

27 A 29 DE OUTUBRO DE 2020



ON LINE

7º Simpósio de
Segurança Alimentar

Inovação com sustentabilidade

Óleo do bagaço de azeitona: Influência do tempo e da temperatura de extração nos compostos fenólicos e na atividade antioxidante.

E.A. Vasconcellos¹, C.S. Dias², R.S. Rodrigues³, V.T. Crexi⁴

1- Engenharia de Alimentos – Universidade Federal do Pampa – CEP: 96413-172 – Bagé – RS – Brasil, Telefone: (53) 32403600 – e-mail: ericavasconcellos.aluno@unipampa.edu.br

2- Engenharia de Alimentos – Universidade Federal do Pampa – CEP: 96413-172 – Bagé – RS – Brasil, Telefone: (53) 32403600 – e-mail: candicedias@unipampa.edu.br

3 – Química de Alimentos – Universidade Federal de Pelotas – CEP: 96413-172 – Bagé – RS – Brasil, Telefone: (53) 32757285 – e-mail: rosane.rodrigues@ufpel.edu.br

4 - Engenharia de Alimentos – Universidade Federal do Pampa – CEP: 96413-172 – Bagé – RS – Brasil, Telefone: (53) 32403600 – e-mail: valeriacrexi@unipampa.edu.br

RESUMO – O trabalho tem por objetivo avaliar a influência do tempo e da temperatura na atividade antioxidante e nos fenóis totais do óleo do bagaço de azeitona obtido por extração assistida por ultrassom. A extração por ultrassom foi realizada variando as condições de temperatura (30°C e 60°C) e tempo (30min. e 60min.) com etanol como solvente na proporção de 1:18 (bagaço:etanol). Foram realizadas as análises de compostos fenólicos e atividade antioxidante. O experimento que utilizou maior tempo de extração (60 min.) e menor temperatura (30°C), apresentou melhores teores de compostos fenólicos (de 94,59 EAG mg.100g⁻¹) e de capacidade antioxidante (95,33% de inibição do radical DPPH). Conclui-se que o bagaço de azeitona é uma promissora fonte de compostos fenólicos com boa atividade antioxidante, podendo ser utilizado em produtos alimentícios e farmacêuticos.

ABSTRACT - The study aims to evaluate the influence of time and temperature on the antioxidant activity and on the total phenols of olive pomace oil obtained by ultrasound assisted extraction. Ultrasound extraction was performed by varying the temperature (30°C and 60°C) and time (30min. And 60min.) the conditions with ethanol as a solvent in the 1:18 ratio (bagasse: ethanol). Analyzes of phenolic compounds and antioxidant activity were performed. The experiment that used longer extraction time (60 min.) and lower temperature (30°C), showed better levels of phenolic compounds (94,59 EAG mg.100g⁻¹) and antioxidant capacity (95.33% inhibition of DPPH radical). It is concluded that olive pomace is a promising source of phenolic compounds with good antioxidant activity and can be used in food and pharmaceutical products.

PALAVRAS-CHAVE: compostos bioativos; resíduo; ultrassom.

KEYWORDS: bioactive compounds ; residue; ultrasound.

REALIZAÇÃO



ORGANIZAÇÃO



www.officeeventos.com.br

1. INTRODUÇÃO

A Região da Campanha, situada no Rio Grande do Sul, apresenta um grande potencial para a produção de azeite. Com o crescimento do setor, há conseqüentemente um aumento da geração de resíduos decorrentes do processamento da azeitona que poderão vir a representar um problema ambiental. Entre esses resíduos tem-se o bagaço de azeitona e as águas residuais. Medeiros (2016) relata que todo resíduo gerado no Brasil tem sido utilizado como composto orgânico, sendo aplicado diretamente no olival, a fim de que sirva como fonte de nutrientes para oliveiras, prática essa que tem sido observada no Rio Grande do Sul.

O bagaço de azeitona é um resíduo semissólido, moderadamente ácido, formado por caroço, polpa da azeitona, e água de vegetação (NIAOUNAKIS & HALVADAKIS, 2006; ROIG *et al.*, 2006) que corresponde a aproximadamente 40% do volume total da matéria-prima original (azeitona). A sua composição varia de acordo com a cultivar das azeitonas, estado de maturação dos frutos, condições climáticas e práticas de cultivo, sendo constituído por elevadas quantidades de água (60-70%), azeite residual retido na polpa (2,5 a 3%), compostos inorgânicos e quantidades apreciáveis de lignina, celulose e hemicelulose, bem como proteínas, poliálcoois, ácidos graxos, açúcares, polifenóis e outros pigmentos (RINCÓN *et al.*, 2013; HERNÁNDEZA *et al.*, 2014).

Devido aos constituintes bioativos do bagaço de azeitona que permanecem após a extração do azeite extravirgem no processo de duas fases, estes resíduos são considerados uma fonte rica de compostos fenólicos. Estudos apontam que o bagaço de azeitona, particularmente a fração lipídica, contém os mesmos compostos químicos de interesse presentes no azeite de primeira extração (JÚLIO, 2015). Cioffi *et al.* (2010) descreve a mesma atividade antioxidante do azeite de primeira extração, do óleo obtido do bagaço de azeitona e das folhas de oliveiras Assim, o interesse no óleo de bagaço de azeitona é devido aos seus constituintes menores bioativos, geralmente incluídos na matéria insaponificável. A fração insaponificável contém quantidades significativas de esteróis, álcoois graxos, tocoferóis, álcoois triterpenos e esqualeno (CHANIOTI, 2016).

A extração do óleo do bagaço de azeitona é realizada usando hexano, sendo o mesmo processo que é utilizado na extração de óleos de sementes. Esse método tem por desvantagem a utilização do solvente, temperaturas e tempos elevados (RUIZ-MENDEZ, 2013). O uso da tecnologia de ultrassom para a extração do óleo residual do bagaço seria uma alternativa a extração convencional para diminuir ou impedir a perda dos compostos bioativos do óleo. A tecnologia de ultrassom é utilizada para reduzir o tempo utilizado no processo de extração, uma vez que durante a propagação das ondas ultrassônica através do material, parte é convertida em calor (CLODOVEO *et al.*, 2013). Esse método de extração tem sido aplicado com resultados promissores, apresentando como vantagens a simplicidade do equipamento, economia do custo inicial, e na extração de compostos orgânicos, aumento no rendimento e diminuição do tempo de processo (TAO *et al.*, 2014).

Este trabalho tem por objetivo avaliar a influência do tempo e da temperatura na atividade antioxidante e nos fenóis totais do óleo residual do bagaço de azeitona obtido por extração assistida por ultrassom.

2. MATERIAL E MÉTODOS

Matéria-prima

A matéria-prima (bagaço de azeitona) foi fornecida por uma indústria processadora de azeites situada no município de Pinheiro Machado - RS referente à safra 2019. O bagaço foi coletado logo após o processo de extração do azeite de duas fases, e transportado em caixas térmicas para o Laboratório de Desenvolvimento Tecnológico e Inovação Aplicado aos Olivais da Região da Campanha situado à Universidade de Federal do Pampa Campus Bagé, onde foi caracterizado e armazenado em caixas do tipo gerbox com aproximadamente 150 g cada, e congelados em ultra freezer (INDREL SCIENTIFIC – modelo IULT) a -75°C para liofilização.

Preparo do bagaço e extração do óleo residual

A liofilização do bagaço foi realizada no liofilizador do tipo bancada (LIOTOP– Modelo L101) por 48 horas a temperatura de -55°C. O bagaço liofilizado foi triturado em moinho analítico Modelo IKA A11 Basic Mill seguido de peneiramento em malha 20 com abertura de 850 mm/μm para remoção de partículas maiores e pedaços de sementes que não foram trituradas.

O bagaço seco e moído foi submetido a extração do óleo por ultrassom na proporção de 1:18 (Bagaço de azeitona: Etanol), variando o tempo de 30 e 60 minutos e a temperatura de 30 e 60°C, totalizando quatro tratamentos.

As extrações do óleo residual do bagaço foram realizadas em banho ultrassônico Unique (Modelo USC2800A) frequência 40kHz e potência US: 154w. Após a extração, o óleo foi obtido através da separação da fração sólida da líquida por filtração. A fração líquida (óleo e solvente) foi rotaevaporada a 40°C sob vácuo, obtendo-se o óleo residual. Traços do solvente foram removidos em estufa de vácuo a 40°C por 18 h.

O óleo do bagaço foi avaliado em triplicata quanto aos fenóis totais e a atividade antioxidante em todos os tratamentos.

Os compostos fenólicos foram determinados conforme metodologia de Singleton e Rossi (1965) para o método de Folin-Ciocalteu. O teor de fenóis foi obtido através da curva-padrão expressa na Equação 1. O resultado é dado em equivalentes de ácido gálico (EAG) mg.100g⁻¹ de amostra.

$$y = 0,0092x + 0,0202 \quad (R^2 = 0,9991)$$

(1)

A capacidade antioxidante foi determinada através da capacidade dos compostos presentes nas amostras em sequestrar o radical estável DPPH (2,2-difenil-1-picrilhidrazila), segundo método descrito por Brand-Williams, Cuvelier e Berser (1995) sendo o resultado expresso em porcentagem de inibição de acordo com a Equação 1.

$$\% \text{Inibição} = \frac{A_{\text{branco}} - A_{\text{amostra}}}{A_{\text{branco}}} \quad (2)$$

Onde: A_{branco} a absorbância no comprimento de onda do branco e A_{amostra} a absorbância no comprimento de onda da amostra.

A análise de resultados foi realizada por análise de variância ANOVA, sendo as diferenças avaliadas pelo Teste de Tukey de comparações de médias ao nível 5% de significância, utilizando o software Statistica 7.0.

3. RESULTADO E DISCUSSÕES

A Tabela 2 apresenta os resultados dos tratamentos de extração do óleo residual do bagaço da azeitona para as respostas fenóis totais e atividade antioxidante.

Tabela 1: Respostas para fenóis totais e atividade antioxidante para os tratamentos de extração do óleo residual.

Tratamentos	Tempo	Temperatura	Fenóis totais	Atividade antioxidante
	min	°C	mg.100g ⁻¹ de óleo	% inibição
1	30 min	30 °C	57,31 ^d ± 0,01	95,24 ^{ab} ± 0,10
2	30 min	60 °C	73,11 ^c ± 0,94	95,17 ^{ab} ± 0,05
3	60 min	30 °C	94,59 ^a ± 0,02	95,33 ^a ± 0,10
4	60 min	60 °C	77,55 ^b ± 0,72	94,92 ^b ± 0,24



Fonte: Autor (2019)

*Letras minúsculas iguais ao lado dos resultados significam que não há diferença estatística entre os valores da mesma coluna.

*As análises foram realizadas em triplicada e o resultado é a média e o desvio padrão dessas análises.

É possível observar pela tabela 1 que houve diferença significativa ao nível de significância de 5% para as análises de fenóis totais entre todos os tratamentos, já para as análises de atividade antioxidante houve diferença entre os experimentos 3 e 4. O tratamento 3 (30°C e 60min.) apresentou maior teor de fenóis totais (94,59 mg de ácido gálico.100g⁻¹ de óleo) e de atividade antioxidante (95,33%), respectivamente.

Os fatores edafoclimáticos podem influenciar no perfil de compostos fitoquímicos do bagaço de azeitona, além de outros fatores como as práticas agrícolas, cultivar ou o estágio de maturação. Para o óleo do bagaço o teor de fenóis totais pode ser indicativo de uma maior resistência à oxidação e conseqüentemente maior vida de prateleira, uma vez que são capazes de inibir a oxidação de moléculas e eliminar radicais livres aumentando a estabilidade do produto ao longo do seu tempo de conservação (ZAGO et al. 2019).

A estrutura do composto fenólico presente no óleo é determinante para as propriedades de sequestro e inibição de radicais livres. Para exercer a função biológica, como ação antioxidante, é necessário que os compostos sejam capazes de impedir, retardar ou evitar a oxidação medida pela ação do radical livre, para isso, o número de grupos hidroxilas e sua posição em relação ao grupamento carboxila são de suma importância para ocorrência da ação antioxidante (BOUARROUNDJ et al. 2016; MELLO & Pinheiro, 2012).

Alludatt et al., (2011), ao avaliarem as condições de extração e atividade antioxidante de compostos fenólicos do bagaço de azeitonas, verificaram que o azeite de oliva pode conter percentuais baixos de fenólicos e atividade antioxidante quando comparado ao bagaço proveniente de sua extração, o que confirma que o resíduo sólido constitui uma fonte natural e de baixo custo de compostos bioativos que pode ser utilizada em alimentos e produtos farmacêuticos e nutracêuticos.

Lafka et. al., (2011), pesquisaram o potencial antioxidante e o teor de compostos fenólicos nos óleos do bagaço de azeitona extraídos por técnica convencional utilizando diferentes solventes (metanol, etanol, n-propano, isopropano e acetato de etila) e por extração supercrítica (CO₂). Nesse estudo os autores determinaram maior atividade antioxidante (59,8%) utilizando etanol, valor esse menor que do presente trabalho. O teor de compostos fenólicos na extração com etanol determinados pelos autores foi de 95,3%, valor esse próximo ao da tabela 1.

4. CONCLUSÃO

Na extração do óleo residual do bagaço de azeitona por ultrassom o tratamento que apresentou maior teor em compostos fenólicos (94,59 mg de ácido gálico.100g⁻¹ de óleo) e maior atividade antioxidante (95,33%) foi com uso de maior tempo de extração (60 min.) e menor temperatura (30°C). Este conhecimento é importante para a continuidade de estudos da técnica de extração do óleo restante no bagaço de azeitona e seu valor como fonte de compostos bioativos para utilização futura na indústria alimentícia e farmacêutica.

5. REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICA

ALLUDATT, M.H. (2010). Optimisation, characterisation and quantification of phenolic compounds in olive cake. Food Chemistry, London, 123 (1), 117-122.

BRAND-WILLIAMS, W.; CUVÉLIER, M. E. & BERSER, C. (1995). Use of a Free Radical Method To Evaluate Antioxidant Activity. Lebensm.-Wiss. u.-Technol.28, 25-30.

REALIZAÇÃO



ORGANIZAÇÃO



www.officeeventos.com.br



- CHANIOTI S. & TZIA C. (2017). Optimization of ultrasound-assisted extraction of oil from olive pomace using response surface technology: Oil recovery, unsaponifiable matter, total phenol content and antioxidant activity. *LWT-Food Sci. Technol.* 79,178–189.
- CLODOVEO, D., DURANTE, V. & LA NOTTE, D.(2013). Working towards the development of innovative ultrasound equipment for the extraction of virgin olive oil. *Ultrasonics Sonochemistry.* 20, 1261-1270.
- CIOFFI, G., PESCA, M. S., DE CAPRARIIS, A. B., SEVERINO, L. & DE TOMMASI, N. (2010). Phenolic compounds in olive oil and olive pomace from Cilento (Campania, Italy) and their antioxidant activity *Food Chemistry*, 121, 105-111.
- HERNÁNDEZA D., ASTUDILLOA L., GUTIÉRREZA M., TENREIRO C., RETAMAL C. & ROJAS C.(2014). Biodiesel production from an industrial residue: Alperujo. *Industrial Crops and Products*, 52,495–498.
- JÚLIO, L. R. C. (2015). Tratamento, caracterização química e estudo In vivo do bagaço de azeitona resultante da extração do azeite de oliva. Tese (Doutorado) do Curso de Ciência dos Alimentos, Universidade Federal de Lavras, Lavras, 114f.
- LAFKA, T. L.; LAZOU, A. E.; SINANOGLU, V.J. & EVANGELOS, S. L. (2011). Phenolic and antioxidant potential of olive oil mill wastes. *Food Chemistry*, 125, 92-98.
- MEDEIROS, R. M. L.; VILLA, F.; SILVA, D. F. & JÚLIO, R. L. C. (2016). Destinação e Reaproveitamento de Subprodutos da Extração Olivícola. *Scientia Agraria Paranaensis*, [s.l.]. *Revista Scientia Agraria Paranaensis*, 15 (2), 100-108.
- MELLO, L. D. & PINHEIRO, M. F. (2012). Aspectos físico-químicos de azeites de oliva e de folhas de oliveira provenientes de cultivares do RS, Brasil. *Alimentos e Nutrição.* 23, 537-548.
- NIAOUNAKIS, M. & HALVADAKIS, C.P. (2006). Olive processing waste management. Literature review and patent survey. 2nd ed., Elsevier, 96–99,2006.
- ROIG A.; CAYUELA M. & SÁNCHEZ-MONEDERO M. (2006). An overview on olive mill wastes and their valorisation methods. *Waste Manage* 26, 960–969.
- RINCÓN B.; BUJALANCE L.; FERMOSE F.G.; MARTÍN A. & BORJA R. (2013). Biochemical methane potential of two-phase olive mill solid waste: Influence of thermal pretreatment on the process kinetics. *Bioresource Technology*,140, 249–255.
- RUIZ-MÉNDEZ M. V.; ROMERO C., MEDINA E.; GARCÍA A.; CASTRO A. & BRENES M. (2013). “Acidification of Alperujo Paste Prevents Off-Odors During Their Storage in Open Air”, *J Am Oil Chem Soc*, 90,401–406.
- SINGLETON, V. L. & ROSSI, J. A. (1965). Colorimetry of total phenolics with phosphomolybdic acid reagentes. *Amer. J. Enol. Vitcult.* 16, 144-158.
- TAO, Y.; ZHANG, Z. & SUN, D. (2014). Kinetic modeling of ultrasound-assisted extraction of phenolic compounds from grape marc: Influence of acoustic energy density and temperature. *Ultrasonics Sonochemistry.* 21 (4) ,1461-1469.
- ZAGO, L.; SQUEO, G.; BERTONCINI, E. I.; DIFONZO, G. & CAPONIO, F. (2019). Chemical and sensory characterization of Brazilian virgin olive oils. *Food Research International*, 126, 1-9.