega-3, AGPI/AGS: razão entre somatório dos ácidos poli-insaturados por saturados e n-6/n-3: razão entre somatório dos ácidos da série n-6 e n-3.

4. CONCLUSÃO

O método da prensagem mecânica e fluido subcrítico, foram os melhores métodos em relação a composição do ácido graxo α -linolênico, enquanto o método de Soxhlet foi o pior método na avaliação deste ácido graxo. Em relação a razão n-6/n-3, o fluido subcrítico apresentou melhores resultados.

5. REFERÊNCIAS

DUBOIS, V., BRETON, S., LINDER, M., FANNI, J., PARMENTIER, M. Fatty acid profiles of 80 vegetable oils with regard to their nutritional potential. **European Journal of Lipid Science and Technology**, vol. 109, p. 710-732, 2007.

INSTITUTO ADOLFO LUTZ. Normas analíticas do Instituto Adolfo Lutz. IV-Métodos químicos e físicos para análise de alimentos. 5ª ed. São Paulo : Secretária de Estado da Saúde, Coordenadoria dos Serviços Especializados, 2005.

JOSEPH, J. D.; ACKMAN, R. G. Capillary column gas-chromatographic method for analysis of encapsulated fish oils and fish oil ethyl-esters. **Journal of AOAC Inter.** vol. 75, n.3, p. 488-506, 1992.

LANG, Q., WAI, C.M. Supercritical fluid extraction in herbal and natural product studies—a practical review. **Talanta**, v. 53, p. 771-782, 2001.

MAIA, E. L.; RODRIGUES-AMAYA, D. Avaliação de um método simples e econômico para metilação de ácidos graxos com lipídios de diversas espécies de peixes. **Revista Instituto Adolfo Lutz**, São Paulo, vol. 53, p.27-35, 1993.

MORETTO, E., FETT, R. Tecnologia de óleos e gorduras vegetais na indústria de alimentos. Ed. Varela, São Paulo, 1998

SIMOPOULOS, A.P. Omega-3 fatty acids in health and disease and in growth and development. **The American Journal of Clinical nutrition**, vol. 54, p. 438-463, 1991.

YANG, S.-Y.; HONG, C.-O; LEE,H; PARK, S.-Y; PARK, B.-G; LEE, K.-W. Protective effect of extracts of *Perilla frutescens* treated with sucrose on *tert*-butyl hydroperoxide-induced oxidative heptotoxicity *in vitro* and *vivo*. **Food Chemistry**, vol. 133, p. 337-343, 2012.