

Avaliação dos componentes lipídicos e antioxidantes do óleo de canola extraído à frio sob diferentes condições**Evaluation of lipid and antioxidant components of cold-extracted canola oil under different conditions**

DOI:10.34115/basrv4n3-016

Recebimento dos originais: 05/04/2020

Aceitação para publicação: 12/05/2020

Vanessa Jorge dos Santos

Doutoranda em Química pela Universidade Estadual de Maringá – UEM, Maringá – PR.
vanessajs_11@hotmail.com

Polyana Batoqui França Biondo

Doutora em Química pela Universidade Estadual de Maringá – UEM, Maringá – PR.
polyanabf@msn.com

Jesuí Vergílio Visentainer

³Professor do Departamento de Química da Universidade Estadual de Maringá – UEM,
Maringá – PR
jesuiv@gmail.com

RESUMO

A semente de canola é uma das oleaginosas mais produzidas no Brasil, ocupando terceiro lugar, atrás de palma e soja em produção de óleo vegetal. Desta forma, o objetivo deste trabalho foi averiguar um método de extração a frio sob diferentes condições de prensagem mecânica para obter um óleo de canola mais rico em ácidos graxos, compostos bioativos e que seja menos passível em sofrer processo oxidativo. Para atender a finalidade do trabalho, extraiu-se os lipídios totais da semente de canola pelo método Bligh e Dyer e por extração à frio utilizando a prensa mecânica PEM-30 toneladas. Otimizou-se a prensagem da semente, satisfazendo o planejamento fatorial $2^2 = 4$ experimentos com 1 ponto central, variando o tempo (4-6 horas) e a pressão (8-12 toneladas). Determinou o perfil de ácidos graxos por cromatografia em fase gasosa, compostos fenólicos e capacidade antioxidante pelas técnicas: DPPH, FRAP e ABTS e o índice de oxidação lipídica (TBARS) de cada óleo extraído. O óleo extraído por meio de solvente apresentou maior teor de ácidos graxos poli-insaturados e de compostos antioxidantes, no entanto foi o óleo que sofreu maior efeito de degradação, contudo o óleo adquirido por prensagem de 12 toneladas por 4 horas obteve melhores respostas de rendimento, de ácidos graxos monoinsaturados e saturados e compostos antioxidantes ao confrontar com os outros ensaios. Além disso o óleo extraído a frio apresentou menor degradação, gerando produto mais estável e nutritivo sendo ótima alternativa para consumo.

Palavras-Chave: Ácidos graxos; atividade antioxidante; extração à frio; oxidação lipídica; planejamento fatorial

ABSTRACT

Canola seed is one of the most produced oilseeds in Brazil, ranking third, behind palm and soybeans in the production of vegetable oil. Thus, the objective of this work was to investigate a method of cold extraction under different conditions of mechanical pressing to obtain a canola oil richer in fatty acids, bioactive compounds and which is less susceptible to undergo an oxidative process. To meet the purpose of the work, the total lipids from the canola seed were extracted by the Bligh and Dyer method and by cold extraction using the mechanical press PEM-30 tons. The pressing of the seed was optimized, satisfying the factorial design $2^2 = 4$ experiments with 1 central point, varying the time (4-6 hours) and the pressure (8-12 tons). It determined the fatty acid profile by gas chromatography, phenolic compounds and antioxidant capacity by the techniques: DPPH, FRAP and ABTS and the lipid oxidation index (TBARS) of each extracted oil. The oil extracted by means of solvent had a higher content of polyunsaturated fatty acids and antioxidant compounds, however it was the oil that suffered the greatest degradation effect, however the oil acquired by pressing 12 tons for 4 hours obtained better yield responses. , of monounsaturated and saturated fatty acids and antioxidant compounds when compared to other tests. In addition, the cold extracted oil showed less degradation, generating a more stable and nutritious product, being a great alternative for consumption.

Keywords: Fatty acids; antioxidant activity; cold extraction; lipid oxidation; factorial planning

1 INTRODUÇÃO

Segundo Conab (2010/2013), o Brasil é o terceiro país que mais cultiva oleaginosa sendo a canola a terceira oleaginosa mais produzida em todo o mundo, superada apenas pela soja e palma. A canola (*Brassic napus L. var oleifera*) é comumente usada na fabricação de óleos devido sua fonte primordial de lipídios, contendo aproximadamente 38% no grão (Brasil, 2007).

Sua utilização como óleo é devido a composição em ácidos graxos, no qual é rico em ácidos graxos monoinsaturados (18:1n-9- ômega 9) e poli-insaturados (18:2n-6-ômega 6) e (18:3n-3- ômega 3), no qual seu teor de ácidos graxos poli-insaturados é maior que o dos óleos de amendoim e dendê e menor que o dos óleos de soja, girassol, milho e algodão. Desta forma, o óleo de canola é considerado um dos mais saudáveis dentre os que existem no mercado (Embrapa, 2005) devido ao baixo teor de gordura saturada, em torno de 7% cerca da metade do teor presente no azeite de oliva, óleo de soja e milho (O'Brien, 1998) e do alto teor do monoinsaturado ômega-9, além do ômega-3 (reduz triglicerídeos e controla arteriosclerose) e vitamina E, obtendo o crescente interesse da população (Rule et al., 1994; Bett et al., 1999).

O óleo de canola também é rico em compostos antioxidantes por conter quantidades elevadas de compostos bioativos, tais como polifenóis, fitosteróis, tocoferóis, que são necessários na prevenção e tratamento de algumas doenças crônicas como: cardíacas, neurodegenerativas envelhecimento, câncer e artrite reumatoide (Szydłowska-Czerniak et al., 2010). Soma-se a isto que a presença do antioxidante é importante para prevenir a oxidação lipídica do óleo, pois ácidos graxos poli-insaturados presentes são suscetíveis a oxidação e com

isso gera a perda de qualidade do óleo, pois afeta o sabor, o aroma, a cor e textura e resulta na produção de compostos tóxicos reduzindo o seu valor nutritivo. Por isso, é de extrema importância realizar análises de oxidação lipídica, para assim controlar as características do óleo e verificar se este possui condições de ser comercializado e ter vida de prateleira.

As metodologias de extrações de óleo mais utilizadas atualmente empregam temperatura ou solventes orgânicos que são tóxicos/inflamáveis, fatores cujo influenciam intimamente a qualidade e a característica do produto final. Uma alternativa simples, eficaz, barata, que não geram resíduos e que não empregam solventes ou meios que afetam as propriedades do óleo é a prensagem mecânica da semente de canola. A grande vantagem desta metodologia é a baixa incidência de degradação do óleo, ou seja, gera produto bruto sem sabores, odores, coloração e textura indesejáveis, não afeta a vida de prateleira e seu valor nutritivo, gerando um produto benéfico e de qualidade (Silva, *et al*, 1999)

Portanto, o objetivo deste trabalho foi desenvolver uma extração do óleo de canola por meio da prensa mecânica com condições otimizadas de pressão e tempo, averiguando qual destes que gera óleo com maior rendimento, teores de ácidos graxos, atividade antioxidante e menos suscetível à oxidação lipídica, bem como comparar estes valores com o óleo extraído utilizando solvente, verificando qual método/condição fornece um produto de qualidade para consumo humano.

2 MATERIAL E MÉTODOS

2.1 AMOSTRAGEM E PREPARO DA AMOSTRA

Foi utilizada semente de canola (*Brassica napus L. var oleífera*) proveniente do campo experimental da FEI-UEM (Fazenda Experimental de Iguatemi – Universidade Estadual de Maringá), localizada no estado do Paraná. As sementes de canola foram separadas, manualmente, dos demais resíduos (folhas, galhos), no qual a seguir foram homogeneizadas, trituradas em moinho analítico, peneiradas a 40 mesh e utilizadas para análise.

2.2 LIPÍDIOS TOTAIS – REFERÊNCIA

Os lipídios totais foram extraídos pelo método Bligh e Dyer (1959), utilizando uma mistura de metanol, clorofórmio e água (2:2:1,8 v/v/v) respectivamente, e os teores de lipídios totais foram determinados gravimetricamente.

2.3 EXTRAÇÃO/OTIMIZAÇÃO POR PRENSAGEM À FRIO

Fez-se extração do óleo bruto de canola por prensagem à frio em prensa da marca PEM-30 toneladas. Um dia antes da extração, 100 g de semente de canola foram secas em estufa à 55°C por 12 horas e posteriormente trituradas em moinho analítico e homogeneizadas a 40 mesh.

Utilizando o programa estatístico Design Expert 7.1.3, fez-se um planejamento fatorial 2² com replicatas no ponto central, como mostra a Tabela 1. Foram realizadas 5 prensagens variando tempo (horas) e pressão (toneladas), sendo: **óleo 1:** 8ton 4h; **óleo 2:** 8ton 6h; **óleo 3:** 12ton 4h; **óleo 4:** 12ton 6h e **óleo 5:** 10ton 5h, obtendo diferentes amostragens de óleos, no qual foram pesados em balança analítica para obter o rendimento. Os óleos obtidos foram armazenados em geladeira para posterior análises.

Tabela 1: Fatores e níveis obtidos no planejamento experimental

Fatores	Unidade	Tipo	Níveis		
Tempo	Horas (h)	Numérico	(-) 4	5	(+) 6
Pressão	Toneladas (t)	Numérico	(-) 8	10	(+) 12

2.4 DETERMINAÇÃO DOS ÁCIDOS GRAXOS

Os ácidos graxos foram determinados segundo Hartman e Lago (1973), utilizando NaOH 0,50 mol. L⁻¹ em metanol, reagente de esterificação (mistura 2,0 g de cloreto de amônio, 60,0 mL de metanol e 3,0 mL de ácido sulfúrico concentrado) e aquecimento. Os ésteres metílicos foram solubilizados em n-heptano para posterior injeção no cromatógrafo.

Os ésteres metílicos de ácidos graxos (EMAG) foram separados em um CG-DIC Thermo, modelo trace ultra 3300, com 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) (Martin *et al.*, 2008).

As condições cromatográficas foram: vazão de 1,2 mL min⁻¹ para o gás de arraste (H₂); 30 mL min⁻¹ para o gás auxiliar (N₂); 35 e 350 mL min⁻¹ para o (H₂) e para o ar sintético, respectivamente, para a chama do detector. O volume injetado foi de 2,0 µL, utilizando divisão da amostra (*split*) de 1:80. A temperatura tanto do injetor quanto do detector foi de 240 °C. A temperatura da coluna foi programada a 165 °C durante 7,00 min, seguido por rampa de aquecimento de 4 °C min⁻¹ até atingir 185 °C, permanecendo assim por 4,67 min, seguido por nova rampa de aquecimento de 6 °C min⁻¹ até atingir 235 °C, mantidos por 5,00 min, totalizando assim 30,00 min de análise. Os tempos de retenção e as áreas dos picos dos EMAG foram determinados utilizando o software ChromQuest 5.0.

Os ácidos graxos foram identificados a partir da comparação de seus tempos de retenção com o padrão 189-19 da marca SIGMA (USA) de composição conhecida. A quantificação dos ácidos graxos foram feitas por meio do uso do padrão interno metil éster do ácido tricosanoico (23:0), da marca SIGMA (USA), e os cálculos realizados segundo método de Joseph & Ackman (1992), como mostra a Equação 1. Os fatores de correção teóricos (Visentainer, 2012) foram empregados para a determinação dos valores de concentrações em mg g⁻¹ de lipídios totais.

$$M_x = \frac{A_x M_p F_{CT}}{A_p M_A F_{CEA}} \quad (1)$$

Onde:

M_x = massa do ácido graxo x em mg g⁻¹ de lipídios totais;

M_p = massa do padrão interno em miligramas;

M_A = massa de lipídios totais em gramas;

A_x = área do ácido graxo x;

A_p = área do padrão interno;

F_{CT} = fator de correção teórico;

F_{CEA} = fator de conversão éster metílico para ácido graxo

2.5 PREPARO DOS EXTRATOS DO ÓLEO

O extrato do óleo de canola bruto foi preparado segundo o método de Nakbi et al (2010), em que se adicionou 5 mL de hexano e 5 mL de metanol-água (60:40 v/v) em 2,5 g de óleo. Essa mistura foi agitada por 2 min e centrifugada por 5 min e a fase polar foi removida e filtrada para posterior análise.

Os extratos secos foram armazenados por um período de no máximo 3 dias, em frascos âmbar a -20 °C para posterior análise.

2.6 COMPOSTOS FENÓLICOS TOTAIS

Os compostos fenólicos totais foram determinados pelo método colorimétrico de Folin-Ciocalteu, descrito por Shahidi e Nacz (1995). Neste método, 250 µL de solução de reagente de Folin– Ciocalteu, preparado por diluição 1:1 em água destilada, foi adicionado a 250 µL do extrato. A esta mistura acrescentou-se 500 µL de carbonato de sódio saturado e 4,00 mL de água destilada. A absorbância medida foi de 725 nm, após a incubação de 25 minutos no escuro e centrifugação por 10 minutos. Os resultados foram expressos em miligramas equivalentes de ácido gálico por grama de amostra (mg EAG g⁻¹).

2.7 CAPACIDADE ANTIOXIDANTE PELO MÉTODO FRAP (FERRIC REDUCING ABILITY POWER)

A capacidade antioxidante foi avaliada pelo método FRAP segundo Benzie e Strain (1996), onde primeiramente fez-se uma curva padrão com $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ em solução aquosa de concentrações entre 0 e $2000 \mu\text{mol L}^{-1}$. O método se iniciou pela leitura do branco em 593 nm de 3,0 mL da solução do complexo $[\text{Fe}^{3+}(\text{TPTZ})_2]\text{Cl}_3$ (reagente FRAP) contendo solução tampão acetato (300 mmol L^{-1} , pH 3,6) : 2,4,6-tripiridil-1,3,5-triazina (TPTZ a $10,0 \text{ mmol L}^{-1}$ dissolvida em 1,0 mL de HCl $1,0 \text{ mol L}^{-1}$): cloreto de ferro III ($\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ $20,0 \text{ mmol L}^{-1}$) nas proporções 10:1:1 (v/v/v) que foi preparado no momento da análise e tanto este reagente quanto os padrões e as amostras ficaram protegidas da luz e com temperatura constante de 37°C . Em seguida, foram adicionados $100 \mu\text{L}$ de solução padrão e $300 \mu\text{L}$ de água destilada, sendo que a solução resultante foi homogeneizada e encubada em banho de aquecimento por 30 minutos a 37°C . Por fim, as soluções foram medidas no comprimento de onda de 593nm.

2.8 ATIVIDADE ANTIOXIDANTE POR PODER DE CAPTURA DE RADICAL LIVRE (DPPH)

Para a avaliação da atividade antioxidante foi utilizado o método do radical livre DPPH (2,2-diphenyl-1-picrylhydrazyl) de acordo com El Massary et. al (2002). Preparou-se solução metanólica de DPPH de 20 mg mL^{-1} , com leitura de absorvância entre 1,0 e 1,2 no comprimento de onda 517 nm e o adicionou em diferentes concentrações de extrato sendo que após 30 minutos foram feitas novas leituras em 517 nm. A absorvância foi medida espectrofotometricamente em um equipamento Cary Win UV/Vis, da marca Varian, corresponde à quantidade de sequestro do radical DPPH (expressos em porcentagem de inibição).

2.9 ATIVIDADE ANTIOXIDANTE POR ABTS

A atividade antioxidante foi determinada por meio do radical monocátion pré-formado de 2,2'-azinobis (ácido 3-etilbenzotiazolína-6-sulfônico) (ABTS^{*+}) de cor azul intenso, o qual é gerado por oxidação do ABTS com persulfato de potássio e este radical é reduzido na presença de antioxidantes. Nesta análise foi transferido $30 \mu\text{L}$ de extrato em 3 mL de solução ABTS, e esta permaneceu em repouso por 6 minutos para posterior leitura no comprimento de onda $\lambda = 734\text{nm}$ (Re et al., 1999).

2.10 ÍNDICE DE OXIDAÇÃO LIPÍDICA TBARS

O processo de oxidação lipídica foi avaliado perante a determinação do valor de substâncias reativas ao ácido 2-tiobarbitúrico (TBARS), em que a quantificação da oxidação lipídica do alimento se dá pela coloração apresentada na reação entre o malonaldeído e o ácido 2-tiobarbitúrico. Preparou-se padrões de malonaldeído nas concentrações, 0 ppm, 3 ppm, 5 ppm, 7ppm e 10 ppm, acrescentando-se 5 mL do ácido 2-tiobarbitúrico em cada, e completando-se o volume a 25 mL. Para a amostra, pesou-se 1,25 g de cada óleo, acrescentando-se o mesmo volume de ácido, e então completando-se o volume do tubo com clorofórmio. Levou-se a banho-maria fervente para formação de cor e efetuou-se a leitura da absorbância em comprimento de onda $\lambda = 532$ nm.

2.11 ANÁLISE ESTATÍSTICA

Os resultados de ácidos graxos, atividade antioxidante e oxidação lipídica foram submetidos a análise de variância (ANOVA), utilizando teste de tukey com nível de 95% de significância nas médias, através do programa Statistic 7.0.

3 RESULTADOS E DISCUSSÕES

3.1 EXTRAÇÃO/OTIMIZAÇÃO POR PRENSAGEM À FRIO

Na Tabela 2 estão apresentados os rendimentos das extrações (ensaios) para o óleo bruto de canola empregando o planejamento fatorial, 2^2 com ponto central, totalizando 7 ensaios, em dois níveis (-1; +1) para cada variável independente.

Tabela 2. Rendimento de óleo de canola extraído à frio com planejamento fatorial

Ensaio	Pressão (t)	Tempo (h)	Rendimento (%)	CV (%)
Pontos fatoriais	1	8 (-1)	4 (-1)	17,99
	2	8 (-1)	6 (+1)	21,16
	3	12 (+1)	4 (-1)	22,75
	4	12 (+1)	6 (+1)	20,83
Pontos centrais	5	10 (0)	5 (0)	6,0
	6	10 (0)	5 (0)	
	7	10 (0)	5 (0)	
Bligh & Dyer			20,30	

Com relação à prensagem, observa-se que o ensaio que empregou pressão de 12 toneladas por 4 horas apresentou rendimento máximo (22,75 %) e o processo de extração menos eficaz é o aplicado no primeiro ensaio (8 toneladas por 4 horas) extraíndo apenas 17,99 % de óleo. Analisando a triplicata do ponto central, obteve-se um coeficiente de variação de 6,0 %, no qual segundo Pimentel Gomes (2000) indica que o experimento possui alta precisão e pode ser repetido.

Além disso, ao comparar o método de prensagem com o tradicional, observa-se que quase todos os ensaios obtiveram quantidades superiores de óleo, mostrando ser um método verde e eficaz.

3.2 DETERMINAÇÃO DOS ÁCIDOS GRAXOS

Os ácidos graxos presente nos óleos de canola extraídos à frio, sob variadas condições de pressão e tempo bem como extraído pelo método tradicional (Bligh & Dyer), foram quantificados e os resultados, expressos em mg ácido graxo g⁻¹ lipídios, estão apresentados na Tabela 3.

Tabela 3. Ácidos graxos (mg g⁻¹) dos óleos bruto de canola.

Ácidos Graxos	Óleo 1 (8t-4h)	Óleo 2 (8t-6h)	Óleo 3 (12t-4h)	Óleo 4 (12t-6h)	Óleo 5 (10t-5h)	Bligh & Dyer
16:00	4,41 ^a ±0,66	4,51 ^a ±0,18	7,90 ^c ±0,16	4,68 ^a ±0,24	5,23 ^b ±0,41	3,76 ^a ±0,25
16:1n-7	0,16 ^a ±0,13	0,31 ^b ±0,02	0,80 ^c ±0,09	0,31 ^b ±0,03	0,35 ^b ±0,16	0,29 ^b ±0,10
18:00	2,47 ^a ±0,30	2,80 ^a ±0,18	3,73 ^c ±0,30	3,18 ^b ±0,02	3,31 ^b ±0,05	2,26 ^a ±0,03
18:1n-9	66,83 ^b ±1,10	67,00 ^c ±0,38	64,44 ^a ±0,64	64,90 ^a ±0,13	66,30 ^b ±0,32	63,22 ^a ±0,30
18:1n-7	1,34 ^a ±0,10	2,25 ^b ±1,77	1,44 ^a ±0,05	1,16 ^a ±0,13	1,16 ^a ±0,16	3,41 ^c ±0,20
18:2n-6	16,92 ^c ±0,24	15,15 ^{ab} ±0,80	14,98 ^a ±0,19	16,91 ^c ±0,09	16,70 ^b ±0,08	16,90 ^c ±0,22
18:3n-3	6,62 ^{bc} ±0,11	6,38 ^{bc} ±0,27	5,59 ^a ±0,22	7,00 ^d ±0,06	6,90 ^c ±0,02	7,19 ^d ±0,30
20:00	0,52 ^a ±0,05	0,72 ^{cd} ±0,01	0,44 ^a ±0,08	0,80 ^d ±0,02	0,68 ^c ±0,02	-
ΣAGS	7,41±0,73	8,02±0,25	12,07±0,35	8,66±0,24	9,22±0,41	6,02±0,25
ΣAGMI	69,05±1,11	70,45±1,81	67,36±0,66	67,44±0,19	67,81±0,39	66,92±0,37
ΣAGPI	23,54±0,26	21,53±0,84	20,57±0,29	23,90±0,11	23,60±0,08	24,09±0,37

Resultados expressos em mg g⁻¹ de lipídios totais (n=3) ± desvio padrão

Foram encontrados ácidos graxos saturados (AGS), monoinsaturados (AGMI) e poli-insaturados (AGPI), no qual destaca-se o ácido oleico (18:1n-9; ômega-9) como ácido graxo majoritário, com valores entre 64,16 - 67,70 mg g⁻¹ lipídios totais, o qual representa em média 66% dentre os ácidos presentes. Soma-se a isto que todos os ensaios extraíram maior teor de ômega-9 quando comparado com o método tradicional.

Os valores de ácidos graxos obtidos correspondem a aqueles descritos pela ANVISA (1999), dito que os ácidos 16:00, 16:1n-9, 18:00, 18:1n-9c, 18:2n-6, 18:3n-3, 20:00, 20:1n-9 necessitam apresentar os seguintes valores, respectivamente: 2,5-6,5; <0,6; 0,8-3,0; 53,0-70,0; 15,0-30,0; 5,0-13,0; 0,1-1,2 e 0,1-4,3.

Dentre as diferentes pressões (toneladas) e tempo, ao empregar a pressão de 12 ton por 4 horas foi extraído maior quantidade de ácidos graxos saturados e, para os monoinsaturados, com destaque ao ômega-9, a pressão de 8 ton por 6 horas (óleo 2) foi o mais eficiente.

Além do ácido oleico, o ácido linoleico (18:2n-6) e alfa-linolênico (18:3n-3) também estão presentes em grandes proporções ao comparar com os demais, com 17% e 7%, respectivamente, visto que estes ácidos graxos são extremamente necessários para manter sob condições normais, as membranas celulares, as funções cerebrais e a transmissão de impulsos nervosos (Martin, 2006).

Ao comparar com o método tradicional, praticamente todos os ensaios, destacando o ensaio 2, extraíram maior quantidade de ácidos graxos, principalmente o ômega-9 cujo é o majoritário neste óleo.

3.3 ANÁLISE DA ATIVIDADE ANTIOXIDANTE

A Tabela 4 apresenta a classe de compostos fenólicos e atividade antioxidante por diferentes ensaios *in vitro*, para o óleo de canola extraído por prensagem e pelo método tradicional (Bligh & Dyer).

Tabela 4: Atividade Antioxidante dos óleos extraídos a frio e por Bligh & Dyer.

ÓLEO	Fenólicos (mg EAG g ⁻¹ óleo)	DPPH (μmol ET g ⁻¹ óleo)	FRAP	
			(μmol Fe2SO4. 7 H2O g ⁻¹ de óleo)	ABTS (μmol ET g ⁻¹ óleo)
Óleo 1	0,036 ^{ab} ± 0,001	0,306 ^{ab} ± 0,011	0,733 ^b ± 0,008	0,446 ^{bc} ± 0,010
Óleo 2	0,026 ^a ± 0,001	0,267 ^a ± 0,010	0,570 ^a ± 0,003	0,305 ^a ± 0,004
Óleo 3	0,042 ^b ± 0,001	0,351 ^b ± 0,006	0,717 ^b ± 0,001	0,556 ^c ± 0,010
Óleo 4	0,030 ^{ab} ± 0,001	0,287 ^a ± 0,006	0,743 ^b ± 0,001	0,434 ^{abc} ± 0,019
Óleo 5	0,029 ^{ab} ± 0,006	0,264 ^a ± 0,021	0,556 ^a ± 0,060	0,319 ^{ab} ± 0,064
BlighDyer	1,041 ^c ± 0,014	1,756 ^c ± 0,038	—	5,849 ^d ± 0,081

Os resultados foram expressos em média ± desvio padrão (n=3). Óleo 1: 8t-4h; Óleo 2: 8t-6h; Óleo 3: 12t-4h; Óleo 4: 12t-6h; Óleo 5: 10t-5h.

De acordo com a Tabela 4, dentre os óleos obtidos pela prensagem o óleo 3 (12t-4h) apresentou maior teor de fenólicos totais bem como de atividade antioxidante pelos ensaios radicalares (DPPH e ABTS), no entanto, pelo método FRAP, o óleo 4 (12t-6h) obteve melhor resultado.

No entanto, o método Bligh & Dyer é mais rico em antioxidante que os óleos obtidos por prensagem, devido à utilização de solvente e por consequência, maior interação e extração de compostos antioxidantes.

Conforme Carluccio (2007) o consumo de compostos antioxidantes pode reduzir fatores de risco e a susceptibilidade da parede vascular no desencadeamento de eventos pró-inflamatórios e pró-aterogênico. Desta maneira, o óleo 3 pode ser comercializado pois possui maior atividade antioxidante comparada com as demais, auxiliando na redução de algumas doenças.

3.4 ANÁLISE DA OXIDAÇÃO LIPÍDICA

A Tabela 5 apresenta a análise da oxidação lipídica para o óleo de canola extraído à frio, sob diferentes pressões e tempo e pelo método Bligh & Dyer.

Tabela 5: Índice de oxidação lipídica pelo método TBARS

	Óleo 1	Óleo 2	Óleo 3	Óleo 4	Óleo 5	BlighDyer
	(mg MA .100g⁻¹)					
Índice de oxidação	176,72	160,28	156,73	168,20	164,39	185,89
	± 1,83	± 8,41	± 7,42	± 6,74	± 6,39	± 6,36

Os resultados foram expressos em média ± desvio padrão (n=3).

A Tabela 5 nos mostra que dentre os óleos obtidos, o óleo 3 apresenta menor índice de oxidação lipídica ($156,73 \pm 7,42$ mg MA .100g⁻¹ amostra), seguido pelos óleos 2 e 5 respectivamente, isto devido a metodologia de extração empregada, a menor presença de ácidos graxos poli-insaturados e grandes quantidades de compostos antioxidantes, o qual previne a oxidação lipídica.

O maior valor encontrado foi na extração por Bligh & Dyer, o qual apesar de ter apresentado altos valores de atividade antioxidante, este fato pode ser explicado pela elevada quantidade de poli-insaturados presentes neste óleo. Além disso, leva-se em consideração que este método emprega reagentes tóxicos que podem influenciar nos resultados, ou seja, degrada o óleo, gerando produto inadequado para consumo.

A oxidação lipídica se relaciona diretamente a degradabilidade do óleo, ou seja, o quanto as duplas ligações serão reduzidas. Observando-se a grande quantidade de diferentes ácidos graxos presentes nos óleos obtidos, verifica-se que os valores de oxidação lipídica apresentados são aceitáveis.

4 CONCLUSÃO

O presente estudo otimizou a extração à frio da semente de canola, variado o tempo e a pressão aplicada. A condição a qual empregou 12 toneladas de pressão por 4 horas apresentou maior rendimento de óleo, quantidade elevada de ácido oleico, bem como maior atividade antioxidante comparada com as demais condições de prensagens. Além disso exibiu melhores resultados de oxidação lipídica, ou seja, foi o ensaio que obteve um óleo mais estável, menos

suscetível a degradação, conseqüentemente apresenta maior vida de prateleira, podendo ser consumido e comercializado. Portanto, a extração a frio é um método limpo, eficiente, não degrada os compostos presentes na amostra e fornece produtos mais adequados.

REFERÊNCIAS

Agência Nacional de Vigilância Sanitária (ANVISA), Portaria N° 482, 23/09/1999. Regulamento Técnico para Fixação de Identidade e Qualidade de Óleos e Gorduras Vegetais. Disponível:

http://portal.anvisa.gov.br/wps/wcm/connect/a2190900474588939242d63fbc4c6735/RDC_482_1999.pdf?MOD=AJPERES. Acesso: Abril de 2020.

BENZIE, I. F. F.; STRAIN, J. J. The ferric reducing ability of plasma (FRAP) as a measure of “Antioxidant Power”: The FRAP Assay. **Analytical Biochemistry**, v. 239, p. 70-76, 1996.

BETT, V.; SANTOS, G. T.; AROEIRA, L. J. M.; PETIT, H. V.; DIAS, P. G.; LEGGI, T. C. S. S.; PERON, K. F.; ZEOULA, L. M. Desempenho e digestibilidade in vivo de cordeiros alimentados com dietas contendo canola em grão integral em diferentes formas. **Revista Brasileira de Zootecnia**, v. 28, p. 808-815, 1999.

BLIGH, E. G., & DYER, W. J. A rapid method of total lipid extraction and purification. **Canadian Journal of Biochemistry and Physiology**, v. 37, p. 911-917, 1959.

BRASIL. **Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento**. Indicativos tecnológicos para produção de canola no Rio Grande do Sul. ISSN 1809-2985, 2007.

CARLUCCIO, M.A.; MASSARO, M.; SCODITTI, E.; DE CATERINA, R. Vasculoprotective potential of olive oil components. **Molecular Nutrition & Food Research**, v. 51 p.1225-1234, 2007.

CONAB – **Companhia Nacional de Abastecimento**: Canola. 2010/2013. Disponível em: www.conab.gov.br. Acesso em: Abril de 2020.

EL-MASSRY, K.F.; EL-GHORAB, A.H.; FAROUK, A. Antioxidant activity and volatile components of Egyptian *Artemisia judaica* L. **Food Chemistry**, v. 79, p. 331–336, 2002.

Empresa brasileira de pesquisa agropecuária – Embrapa Trigo. Definição de canola, 2005. Disponível em: www.cnpt.embrapa.br. Acesso em Abril, 2020.

HARTMAN, L.; LAGO, R. C. A. Rapid preparation of fatty acid methyl from lipids. **Lab. Pract.**, v. 22, p. 474-476, 1973.

JOSEPH, J. D., & ACKMAN, R. G. Capillary column gas-chromatographic method for analysis of encapsulated fish oils and fish oil ethyl-esters - Collaborative study. *Journal of AOAC International*, v. 75, p. 488-506, 1992

MARTIN, C. A.; ALMEIDA, V. V.; RUIZ, M. R.; VISENTAINER, J. E. L.; MATSUSHITA, M.; DE SOUZA, N. E.; VISENTAINER, J. V. Ácidos graxos poli-insaturados ômega-3 e ômega-6: importância e ocorrência em alimentos. **Revista de Nutrição**, v. 19, n. 6, p. 761-770, 2006.

MARTIN, C. A.; OLIVEIRA, C. C.; VISENTAINER, J. V.; MATSUSHITA, M.; SOUZA, N. E. Optimization of the selectivity of a cyanopropyl stationary phase for the gas chromatographic analysis of trans fatty acids. **Journal of Chromatography**, v. 1194, p. 111-117, 2008

NAKBI, A.; ISSAQUI, M.; DABBOU, S.; KOUBAA, N.; ECHBILI, A.; HAMMAMI, M.; ATTIA, N. Evaluation of antioxidant activities of phenolic compounds from two extra virgin olive oils. **Journal of Food Composition and Analysis**, v. 23, p. 711-715, 2010.

O'BRIEN, R. D. **Fats and Oils: Formulating and Processing for Applications**. Technomic Publishing Company: Lancaster, p. 592, 1998.

PIMENTEL-GOMES, F. **Curso de estatística experimental**. 14. ed. Piracicaba: Nobel, 2000. 477p.

Brazilian Applied Science Review

RE, R.; PELLEGRINI, N.; PROTEGGENTE, A.; PANNALA, A.; YANG, M.; & RICE-EVANS, C. Antioxidant activity applying an improved ABTS radical cation decolorization assay. **Free Radical Biology & Medicine**, v. 26, p. 1231–1237, 1999.

RULE, D. C.; BUSBOOM, J. R.; KERCHER, C. J. Effect of dietary canola on fatty acid composition of bovine adipose tissue, muscle, kidney, and liver. **Journal of Animal Science**, v. 72, p. 2735-2744, 1994.

SHAHIDI, F.; NACZK, M. Food phenolics: sources, chemistry, effects and applications. Lancaster: **Technomic Publishing Company**, 1995.

SILVA, F. A. M.; BORGES, M. F. M.; FERREIRA, M. A. Métodos para avaliação do grau de oxidação lipídica e da capacidade antioxidante. **Química Nova**, v. 22, n. 1, p. 94-103, 1999.

SZYDLOWSKA-CZERNIAK, A., KARLOVITS, G., HELLNER, G., DIANOCZKI, C., SZLYK, E. Effect of enzymatic and hydrothermal treatments of rapeseeds on quality of the pressed rapeseed oils. Part I: Antioxidant capacity and antioxidant content. **Process Biochemistry** v. 45, p. 7–17, 2010.

VISETAINER, J. V. Aspectos analíticos da resposta do detector de ionização em chama para ésteres de ácidos graxos em biodiesel e alimentos. **Química Nova**, v. 35, p. 274-279, 2012