



Determinação rápida de extrato etéreo utilizando extrator a alta temperatura

Priscila Cordeiro Gomes¹
Maria Lúcia Ferreira Simeone²

Introdução

A avaliação da qualidade nutricional dos alimentos é determinada pela análise de sua composição química. Uma das análises requeridas nessa avaliação é a determinação de lipídeos (FENNEMA, 1996). Os lipídeos são compostos orgânicos altamente energéticos que contêm ácidos graxos essenciais ao organismo e que atuam como transportadores de vitaminas lipossolúveis (INSTITUTO ADOLFO LUTZ, 2008).

A determinação de lipídeos em alimentos também é denominada determinação de extrato etéreo e é fundamentada no método de extração com solventes orgânicos (INSTITUTO ADOLFO LUTZ, 2008). Os métodos mais utilizados são o de Goldfisch e o de Soxhlet, sendo que essas metodologias necessitam de 4 a 6 horas de extração (NOGUEIRA; SOUZA, 2005).

Uma alternativa ao método de Soxhlet é fundamentada na tecnologia de saquinhos filtrantes (*filter bag technology*), desenvolvida pela Ankom Technology Inc. (Macedon, NY) (LIU, 2011). Essa metodologia

alternativa foi aprovada pela AOCS em 2005, com a publicação do método oficial *Am 5-04* (AOCS, 2005). É um método automatizado em que o processo de extração é conduzido em alta temperatura, a 90 °C, em um sistema fechado, o que aumenta a rapidez da extração com consequente redução do tempo para até 60 min, no máximo. Este método também permite a extração de 15 amostras simultaneamente e a recuperação de aproximadamente 90% do solvente utilizado (ANKOM, 2009b; LIU, 2011).

O objetivo deste documento é aplicar a metodologia padronizada pela AOCS (2005) e realizar as adequações necessárias para sua implantação no Laboratório de Composição Centesimal (LCC) da Embrapa Milho e Sorgo.

Materiais, reagente e equipamentos

Materiais

Peneira 5 mesh (4 mm)
Dessecador
Espátula de aço inox

¹ Farmacêutica, M.Sc. em Ciência de Alimentos, Analista da Embrapa Milho e Sorgo, Sete Lagoas, MG, priscila.gomes@embrapa.br

² Química, D.Sc. em Química Orgânica, Pesquisadora da Embrapa Milho e Sorgo, Sete Lagoas, MG, marialucia.simeone@embrapa.br

Marcador para retroprojektor com tinta permanente
 Papel toalha
 Peneira
 Pinça
 Proveta de 250 mL
 Saquinhos Ankom® (*Filter bag*) XT4
 Seladora
 Suporte para pesagem
 Suporte para extração

Reagentes

Éter de petróleo, P.A., com as seguintes especificações: faixa de destilação de 30 °C a 60 °C; cor (APHA) – 10; densidade (g/mL a 15 °C) 0,625 a 0,660; resíduo após evaporação 0,001 %, acidez de acordo e óleos e gorduras de acordo.

Equipamentos

Balança com resolução 0,0001 g ou menor.
 Estufa ajustada para (102 ± 2) °C.
 Extrator de Gordura (Ankom® modelo XT10)
 Termômetro com faixa de 60 °C a 110 °C

Amostras

Para a realização das análises de extrato etéreo foram utilizadas uma amostra de milho e outra de sorgo provenientes do programa de Ensaio de Proficiência de Laboratórios de Nutrição Animal (EPLNA) e que possuem concentração estimada de extrato etéreo de 3,03% a 4,47% e de 2,00% a 4,16% respectivamente. Utilizou-se também uma amostra denominada *Low Fat* fornecida pelo fabricante do equipamento, com concentração de 9,0% a 9,6% de extrato etéreo. A faixa de concentração designada para as amostras avaliadas foi com base em dois desvios padrão.

Procedimento

Para definir a melhor condição de extração, a amostra de milho, em triplicata, foi utilizada como padrão e três diferentes tempos de extração foram avaliados (30 min, 40 min e 50 min). Após a definição da melhor condição de extração, as amostras de sorgo e a *Low Fat* foram avaliadas em triplicata. Os parâmetros de desempenho sugeridos pelo INMETRO (2011) são precisão (desvio padrão relativo), porcentagem de recuperação e o índice de *z-score*, e serão utilizados para considerar a metodologia adequada para uso no LCC da Embrapa Milho e Sorgo.

O procedimento para determinação de extrato etéreo sob alta pressão e alta temperatura está descrito a seguir e está conforme proposto por AOCS (2005) e ANKOM (2009a):

- Registrar o número da amostra em cada saquinho XT4 utilizando um marcador para retroprojektor com tinta permanente.
- Pesar de 1,000 a 1,020 g de amostra e anotar o peso (P_1) e selar o saquinho XT4 (filtro), utilizando uma seladora.
- Colocar as amostras para secar em estufa a (102 ± 2) °C por 3 h, em uma peneira com malha de 4 mm. Esta etapa pode ser usada na determinação da matéria seca.
- Deixar as amostras esfriando em dessecador até atingir a temperatura ambiente e pesar (P_2).
- Acomodar as amostras no equipamento e, com o auxílio de uma proveta, adicionar 200 mL de éter de petróleo no compartimento de extração e 150 mL de éter de petróleo no tubo de teflon.
- Em seguida, ligar o equipamento e selecionar o tempo de extração desejado (30 min, 40 min ou 50 min para avaliação).
- Selecionar a temperatura de extração, que é de 90 °C.
- Após completar o processo de extração, retirar as amostras do extrator com o auxílio de uma pinça, acomodá-las na peneira de malha de 4 mm, e colocar as amostras para secagem em estufa a (102 ± 2) °C por 30 min.
- Deixar as amostras esfriando em dessecador até atingir a temperatura ambiente e pesar (P_3).

Cálculos

$$EE\% = \frac{100 \times (P_2 - P_3)}{P_1}$$

$$\text{Resultado corrigido para matéria seca (MS) a } 105\text{ °C} = \frac{EE\% \times 100}{MS}$$

Resultados e discussão

Os parâmetros utilizados para definir a melhor temperatura de extração dentre as avaliadas são mostrados na Tabela 1. De acordo com a EUROPEAN COMMISSION (2002), os parâmetros de qualidade de um método analítico deve apresentar 10% de precisão (desvio padrão relativo) e de 80% a 110% de porcentagem de recuperação. O índice de *z-score* recomendado pelo INMETRO (2011) deve estar entre -2 e 2.

Tabela 1. Parâmetros de desempenho obtidos para diferentes tempo de extração para a amostra de milho.

Tempo (min)	Precisão (%)	Recuperação (%)	Índice z-score
30	2,32	103,59	0,37
40	6,02	91,14	-0,92
50	10,33	106,64	0,69

Os dados apresentados na Tabela 1 podem ser considerados satisfatórios para todos os tempos de extração avaliados. Foi escolhido o tempo de 30 min, pois apresenta um melhor desempenho nos três parâmetros, além de proporcionar um menor tempo de análise.

Os resultados obtidos para as amostras, inclusive a amostra de sorgo e a amostra *Low Fat* estão apresentados na Tabela 2

Os teores de extrato etéreo encontrados para as amostras de milho e sorgo estão dentro da faixa estimada pelo EPLNA para a extração conduzida a 90 °C por 30 min. A amostra *Low Fat*, para as mesmas condições, apresentou resultado de acordo com a faixa estipulada pelo fabricante.

Os parâmetros de desempenho avaliados e apresentados na Tabela 2 para todas as amostras estudadas estão de acordo com as recomendações da European Commission (2002) e do INMETRO (2011). Valores de precisão abaixo de 10%, recuperação entre 80% e 110% e z-score entre -2 e 2.

Conclusão

O método para determinação de extrato etéreo utilizando solvente à alta temperatura em amostras de milho e sorgo pode ser considerado adequado, pois apresentou resultado dentro dos limites de aceitabilidade definidos pela European Commission (2002) e INMETRO (2011). Assim,

o tempo de extração adequado para uso desta metodologia no LCC da Embrapa Milho e Sorgo é de 30 minutos para uma temperatura de extração de 90 °C.

Agradecimentos

Agradecemos ao colega, Carlos Henrique Pires, pelo auxílio na execução das atividades deste trabalho.

Referências

ANKOM. **Technology method 2:** rapid determination of oil/fat utilizing high temperature solvent extraction. Macedon, 2009a. p. 2.

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.

EUROPEAN COMMISSION. Commission decision 2002/657/EC of 12 August 2002. Implementing council directive 96/23/EC concerning the performance of analytical methods and the interpretation of results. **Official Journal of the European Communities**, p. L221/8, 2002.

FENNEMA, O. R. **Food chemistry.** New York: Marcel Dekker, 1996.

INSTITUTO ADOLFO LUTZ. **Métodos físico-químicos para análise de alimentos.** São Paulo: Instituto Adolfo Lutz, 2008. p.1020. Disponível em: <http://www.ial.sp.gov.br> Acesso em: 22 set. 2010.

INMETRO. Instituto Nacional de Metrologia, Normalização e Qualidade Industrial. **Orientação sobre vali-**

Tabela 2. Teor de extrato etéreo das amostras avaliadas.

Amostra	Resultado (%)	Desvio padrão	Precisão (%)	Recuperação (%)	Índice z-score
Milho	3,88	0,09	2,32	103,59	0,37
Sorgo	3,13	0,17	5,64	101,68	0,10
Low Fat	9,57	0,23	2,40	102,92	1,81

dação de métodos analíticos. 4. ed. Rio de Janeiro, 2011. 19 p.

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 > . Acesso em: 20 nov. 2012.

NOGUEIRA, A. R. A.; SOUZA, G. B. **Manual de laboratório:** solo, água, nutrição vegetal, nutrição animal e alimentos. São Carlos: Embrapa Pecuária Sudeste, 2005. p. 334.

Comunicado Técnico, 202

Exemplares desta edição podem ser adquiridos na:
Embrapa Milho e Sorgo
Endereço: Rod. MG 424 km 45 Caixa Postal 151
CEP 35701-970 Sete Lagoas, MG
Fone: (31) 3027 1100
Fax: (31) 3027 1188
E-mail: sac@cnpms.embrapa.br
1ª edição
1ª impressão (2012): on line

Ministério da
Agricultura, Pecuária
e Abastecimento



Comitê de publicações

Presidente: Antônio Carlos de Oliveira
Secretário-Executivo: Elena Charlotte Landau
Membros: Flávio Dessaune Tardin, Eliane Aparecida Gomes, Paulo Afonso Viana, João Hebert Moreira Viana, Guilherme Ferreira Viana e Rosângela Lacerda de Castro

Expediente

Revisão de texto: Antonio Claudio da Silva Barros
Normalização Bibliográfica: Rosângela Lacerda de Castro
Tratamento das ilustrações: Alexandre Esteves
Editoração eletrônica: Alexandre Esteves