

UNIVERSIDADE TECNOLÓGICA FEDERAL DO PARANÁ

MIRELA EVELYN FELICIANO DE SOUZA

**AVALIAÇÃO FÍSICO-QUÍMICA DE ÓLEO DE SEMENTE DE UVA EXTRAÍDO
POR DIFERENTES MÉTODOS**

CAMPO MOURÃO

2023

MIRELA EVELYN FELICIANO DE SOUZA

**AVALIAÇÃO FÍSICO-QUÍMICA DE ÓLEO DE SEMENTE DE UVA EXTRAÍDO
POR DIFERENTES MÉTODOS**

Physochemical evaluation of grape seeds oil extracted by diferente methods

Trabalho de Conclusão de Curso de graduação
apresentado como requisito para obtenção do
título de Tecnóloga em Alimentos pela
Universidade Tecnológica Federal do Paraná
(UTFPR).

Orientador: Prof. Dr. Augusto Tanamati

CAMPO MOURÃO

2023



[4.0 Internacional](https://creativecommons.org/licenses/by/4.0/)

Esta licença permite compartilhamento, remixe, adaptação e criação a partir do trabalho, mesmo para fins comerciais, desde que sejam atribuídos créditos ao(s) autor(es). Conteúdos elaborados por terceiros, citados e referenciados nesta obra não são cobertos pela licença.

MIRELA EVELYN FELICIANO DE SOUZA

**AVALIAÇÃO FÍSICO-QUÍMICA DE ÓLEO DE SEMENTE DE UVA EXTRAÍDO
POR DIFERENTES MÉTODOS**

Trabalho de Conclusão de Curso de Graduação apresentado como requisito para obtenção do título de Tecnóloga em Tecnologia em alimentos da Universidade Tecnológica Federal do Paraná (UTFPR).

Data de aprovação: 01 de Dezembro de 2023

Augusto Tanamati
Doutorado
Universidade Tecnológica Federal do Paraná (UTFPR).

Alberto Cavalcanti Vitorio
Pós-Doutorado
Universidade Tecnológica Federal do Paraná (UTFPR).

Roberta de Souza Leone
Doutorado
Universidade Tecnológica Federal do Paraná (UTFPR).

CAMPO MOURÃO

2023

AGRADECIMENTOS

Agradeço primeiramente a Deus, que me sustentou até aqui.

Aos pilares da minha vida que são a minha família, minha mãe Vandete, meu pai Francisco e meu irmão Abmael, que jamais soltaram as minhas mãos nessa jornada, sempre me incentivaram a correr atrás dos meus sonhos e sempre acreditaram que eu seria capaz, mesmo quando eu duvidei de mim mesma. Sempre me incentivaram a estudar e fizeram de tudo para que eu tivesse uma educação impecável. Sem vocês nada disso seria possível!

Ao meu namorado Lucas, pelo amor, carinho, paciência e principalmente pelo companheirismo, por ter me apoiado nessa trajetória, passando noites acordado me ajudando.

As minha amigas Mylena, Geovana, Barbara, Mariana, Rafaela, Ana Carolina e Geane, que eu tive o privilégio de conhecer e até mesmo morar com algumas no período do curso, que me proporcionaram momentos únicos, divertidos e memoráveis e que me deram força para continuar. Vou levar um pedacinho de cada uma comigo sempre.

A minha melhor amiga Amanda, que mesmo distante se fez presente, sempre torceu por mim, que com palavras me confortou e com sua energia me fez suportar momentos que eu jamais suportaria sozinha.

Ao meu orientador Augusto Tanamati, que me acompanhou pontualmente, dando todo o auxílio necessário para a elaboração desse trabalho.

E por ultimo, mas não menos importante, gostaria de agradecer a Universidade Tecnológica Federal do Paraná, por ter me proporcionado o privilégio de ter realizado minha graduação em uma universidade pública com uma estrutura surreal e com professores maravilhosos e queridos.

RESUMO

Há um grande interesse da indústria alimentícia em reduzir os resíduos gerados durante a fabricação de seus produtos. A indústria vinícola, geralmente realiza a adubação do solo de vinícolas ou até mesmo fabricam ração animal a partir das cascas, bagaços, sementes e engaços. Entretanto, se descartado em solo de maneira inadequada, pode ocasionar a contaminação do mesmo, gerando vários problemas ambientais, por serem resíduos caracterizados com uma alta concentração de matéria orgânica, fibras e minerais. Assim, uma das alternativas mais interessantes para evitar que isso ocorra é a produção de subprodutos a partir desses resíduos, como por exemplo, a extração de óleo da semente da uva. Existem vários métodos para realizar esse procedimento. O método de extração de óleo, a base de clorofórmio, metanol e água, foi desenvolvido por E. G. Bligh e W. J. Dyer em 1959, sendo considerado um método de extração a frio. O Soxhlet é um método contínuo, em que a amostra é extraída através do solvente aquecido em fluxo contínuo até que se realize a completa extração. Assim, este trabalho teve como objetivo comparar as metodologias de Soxhlet e Bligh & Dyer, para a extração do óleo da semente de uva e avaliar a qualidade físico-química do óleo extraído. O método de Bligh & Dyer mostrou-se um método de extração pouco eficiente, enquanto o método Soxhlet forneceu resultados satisfatórios. Posteriormente, os resultados obtidos foram submetidos à ANOVA, quando houve diferença significativa entre as médias foi aplicado o Teste Tukey, realizado Minitab Statistical Software. As análises físico-químicas em ambos os métodos ficaram em sua grande maioria fora dos padrões exigidos pela legislação, não apresentando diferença significativa ($p \geq 0,05$) no índice de iodo e índice de refração.

Palavras-chave: óleo; uva; soxhlet; Bligh & Dyer.

ABSTRACT

There is a great interest of the food industry in reducing the waste generated during the production of their products. The wine industry typically fertilizes vineyard soil or even produces animal feed from grape skins, pomace, seeds, and stems. However, if improperly disposed of in the soil, it can lead to contamination, resulting in various environmental problems, because they are waste materials characterized by a high concentration of organic matter, fibers, and minerals. So, one of the most interesting alternatives to prevent this, is the production of subproducts from these residues, such as grape seed oil extraction. There are many methods to carry out this procedure. The oil extraction method, based on chloroform, methanol, and water, was developed by E.G. Bligh and W.J. Dyer in 1959, and it is considered a cold extraction method. On the other hand, the Soxhlet method is a continuous process in which the sample is extracted through heated solvent in continuous flow until complete extraction is achieved. Thus, this study aimed to compare the Soxhlet and Bligh Dyer methodologies for grape seed oil extraction and evaluate the physicochemical quality of the extracted oil. The Bligh-Dyer method proved to be an inefficient extraction method, while the Soxhlet method provided satisfactory results. Subsequently, the obtained results were subjected to ANOVA, when there was a significant difference between the averages was applied tukey test in the Minitab Statistical Software. The physicochemical analyzes in both methods were mostly out of the standards required by legislation, showing no significant difference ($p \geq 0,05$) in the iodine index and refractive index.

Keywords: oil; grape; soxhlet; Bligh & Dyer.

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1 - Sistema de extração de óleo pelo método Soxhlet	21
Figura 2 - Amostra sob agitação	22
Figura 3 - Filtragem em funil de Buchner	22
Figura 4 - Separação de fases.....	23
Figura 5 - Processo de evaporação no evaporador rotativo	23
Figura 6 - Óleo de semente de uva extraído pelos métodos Soxhlet e Bligh & Dyer.....	28

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Comparação dos resultados físico-químicos entre os métodos de extração 27

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO.....	10
2	OBJETIVO.....	13
2.1	Objetivo geral.....	13
2.2	Objetivos específicos.....	13
3	FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA.....	14
3.1	Características gerais da Uva.....	14
3.2	Oleo de semente de uva.....	15
3.3	Método Soxhlet.....	16
3.4	Método Bligh & Dyer.....	16
3.5	Índice de acidez.....	17
3.6	Índice de peróxido.....	17
3.7	Índice de iodo.....	17
3.8	Índice de saponificação.....	18
3.9	Índice de refração.....	18
4	MATERIAIS E MÉTODOS.....	19
4.1	Materiais.....	19
4.2	Matéria-prima.....	20
4.3	Preparo da matéria-prima.....	20
4.4	Metodologia.....	20
4.5	Método Soxhlet.....	20
4.6	Método Bligh & Dyer.....	21
4.7	Índice de acidez.....	24
4.8	Índice de peróxido.....	24
4.9	Índice de iodo.....	25
4.10	Índice de saponificação.....	25
4.11	Índice de refração.....	26
5	RESULTADOS.....	27
5.1	Médias e desvios padrões.....	27
5.2	Rendimento.....	27
5.3	Avaliação físico-química.....	28

6	CONCLUSÃO	32
	REFERÊNCIAS	33
	APÊNDICE A – ANÁLISE DE VARIÂNCIA DO RENDIMENTO DA EXTRAÇÃO DE ÓLEO.....	37
	APÊNDICE B – GRÁFICO DE INTERVALOS DE RESULTADO VERSUS MÉTODO DO RENDIMENTO DA EXTRAÇÃO DE ÓLEO	38
	APÊNDICE C – COMPARAÇÕES PELO MÉTODO DE TUKEY DO RENDIMENTO DA EXTRAÇÃO DE ÓLEO	39
	APÊNDICE D – ANÁLISE DE VARIÂNCIA DO ÍNDICE DE ACIDEZ .	40
	APÊNDICE E – GRÁFICO DE INTERVALOS DE RESULTADOS VERSUS MÉTODO DO ÍNDICE DE ACIDEZ	41
	APÊNDICE F – COMPARAÇÕES PELO MÉTODO TUKEY DO ÍNDICE DE ACIDEZ	42
	APÊNDICE G – ANÁLISE DE VARIÂNCIA DO ÍNDICE DE PERÓXIDO	43
	APÊNDICE H – GRÁFICO DE INTERVALOS DE RESULTADOS VERSUS MÉTODO DO ÍNDICE DE PERÓXIDO.....	44
	APÊNDICE I – COMPARAÇÕES PELO MÉTODO DE TUKEY DE ÍNDICE DE PERÓXIDO	45
	APÊNDICE J – ANÁLISE DE VARIÂNCIA DO ÍNDICE DE IODO	46
	APÊNDICE K – GRÁFICO DE INTERVALOS DE RESULTADOS VERSUS MÉTODO DE ÍNDICE DE IODO	47
	APÊNDICE L – COMPARAÇÕES PELO MÉTODO DE TUKEY DE ÍNDICE DE IODO.....	48
	APÊNDICE M – ANÁLISE DE VARIÂNCIA DO ÍNDICE DE SAPONIFICAÇÃO.....	49
	APÊNDICE N – GRÁFICO DE INTERVALOS DE RESULTADOS VERSUS MÉTODO DE ÍNDICE DE SAPONIFICAÇÃO	50
	APÊNDICE O – COMPARAÇÕES PELO MÉTODO DE TUKEY DE ÍNDICE DE SAPONIFICAÇÃO	51
	APÊNDICE P – ANÁLISE DE VARIÂNCIA DA REFRAÇÃO	52
	APÊNDICE Q – GRÁFICO DE INTERVALOS DE RESULTADOS VERSUS MÉTODO DA REFRAÇÃO	53
	APÊNDICE R – COMPARAÇÕES PELO MÉTODO DE TUKEY DA REFRAÇÃO	54

1 INTRODUÇÃO

No século XX, a uva foi uma alternativa economicamente promissora para o Brasil. De acordo com a Embrapa (2012), a produção de uva foi de cerca de 1,5 milhões de toneladas. Essa vasta safra dá-se pelo fato da uva ter destaque no cenário mundial entre as frutas mais consumidas, sejam na sua forma in natura ou em seus derivados como o vinho e o suco de uva concentrado, principais produtos exportados.

Para produzir 100 litros de vinho, gera-se aproximadamente 25 kg de resíduos, dentre eles, a semente de uva, que representa por volta de 5% da massa da uva, e que no decorrer dos anos vem sendo utilizada principalmente como complemento para produção de ração animal e adubo nas próprias vinícolas (Menezes, 2021). Dito isto, é possível estimar a quantidade aproximada de resíduos que são gerados a partir da produção desses produtos. As indústrias alimentícias têm demonstrado grande interesse em reduzir esses resíduos, proporcionando um destino mais adequado para o mesmo. Menezes (2021) observou e aplicou em alguns de seus trabalhos o aproveitamento desses resíduos realizando a extração de óleo da semente da uva.

Segundo a Instrução Normativa 49 de 26 de dezembro de 2006, o óleo vegetal é o produto alimentício, constituído por triglicerídeos de ácidos graxos, obtidos da matéria-prima vegetal, refinado mediante o emprego de processos tecnológicos adequados. Poderão conter pequenas quantidades de outros lipídios tais como fosfolipídios, constituintes insaponificáveis e ácidos graxos livres, naturalmente presentes no óleo vegetal (Brasil, 2006).

As maiores fontes de óleo vegetal são provenientes das sementes de plantas como canola, soja, girassol, caroço de algodão, entre outras. A quantidade de óleo presente em vegetais oleaginosos pode variar de 3% a 70% do peso total (Santos, 2018). Do óleo vegetal, 75% dele são extraídos do endosperma das sementes, possuindo conteúdo lipídico em torno de 8% a 20%. Os óleos vegetais fazem parte da alimentação humana e há uma tendência mundial em busca de novas fontes de óleo, principalmente com sementes de frutos (Shinagawa, 2015).

A uva é uma fruta proveniente da videira, que se destaca como uma das frutíferas mais cultivadas no mundo. No Brasil, sua produção é mais concentrada nas regiões Sul e Sudeste, onde a fruta é largamente destinada para a produção de vinhos, sucos concentrados e

derivados; e na região Nordeste, onde a maior parte da produção é destinada à mesa (Elias, 2008).

Segundo Menezes *et. al.* (2014), o bagaço de uva é obtido durante o processo de elaboração do vinho e é composto pelas sementes e cascas das uvas. Após esse processo, as sementes de uvas geralmente são utilizadas para adubação do solo das próprias vinícolas e como complemento da ração animal. Entretanto, as indústrias vinícolas estão direcionando um novo destino para essas sementes. Da semente da uva, é possível realizar a extração do óleo que possui ácidos graxos essenciais como o ácido linoleico, conhecido como ômega-6, além disso, esse óleo é rico em vitamina E, que atua como antioxidante em sua forma alfa-tocoferol. O óleo proveniente da uva é fabricado e consumido em países como Alemanha, França e Itália desde 1930.

Posteriormente, Menezes (2021) realizou uma pesquisa onde afirma que a semente de uva possui entre 12% a 20% de teor de óleo, diante disso, a maneira mais indicada para realizar a extração é utilizando solventes, proporcionando maior rendimento comparado com outras técnicas. Em um estudo anterior, Menezes (2015) enfatiza que esse óleo possui uma quantidade significativa de tocoferol, mais conhecido como vitamina E, principalmente sob a forma de alfa-tocoferol, além de possuir elevadas quantidades de ácidos graxos, destacando-se o ácido linoleico, que é um ácido graxo essencial para o ser humano.

O método por sistema Soxhlet é o mais antigo e também o mais utilizado em escala industrial realizando o processo com n-hexano, que Segundo Ramalho & Suarez (2013) possui vantagens como o seu baixo ponto de ebulição, que reduz a decomposição do óleo e ao rendimento do processo. No entanto, notam-se algumas desvantagens em utilizar esse método, pois é um processo demorado, levando cerca de 6-8 horas, em alguns trabalhos é possível notar que algumas matrizes podem levar cerca de 12-24 horas para realizar o processo de extração. Menezes (2014) afirma que utilizando o n-hexano em altas temperaturas pode prejudicar a qualidade do material extraído, ocorrendo degradação térmica de componentes benéficos e também podem liberar ácidos graxos livres. Além disso, o n-hexano é altamente inflamável e possui um custo elevado, assim, sendo outra desvantagem no uso desse método (Ramalho & Suarez, 2013).

De acordo com Souza (2018), o método de Bligh & Dyer é um método utilizando clorofórmio, metanol e água, onde essa mistura passa para um funil de separação, ocasionando a separação de fases. É considerado um processo rápido, levando cerca de 15-20

minutos para ser realizado e de rendimento significativo, além de preservar os lipídios. Sutille *et al.* (2007) afirma que esse método se apresenta vantajoso devido ao seu baixo custo, além de evitar a degradação do óleo, já que não utiliza fontes de calor. Apesar disso, a extração de compostos indesejáveis e a toxicidade dos solventes utilizados são desvantagens deste método, podendo prejudicar a qualidade do produto final (Souza, 2018).

O óleo extraído por Soxhlet e Bligh & Dyer foi caracterizado quanto a parâmetros físico-químicos. Todas as análises físico-químicas foram realizadas a partir do livro de métodos analíticos elaborado pelo Instituto Adolfo Lutz (2008). Os resultados obtidos foram submetidos à ANOVA, e quando houve diferença significativa foi aplicado o Teste Tukey, realizado no software Minitab Statistical Software 21.4.2.

Neste contexto o trabalho tem como objetivo estudar dois diferentes métodos de extração do óleo da semente da uva pelos métodos com solvente a quente conhecido por Soxhlet e a frio criado por Bligh & Dyer (1959), buscando determinar qual o método é mais eficaz para a extração do óleo deste tipo de semente, tendo em vista que além de reaproveitar o resíduo dando um destino mais nobre, pode ser uma alternativa sustentável para a indústria vinícola, já que se trata de um subproduto obtido a partir de resíduos que geralmente são descartados. Além disso, foi realizada a avaliação físico-química dos óleos extraídos por ambos os métodos, sendo feita análises de controle de qualidade, como índice de acidez, índice de peróxido, índice de iodo, índice de saponificação e índice de refração.

2 OBJETIVO

2.1 Objetivo geral

Obter o óleo de semente de uva por dois diferentes métodos de extração por solvente, determinando o maior rendimento e os parâmetros de qualidade dos óleos obtidos.

2.2 Objetivos específicos

Realizar a extração do óleo da semente de uva pelos métodos de Soxhlet e Bligh & Dyer e verificar o rendimento:

- Determinar o Índice de acidez;
- Determinar o Índice de iodo;
- Determinar o Índice de peróxido;
- Determinar o Índice de saponificação;
- Determinar o Índice de refração;
- Submeter os resultados à ANOVA;
- Submeter os resultados ao Teste Tukey.

3 FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA

Nesta seção é discutido o referencial teórico sobre o tema central deste trabalho, sendo subdividido nos aspectos gerais da uva e seus subprodutos; características e benefícios que o óleo de semente de uva pode oferecer; como cada um dos métodos funciona, e por fim, sobre as análises que foram realizadas para caracterizar a qualidade do óleo extraído.

3.1 Características gerais da Uva

As primeiras variedades de uvas no Brasil foram trazidas da Europa pelos portugueses. Martim Afonso de Souza em 1532 introduziu a vinha em São Vicente, região paulista (Embrapa, 2010), passando por um processo adaptativo, visto que o clima tropical do país ocasionou a inadaptabilidade da espécie, devido especialmente às doenças fúngicas, dificultando o plantio em grande escala (Leão, 2010). A viticultura ganhou destaque após o fim da escravidão, com a abertura da imigração estrangeira para substituição da mão de obra escrava, com a vinda dos italianos, por volta de 1870 (Roberto, 2021).

De acordo com Silva (2019) a videira, pertencente à família *Vitaceae*, é uma planta trepadeira lenhosa. As folhas dessas plantas são grandes, verdes e alternadas ao longo do caule. A formação de frutos começa no terceiro ano após o plantio, ocorrendo nos meses de novembro a março na região sul e durante o ano todo na região nordeste.

No Brasil a uva é cultivada em uma variedade de regiões climáticas, sendo elas temperadas, subtropicais e tropicais, se destacando as regiões de Santa Catarina e Rio Grande do Sul, que são responsáveis por 97% da produção nacional de vinhos (Silva, 2013). Os tipos de uvas e as condições de cultivo podem variar de acordo com o clima da região. O Rio Grande do Sul ficou mais focado às uvas para vinhos e sucos, e o Paraná, São Paulo, Minas Gerais, Bahia e Pernambuco, possuem maior foco na produção de uvas de mesa (Roberto, 2021).

A uva é um fruto não-climatérico composto por água, açúcares (glicose, frutose, sacarose), ácidos orgânicos (tartárico, málico, ascórbico, cítrico, fosfórico), compostos nitrogenados, antocianinas, vitaminas, tanino, sais minerais, pectinas e substâncias aromáticas. Durante a fase de maturação, ocorrem mudanças na composição, como aumento nos teores de açúcares, redução de taninos e ácidos, levando à formação de aromas, sendo

assim, a colheita deve ser realizada após a uva ter alcançado o período adequado de maturação (Souza, 2018).

3.2 Óleo de semente de uva

A uva é utilizada na produção de diversos produtos processados, como vinhos, sucos, gelatinas, vinagre, passas, geleias e até mesmo óleo proveniente da semente de uva, e o próprio consumo do fruto *in natura* (Pádua *et al.*, 2018). Se os resíduos resultantes desses subprodutos não forem bem gerenciados, podem gerar problemas ambientais (Silva, 2019). O bagaço é um resíduo sólido do processo de vinificação, composto por polpa, cascas e sementes, que possuem alta concentração de material orgânico, se acumulando no solo e podendo liberar substâncias que comprometam a qualidade do solo e da água se forem descartados incorretamente (Braga, 2018), isso ocorre, pois, as sementes possuem lenta biodegradabilidade (Silva, 2013).

Os resíduos gerados pela vinificação têm sido usados como adubos, complemento de ração animal, matéria-prima para a obtenção de etanol, para fins farmacêuticos e cosméticos (Santos, 2021). Além disso, estudos apontam que a semente de uva possui quantidade significativa de ácidos graxos insaturados, ácido linoleico (ômega-6), inclusive apresenta propriedades antioxidantes já que há presença de vitamina E, permitindo o seu uso em dietas que possivelmente podem reduzir os níveis de colesterol no sangue (Bruni *et al.*, 2014). Há um grande interesse em realizar o aproveitamento dessas sementes para extração de óleo.

O óleo de semente de uva já é produzido e consumido na Europa. A Alemanha, França e Itália foram os primeiros países a aproveitar seus benefícios. Estados Unidos, Espanha e Itália lideram a produção mundial desse óleo (Pereira, 2008). São produzidos cerca de 150 milhões de toneladas de óleos vegetais comestíveis, sendo a maior parte obtida a partir de sementes de frutos. As sementes de uva acumulam cerca de 10% a 20% de óleo (Diório, 2017). A quantidade de sementes encontrada no interior das bagas pode variar de 1 a 4, tendo em vista que o maior número de sementes representa uma baga com maior peso, menor teor de açúcar e maior acidez quando comparadas com bagas de poucas sementes (Elias, 2008).

3.3 Método Soxhlet

O método Soxhlet foi desenvolvido em 1879 por Franz Von Soxhlet. Essa é a técnica mais antiga para realizar a extração de óleo de alimentos, apresentando grande eficiência (Brum, 2004). A técnica, foi inicialmente criada apenas para a determinação de gordura no leite, eventualmente tornou-se um dos métodos mais utilizados em escala laboratorial para a remoção de compostos de matrizes sólidas (De Castro; García-Ayuso, 1998). É um método contínuo, em que a matéria-prima é extraída através do solvente aquecido em fluxo contínuo (Brum, 2004).

O equipamento faz com que o solvente presente no balão aqueça até atingir o seu ponto de ebulição, realizando a fase de evaporação até um condensador e descendo liquefeito até o extrator, entrando em contato com a amostra. O solvente permanece em contato com a amostra até que atinja um determinado nível, no qual um sifão faz com que o solvente retorne para o balão, já com o extrato. Esse procedimento se repete até completa extração da amostra (Menezes *et al.*, 2014, p. 32).

O solvente extrai o material orgânico retido na amostra à temperatura próxima a ambiente, mas o material extraído permanece em contato com o solvente em ebulição durante todo o procedimento podendo provocar transformações químicas nos componentes extraídos (De Castro; García-Ayuso, 1998; Melecchi, 2005).

A extração por Soxhlet é um método eficaz para separar componentes de uma amostra, especialmente quando os compostos de interesse estão presentes em pequenas quantidades. No entanto, o processo pode ser demorado. Como no caso do autor Correia (2009) que realizou a extração do óleo de sementes de girassol por Soxhlet utilizando os solventes n-hexano e álcool etílico e verificou que o tempo ótimo de extração foi de 6 horas e que o melhor solvente foi o álcool etílico, apresentando rendimentos superiores aos obtidos com o hexano, sendo necessária a realização de uma análise econômica do processo, uma vez que o etanol apresenta maior ponto de ebulição, o que levaria a um maior consumo energético.

3.4 Método Bligh & Dyer

No método a frio proposto por Bligh & Dyer (1959), é utilizado uma mistura de clorofórmio, metanol e água. Essa técnica se apresenta vantajosa quanto à rapidez, rendimento

e qualidade do material, além de preservar os lipídios (Souza, 2018). De acordo com Sutille *et al* (2007), a extração a frio apresenta menor custo, além de evitar a degradação do óleo por não utilizar fontes de calor em seu processo. Entretanto, Souza (2018) ressalta que a extração de compostos indesejáveis e a toxicidade dos solventes utilizados são desvantagens deste método, podendo prejudicar a qualidade do produto final.

3.5 Índice de acidez

O índice de acidez oferece dados importantes na avaliação do estado de conservação do óleo. É definido como o número de miligrama (mg) de hidróxido de potássio necessário para neutralizar um grama (g) da amostra. É aplicável a óleos brutos e refinados, vegetais e animais, e gorduras animais. É realizado titulando a amostra com soluções de álcali padrão a acidez do produto ou de soluções aquosas ou alcoólicas do produto analisado, em alguns casos, os ácidos graxos obtidos dos lipídios, podendo ser expressa em mL de solução molar por cento ou em gramas do componente ácido principal (Instituto Adolfo Lutz, 1985).

3.6 Índice de peróxido

Determina todas as substâncias, em termos de miliequivalentes de peróxido por 1000 g de amostra, que oxidam o iodeto de potássio nas condições da análise. Estas substâncias são consideradas como peróxidos ou outros produtos similares resultantes da oxidação da gordura. É um método que está sujeito a sofrer mudanças e, portanto qualquer variação no procedimento da análise pode alterar seu resultado, a fim de avaliar os níveis de oxidação do óleo (Instituto Adolfo Lutz, 1985).

3.7 Índice de iodo

O índice de iodo pelo método de Wijis verifica a quantidade de ácidos graxos insaturados presentes na amostra. É medido por seu grau de instauração e expresso em números de centigramas de iodo absorvido por grama da amostra. Quanto maior o número de insaturações, maior será o índice de iodo (Instituto Adolfo Lutz, 1985).

3.8 Índice de saponificação

É realizado para identificar presença de ácido graxo. É a quantidade de álcali necessário para saponificar uma quantidade específica de amostra. É definido pela quantidade em miligramas de hidróxido de potássio necessária para saponificar 1 grama de óleo ou gordura. Cada óleo possui um índice de saponificação (Instituto Adolfo Lutz, 1985).

3.9 Índice de refração

É o grau de desvio da luz ao passar por um meio translúcido. Quanto maior o desvio da luz, maior o índice de refração, sendo característico para cada tipo de óleo, dentro de alguns limites. Está relacionado com o grau de saturação das ligações, mas é afetado por outros fatores tais como: teor de ácidos graxos livres, oxidação e tratamento térmico. A fim de avaliar os níveis de oxidação do óleo (Instituto Adolfo Lutz, 1985).

4 MATERIAIS E MÉTODOS

Essa seção tem como objetivo comentar quais materiais e procedimentos experimentais foram utilizados para que atingisse os objetivos propostos. Para melhor desenvolvimento da seção, esta foi subdividida em materiais utilizados e preparo da matéria-prima; como cada método foi executado, e as análises físico-químicas que foram realizadas após a extração.

4.1 Materiais

- Iodo PA
- Hexano PA
- Ciclo hexano PA
- Metanol PA
- Éter etílico PA
- Clorofórmio PA
- Ácido Acético PA
- Ácido clorídrico 0,5 mol/L
- Solução de ácido acético-clorofórmio (3/2)
- Solução de Hidróxido de sódio 0,1 mol/L
- Solução tiosulfato de sódio 0,1 mol/L
- Solução alcoólica de hidróxido de potássio a 4%
- Solução de éter-álcool (2:1) neutra
- Solução saturada de Iodeto de potássio
- Solução de Iodeto de potássio 15%
- Solução de Wijs
- Solução indicadora de amido 1%
- Solução indicadora de fenolftaleína a 1%
- Bateria de Sebelin SL - 145
- Evaporador rotativo SL - 126
- Bomba de vácuo LimaTec LT 216/40
- Liquidificador industrial METVISA

- Agitador magnético C-MAG HS 7 IKA
- Balança analítica CeTac
- Refratômetro Brix ATC

4.2 Matéria-prima

Para a realização do trabalho foram utilizadas amostras de sementes já separadas dos bagaços da vinificação de uvas de variedade desconhecida, fornecidas pela Fábrica de Vinhos Paschoeto, localizada na Rodovia, Km, PR-317, 9 - Parque Industrial, Maringá – PR e transportadas para o laboratório da Universidade Tecnológica Federal do Paraná – Campus Campo Mourão.

4.3 Preparo da matéria-prima

Foi realizado apenas o peneiramento para retirar qualquer matéria estranha como galhos, folhas e restos de cascas. Após o peneiramento, foi realizada a moagem dessas amostras, utilizando um liquidificador industrial e foram acondicionadas em sacos plásticos.

4.4 Metodologia

As extrações do óleo das sementes de uva foram realizadas no Laboratório de Pesquisa C-004 da Universidade Tecnológica Federal do Paraná - Câmpus Campo Mourão. Ambos os óleos foram armazenados sob refrigeração (aproximadamente 5°C). As análises físico-químicas foram executadas de acordo com o Instituto Adolfo Lutz (1985) com modificações.

4.5 Método Soxhlet

A determinação de lipídios totais foi realizada de acordo com método de Soxhlet. Inicialmente, pesaram-se os balões vazios para obter o peso inicial. Em seguida, pesou-se aproximadamente 20 g das amostras em um cartucho, o qual foi inserido dentro do tubo de extração. Posteriormente, adicionou-se aproximadamente 100 mL de n-hexano, e o sistema foi devidamente acoplado ao extrator de óleos. A temperatura do sistema foi ajustada até atingir a ebulição do solvente. O processo de extração foi realizado ao longo de um período de 6 horas. Após o tempo estipulado, o sistema foi desligado e o solvente foi recuperado. O

balão utilizado para a extração foi colocado em uma estufa a 105°C por 1 hora. Em seguida, os balões contendo os lipídeos foram pesados e os rendimentos foram calculados (1). Esses óleos foram coletados em recipientes e armazenados à temperatura de aproximadamente 5°C para evitar posteriores alterações oxidativas, além de posteriormente serem utilizados para realizar as análises físico-químicas.

$$\frac{P_f - P_i}{P_a} \times 100 \quad (1)$$

P_i= Balão com amostra

P_f= Balão vazio

P_a= Peso da amostra

Figura 1 - Sistema de extração de óleo pelo método Soxhlet



Fonte: Autoria própria (2022)

4.6 Método Bligh & Dyer

Inicialmente, realizou-se a pesagem dos balões vazios a fim de obter o peso inicial dos mesmos. Posteriormente, foi realizado o processo de pesagem de 15 g de amostras em um béquer de 250 mL. Foram adicionados 30 mL de metanol e agitou-se a mistura por 2 minutos, seguidos pela adição de 15 mL de clorofórmio permanecendo em agitação por 5 minutos. Posteriormente, foram adicionados mais 15 mL de clorofórmio e agitado por mais por 2 minutos. Adicione-se então 15 mL de água e agite-se por 5 minutos. (Figura 2)

Figura 2 - Amostra sob agitação

Fonte: Autoria própria (2022)

A mistura é submetida a uma filtração utilizando o funil de Buchner, que possui pequenos poros que permitem a passagem do líquido, retendo os sólidos presentes na amostra, realizando assim a separação entre líquido e sólido. (Figura 3)

Figura 3 - Filtragem em funil de Buchner

Fonte: Autoria própria (2022)

O líquido filtrado é separado em duas fases: uma fase inferior composta por clorofórmio (CHCl_3) e uma fase superior composta por metanol (CH_3OH) que é descartado (Figura 4).

Figura 4 - Separação de fases

Fonte: Autoria própria (2022)

O balão contendo os lipídeos é então submetido a um processo de evaporação de solventes utilizando um evaporador rotativo. Após a evaporação, os balões foram pesados para determinar a porcentagem de lipídeos presentes na amostra (2). (Figura 5)

Figura 5 - Processo de evaporação no evaporador rotativo

Fonte: Autoria própria (2022)

Esses óleos foram coletados em recipientes e armazenados à temperatura de aproximadamente -5°C para evitar posteriores alterações oxidativas, além de posteriormente serem utilizados para realizar as análises físico-químicas.

$$\frac{Pf - P}{Pa} \times 100 \quad (2)$$

Pi= Balão com amostra

Pf= Balão vazio

Pa= Peso da amostra

4.7 Índice de acidez

Pesou-se 2g do óleo extraído por ambos os métodos em um Erlenmeyer de 125 mL e adicionou 25 mL de solução de éter-álcool (2:1) neutra. Posteriormente, acrescenta-se 2 gotas do indicador fenolftaleína e titulou-se com solução de Hidróxido de sódio 0,1 M até o aparecimento da coloração rosa, que deve permanecer por 30 segundos. A análise foi realizada em triplicata. Realizou-se o seguinte cálculo (3) para a determinação de índice de acidez:

$$\frac{v \times f \times 5,61}{P} \quad (3)$$

v = volume da solução de hidróxido de sódio 0,1 M gasto na titulação

f = fator da solução de hidróxido de sódio

P = peso da amostra

4.8 Índice de peróxido

Pesou-se 5g do óleo extraído por ambos os métodos em um Erlenmeyer de 250 mL e adicionou-se 30 mL de solução de ácido acético-clorofórmio 3:2 e agitou-se até completa dissolução da amostra. Após isso, acrescentou-se 0,5 mL da solução saturada de Iodeto de potássio que foi deixado em repouso ao abrigo de luz por 1 minuto. Passado esse tempo, adicionou-se 30 mL de água e titulou-se com solução de Tiosulfato de sódio 0,1 mol/L sob agitação até que a coloração amarela tenha quase desaparecido. Adicionou-se 0,5 mL de solução indicadora de amido e continuou a titulação até o desaparecimento da coloração azul. Realizou-se cálculo o seguinte cálculo (4) para a determinação de índice de peróxido:

$$\frac{(A - B) \times M \times f \times 1000}{P} \quad (4)$$

A = volume da solução de tiosulfato de sódio 0,1 mol/L gasto na titulação da amostra

B = volume da solução de tiosulfato de sódio 0,1 mol/L gasto na titulação do branco

M = molaridade da solução de tiosulfato de sódio

f = fator da solução de tiosulfato de sódio.

P = n° de g da amostra

4.9 Índice de iodo

Inicialmente, a amostra foi filtrada em papel filtro para remover impurezas e umidade, pois para essa análise a amostra deve estar completamente seca. Posteriormente, pesou-se 0,25g do óleo extraído por ambos os métodos em um Erlenmeyer de 500 mL com tampa e acrescentou-se 10 mL de tetracloreto de carbono. Transferiu-se com o auxílio de uma bureta, 25 mL de solução de Wijs no Erlenmeyer, tampando-o e agitando-o cuidadosamente com movimentos de rotação, realizando a completa homogeneização. Deixou-o em repouso ao abrigo de luz e em temperatura ambiente por 30 minutos. Após o repouso, adicionou-se 10 mL de solução de Iodeto de potássio 15% e 100 mL de água recentemente fervida e fria. Titulou-se com solução de Tiosulfato de sódio 0,1 mol/L até o aparecimento de uma leve coloração amarela. Posteriormente, adicionou-se entre 1-2 mL de solução indicadora de Amido 1% e continuou a titulação até o completo desaparecimento da cor azul. Essa análise foi realizada em triplicata, além de possuir um branco, procedendo ao andamento analítico simultaneamente com as amostras (5).

$$\frac{(VB - VA) \times M \times 12,69}{P} \quad (5)$$

M = molaridade da solução de $\text{Na}_2 \text{S}_2\text{O}_3$

VB = volume gasto na titulação do branco

VA = volume gasto na titulação da amostra

P = peso da amostra

4.10 Índice de saponificação

Inicialmente, a amostra foi filtrada em papel filtro para remover impurezas e umidade, pois para essa análise a amostra deve estar completamente seca. Posteriormente, pesou-se 5g do óleo extraído por ambos os métodos em um Erlenmeyer de 250 mL.

Acrescentou-se 50 mL de solução alcoólica de Hidróxido de potássio e conectou o condensador ao Erlenmeyer deixando-o ferver suavemente, durante 1 hora até a completa saponificação da amostra. Após o resfriamento do frasco, lavou-se a parte interna do condensador com água. Adicionou-se 1 mL de solução de fenolftaleína e titulou-se com solução de ácido clorídrico 0,5 mol/L até o desaparecimento da coloração rosa. Essa análise foi realizada em triplicata, além de possuir um branco, procedendo ao andamento analítico simultaneamente com as amostras (6).

$$\frac{28,06 \times f \times (B - A)}{P} \quad (6)$$

A = volume gasto na titulação da amostra

B = volume gasto na titulação do branco

f = fator da solução de HCl 0,5 mol/L

P = n° de g da amostra

4.11 Índice de refração

O índice de refração foi determinado em refratômetro. O refratômetro foi inicialmente higienizado e calibrado utilizando água destilada. Posteriormente, foi adicionada uma gota da amostra de óleo e verificando a medição através do visor. Após o uso, limpou-se o visor, secando-o com um pano macio.

5 RESULTADOS

5.1 Médias e desvios padrões

A Tabela 1 apresenta as médias das triplicatas e desvio padrão das análises físico-químicas realizadas após a extração.

Tabela 1 - Comparação dos resultados físico-químicos entre os métodos de extração

Método de extração	Análise					
	Rendimento (%)	Índice de Acidez (mg KOH/g)	Índice de Peróxido (meq/kg)	Índice de Iodo (gI ₂ /100g)	Índice de Saponificação (mg KOH/g)	Índice de Refração
Soxhlet	8,53% ^a ± 0,00	0,84 ^a ± 0,01	35,00 ^a ± 3,60	37,09 ^a ± 1,51	87,43 ^a ± 1,74	1,47 ^a ± 0,00
Bligh & Dyer	7,25% ^b ± 0,006	0,54 ^b ± 0,00	9,03 ^b ± 3,64	37,10 ^a ± 3,25	109,17 ^b ± 1,39	1,47 ^a ± 0,00

Resultados expressos com média ± desvio padrão das determinações em triplicatas. Médias de tratamentos seguidas de letras diferentes, na coluna, apresentaram diferença significativa ($p > 0,05$).

Fonte: Autoria própria (2023)

5.2 Rendimento

O rendimento do óleo obtido a partir do método Soxhlet foi de 8,53% e do método por Bligh & Dyer teve rendimento de 7,25%. Em termos de comparação, houve diferença significativa ($p \leq 0,05$) entre os métodos aplicados, os resultados estão apresentados nos Anexos A, B e C. É possível verificar que a melhor condição de extração foi por Soxhlet, que teve maior rendimento comparado ao método Bligh & Dyer. Visualmente, o óleo extraído por Soxhlet teve coloração amarela, do que comparado com o método Bligh & Dyer, que teve coloração amarelo queimado, mesmo não sendo utilizadas fontes de calor durante a extração (Figura 6).

Figura 6 - Óleo de semente de uva extraído pelos métodos Soxhlet e Bligh & Dyer



Fonte: Autoria própria (2022)

Freitas (2007) obteve um teor de 7,4% de óleo em sementes de uva, extraído por solvente hexano em Soxhlet por 20 horas. Em termos de comparação, neste estudo obteve-se um teor de extração maior, de 8,53%. No estudo de Brum *et al.* (2004), compararam diferentes métodos de extração de óleos, Soxhlet e Bligh & Dyer em aveia em flocos, verificando que o método Soxhlet apresentou resultado de 7,70 g/100 g comparado com o método Bligh & Dyer, que obteve resultado inferior, de 7,66 g/100 g, observando que os dois métodos de extração de óleo são equivalentes.

5.3 Avaliação físico-química

O índice de acidez apresenta a quantidade de ácidos graxos livres presentes no óleo extraído. Quando há um elevado índice de acidez, indica que o óleo sofreu quebra nas cadeias de triacilgliceróis, liberando ácidos graxos. A legislação brasileira (Brasil, 1999) permite valor máximo de 0,6 mg KOH/g. Em termos de comparação, houve diferença significativa ($p \leq 0,05$) nos índices de acidez entre os métodos analisados, onde a maior média foi de 0,84 mg KOH/g para óleo obtido por Soxhlet, ultrapassando o limite estabelecido pela legislação, e a menor média foi de 0,54 mg KOH/g para o óleo obtido por Bligh & Dyer, que podem ser demonstrados nos Apêndices D, E e F. Portanto, apenas o óleo obtido por Bligh & Dyer apresentou um valor dentro do limite estabelecido pela legislação.

A determinação do índice de acidez em óleo vegetal é uma etapa importante no seu processo de comercialização, sendo recomendado que não exceda o valor de 0,5%, caso

ocorra, é necessário que o óleo passe por um refinamento mais rigoroso, conforme destacado por Freitas (2007). Nos parâmetros de qualidade, valores elevados como os apresentados neste trabalho pelo método Soxhlet, apresentam alterações indesejadas que comprometem a utilização dos óleos. É importante considerar que, após o processo de extração não foi realizado nenhum tipo de tratamento nos óleos obtidos. Ao comparar com o trabalho de Silva *et al.* (2019), observa-se que a decomposição do óleo pode ser acentuada ao longo do tempo, a exposição à luz e ao calor, resultando na formação dos ácidos graxos livres, responsáveis pela rancidez, entretanto, os valores obtidos em seu estudo foram de 0,25 mg KOH/g para óleo extraído em Soxhlet e 0,14 mg KOH/g para óleo extraído em banho ultrassônico, estando dentro dos padrões da legislação brasileira (Brasil, 1999), demonstrando que nos dias analisados não houve variação.

De acordo com Bruni *et al.* (2014), uma justificativa para elevados índices de acidez é a exposição do óleo ao oxigênio e à luz que pode desencadear um processo auto catalítico de oxidação, que se intensifica progressivamente. A influência desse processo pode ser afetada pela matéria-prima utilizada, incluindo suas reações enzimáticas, especialmente quando provenientes de processos fermentativos na produção de vinho. Bruni *et al.* (2014) apresentaram em seu trabalho, extraíndo óleo em banho ultrassônico, índice de acidez fora dos limites máximos permitidos pela legislação, 0,85 g de ácido Oleico/100 g. Essa ocorrência está correlacionada tanto com as condições desconhecidas durante a coleta da amostra quanto com a fermentação no processo vitivinícola.

O índice de peróxido determina todas as substâncias que oxidam o iodeto de potássio nas condições da análise. Estas substâncias são consideradas como peróxidos ou outros produtos similares resultantes da oxidação da gordura (Instituto Adolfo Lutz, 1985). A legislação brasileira (Brasil, 1999), permite um valor para óleo de semente de uva refinado de 10 meq/kg de amostra. Em termos de comparação, houve diferença significativa ($p \leq 0,05$) nos índices de peróxidos entre os métodos analisados, onde a maior média foi de 35 meq/kg para óleo obtido por Soxhlet, ultrapassando os limites estabelecidos, e a menor média foi de 9,03 meq/kg para o óleo obtido por Bligh & Dyer, que podem ser demonstrados nos Apêndices G, H e I. Portanto, apenas o óleo obtido por Bligh & Dyer apresentou um valor dentro do limite estabelecido pela legislação.

O índice de peróxido encontrado por Menezes (2014) pelo método Soxhlet também apresentou maior que o limite estabelecido pela legislação, obtendo 45,02 meq/kg para uva

Cabernet Sauvignon e 36,37 meq/kg para uva Bordô, próximo ao resultado obtido neste estudo. De acordo com Menezes (2014), a presença de peróxido em óleos e gorduras não é desejável, formam hidroperóxidos que implicam no sabor, cor e aroma do óleo, prejudicando a qualidade do produto.

Silva (2019) constatou em seu estudo que elevados índices de peróxidos presentes nos óleos extraídos a partir do método Soxhlet, indicam que fatores como o processamento, luz, oxigênio, tempo e temperatura desempenham impacto significativo na formação de mais peróxidos em comparação com outros métodos.

O índice de iodo determina a quantidade de ácidos graxos insaturados presentes na amostra. Aumentos no número de insaturações estão diretamente relacionados ao aumento do índice de iodo (Instituto Adolfo Lutz, 1985). Em termos de comparação, não houve diferença significativa ($p \geq 0,05$) entre os métodos analisados. O método por Soxhlet apresentou índice de iodo de 37,09 g I₂/100 g e o método Bligh & Dyer apresentou índice de iodo de 37,10 g I₂/100 g, que podem ser demonstrados nos Apêndices J, K e L. No entanto, os dois métodos ficaram abaixo do limite estabelecido pela legislação brasileira (Brasil, 1999) que estabelece limites de 130-138 I₂/100g.

Na pesquisa de Silva (2019), determinaram-se resultados para índice de iodo onde foi empregado o método Soxhlet, dentro dos padrões estabelecidos pela legislação brasileira (Brasil, 1999). No dia 1 de análise, encontraram-se 124,36 I₂/100g e após 30 dias, esse valor aumentou para 173,54 I₂/100g. Contudo, observa-se o aumento do índice, não sendo um resultado característico, considerando o período de armazenamento, exposição à luz e oxigênio, tornando o óleo susceptível a oxidação, ocorrendo redução da absorção do iodo durante uma análise.

Singh (2015) realizou a extração de óleo com éter de petróleo a 40-60°C em polpas e amêndoas de origem amazônica utilizando extrator Soxhlet, com refluxo por 6 h. Em seu estudo entre as polpas, foi observado que o óleo de patauá obteve maior índice de iodo (72,58 g I₂/100 g), seguido pelo óleo de inajá (71,17 g I₂/100 g). Para as amêndoas, o óleo de bacabá apresentou um índice de iodo superior (151,28 g I₂/100 g), seguido pelo óleo de patauá (78,44 g I₂/100 g), ambos com índices mais altos em comparação aos encontrados para as polpas. As demais amêndoas apresentaram teores que variam entre 17,68 e 21,50 g I₂/100 g. O baixo índice de iodo do óleo dessas amêndoas indica tratar-se de óleos mais saturados, o que reduz a propensão à oxidação lipídica durante o aquecimento.

O índice de saponificação identifica a presença de ácido graxo na amostra. Em termos de comparação, houve diferença significativa ($p \leq 0,05$) entre os métodos analisados, onde a maior média foi de 109,15 mg KOH/g pelo método Bligh & Dyer, e a menor média foi de 87,20 mg KOH/g pelo método de Soxhlet, que podem ser demonstrados nos Apêndices M, N e O. Os óleos analisados apresentaram-se menores que o limite estabelecido pela legislação brasileira (Brasil, 1999), que é entre 188-194 mg KOH/g.

Menezes *et al.* (2014) reportaram em seu trabalho que para óleo de sementes uvas extraídos por Soxhlet, houve um índice de saponificação diferente do estudo aqui proposto, com 190,60 mg KOH/g.

O índice de refração de óleos e gorduras é utilizado como critério de qualidade e identidade. O índice de refração não apresentou diferença significativa ($p \geq 0,05$) entre os métodos analisados, onde a média do método Soxhlet foi de 1,469 e a média do método Bligh and Dyer foi de 1,470, que podem ser demonstradas nos Apêndices P, Q e R e estão dentro do limite estabelecido pela legislação brasileira (Brasil, 1999), onde o valor permitido é de 1,477. Comparado com os resultados encontrados por Menezes (2015), o índice de refração encontrado foi de 1,472.

6 CONCLUSÃO

O estudo apontou que dentre os dois métodos avaliados o Soxhlet utilizando n-hexano como solvente apresentou maior eficiência na extração de lipídios totais presentes no óleo de semente de uva, obtendo 8,53% de óleo, enquanto o método Bligh and Dyer apresentou-se menos eficaz, obtendo um rendimento de 7,25%. O método Bligh and Dyer apresentou o índice de acidez, índice de peróxido e índice de refração dentro dos limites permitidos pela legislação brasileira, enquanto o método Soxhlet apresentou apenas o índice de refração dentro dos limites permitidos pela legislação brasileira. Comparando os valores das características físico-químicas do óleo extraído na melhor condição, constata-se que os resultados da caracterização ficaram em sua grande maioria fora dos padrões exigidos pela legislação brasileira, não apresentando diferença significativa ($p \geq 0,05$) entre ambos os métodos no índice de iodo e índice de refração. A escolha da metodologia para a extração do óleo pode influenciar tanto a quantidade obtida quanto à qualidade oxidativa, tendo em vista que o óleo extraído não passou por nenhum tipo de tratamento após a extração.

Esse trabalho foi fundamental para compreender o comportamento do óleo de semente de uva extraído por diferentes métodos, destacando como fatores de armazenamento e exposições à luz podem comprometer a sua qualidade. Conclui-se que o método Soxhlet é o que melhor expressa o conteúdo lipídico da semente da uva.

REFERÊNCIAS

- BRAGA, L. P. *et al.* **Efeito de diferentes métodos de extração sobre a qualidade de compostos bioativos em óleo extraído de semente de araticum.** 2018. Dissertação (Mestrado em Ciência e Tecnologia de alimentos) - Programa de Pós-Graduação em Ciência e Tecnologia, Universidade Federal de Goiás, Goiânia, 2018. Disponível em: <https://repositorio.bc.ufg.br/tede/items/1a4d1513-719e-4d81-a2f3-a397a14450fb>. Acesso em 20/08/2023.
- BRASIL, Agência Nacional de Vigilância Sanitária. **Resolução - RDC nº 482, de 23 de setembro de 1999.** Regulamento de Técnico Para Óleos e Gorduras Vegetais. Disponível em: https://bvsms.saude.gov.br/bvs/saudelegis/anvisa/1999/anexo/anexo_res0482_23_09_1999.pdf. Acesso em: 10 Out. 2023.
- BRASIL. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. **Instrução Normativa Nº 49, de 26 de dezembro de 2006.** Brasília, DF, 26 dez. 2006. Disponível em: <https://sistemasweb.agricultura.gov.br/sislegis/action/detalhaAto.do?method=visualizarAtoPortalMapa&chave=643062246>. Acesso em: 26 abr. 2022
- BRUNI, G. P. *et al.* Estudo do método de ultrassom para a extração de óleo de sementes de uva provenientes de rejeitos do processo vinícola. *In: XX Congresso De Engenharia Química, Florianópolis.* 2014. Disponível em: <https://pdf.blucher.com.br/chemicalengineeringproceedings/cobeq2014/0724-24287-181250.pdf>. Acesso em 23 Ago. 2023.
- BRUM, A. A. S. **Métodos de extração e qualidade da fração lipídica.** 2004. Dissertação (Mestrado em Ciência e Tecnologia de alimentos) – Programa de Pós-Graduação em Ciência e Tecnologia de alimentos, Universidade de São Paulo, Piracicaba, 2004. Disponível em: <https://www.teses.usp.br/teses/disponiveis/11/11141/tde-26042005-141101/publico/aelson.pdf>. Acesso em: 20 Ago. 2023.
- CORREIA, I. M. S. **Extração e pirólise do óleo de girassol (*Helianthus annus L.*) visando a produção de biocombustíveis.** 2009. Dissertação (Mestrado em Engenharia Química) – Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química, Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal, 2009. Disponível em: https://repositorio.ufrn.br/bitstream/123456789/15782/1/IaraMSC_DISSERT.pdf. Acesso em: 20 Ago. 2023.
- SINGH, T. C. **Avaliação dos parâmetros físico-químicos e estabilidade de compostos bioativos em óleos de polpa e amêndoa de frutos amazônicos.** 2015. Tese (Doutorado em Engenharia e Ciência de Alimentos) – Programa de Pós-graduação em Engenharia e Ciência de Alimentos, Universidade Estadual Paulista, São Paulo, 2015. Disponível em: <https://repositorio.unesp.br/server/api/core/bitstreams/fldc110c-afa1-44b3-830c-970cdf0eada/content>. Acesso em: 10 Nov. 2023.
- DE CASTRO, M. D. L., GARCIA-AYUSO, L. E. Soxhlet extraction of solid materials: an outdated technique with a promising innovative future. **Analytica Chimica Acta**, v. 369, n 1/2, p 1-10, 1998. Disponível em:

<https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0003267098002335>. Acesso em: 20/08/2023.

DIÓRIO, A. **Determinação de compostos fenólicos e carotenoides do óleo de sementes de uva (Cabernet Sauvignon e Bordô) extraído por ultrassom**. 2017. Dissertação (Mestrado em Engenharia Química) – Programa de Pós-graduação em Engenharia Química, Universidade Estadual de Maringá, Paraná, 2017. Disponível em: http://repositorio.uem.br:8080/jspui/bitstream/1/6837/1/Alexandre%20Diorio_2017.pdf. Acesso em: 20 Ago. 2023.

ELIAS, H. H. de S. **Caracterização física, química e bioquímica de cultivares de videira durante a maturação**. 2008. Tese (Doutorado em Ciência dos Alimentos) - Programa de Pós-graduação em Ciência dos Alimentos, Universidade Federal de Lavras, Minas Gerais, 2008. Disponível em: http://repositorio.ufla.br/jspui/bitstream/1/2992/1/TESE_Caracteriza%C3%A7%C3%A3o%20f%C3%ADsica%2C%20qu%C3%ADmica%20e%20bioqu%C3%ADmica%20de%20cultivares%20de%20videira%20durante%20a%20matura%C3%A7%C3%A3o.pdf. Acesso em: 20 Ago. 2023.

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/resources/editorinplace/ial/2016_3_19/analisedealimentosial_2008.pdf. Acesso em: 20 Ago. 2023.

LEÃO, P. C. de S. Breve histórico da vitivinicultura e a sua evolução na região semiárida brasileira. **Anais da Academia Pernambucana de Ciência Agronômica**, v. 7, p. 81-85, 2010. Disponível em: <https://ainfo.cnptia.embrapa.br/digital/bitstream/item/47735/1/13-Cronica-07.pdf>. Acesso em: 20 Ago. 2023.

MENEZES, M. L. de *et al.* **Estudo dos processos de secagem e de extração para produção do óleo bruto de semente de uva**. 2014. Tese (Doutorado em Desenvolvimento de processos) – Programa de Pós-Graduação em Desenvolvimento de Processos, Universidade Estadual de Maringá, Paraná, 2014. Disponível em: <http://repositorio.uem.br:8080/jspui/handle/1/3646>. Acesso em: 10 Jun 2023.

MENEZES, M. L. *et al.* Extração e análise físico-química do óleo de semente de uva das variedades Cabernet Sauvignon e Bordô extraído por Soxhlet. **Blucher Chemical Engineering Proceedings**, v. 2, n. 1, p. 1024-1032, 2015. Disponível em: <http://pdf.blucher.com.br.s3-sa-east-1.amazonaws.com/chemicalengineeringproceedings/enemp2015/PS-523.pdf>. Acesso em: 23 Jun. 2023.

MENEZES, M. L. de *et al.* Avaliação da extração por Soxhlet do óleo de sementes de Uva bordô utilizando como solventes alternativos o álcool etílico e isopropílico. **Brazilian Journal of Development**, v. 7, n. 8, p. 77169-77180, 2021. Disponível em: <https://ojs.brazilianjournals.com.br/ojs/index.php/BRJD/article/view/33928/pdf>. Acesso em: 23 Jun de 2023.

PÁDUA, D. R. L. *et al.* **Caracterização de compostos bioativos em uva da cultivar Isabel precoce (*Vitis labrusca* L.) durante o desenvolvimento fisiológico, cultivada no cerrado goiano.** 2018. Dissertação (Mestrado) - Curso de Ciência e Tecnologia de Alimentos, Universidade Federal de Goiás, Goiânia, 2018. Disponível em: <https://repositorio.bc.ufg.br/tede/bitstream/tede/8959/5/Disserta%C3%A7%C3%A3o%20-%20Dalila%20Rayane%20de%20Lima%20P%C3%A1dua%20-%202018.pdf>. Acesso em: 15 maio 2022.

PEREIRA, G. G. **Obtenção de nanoemulsões O/A à base de óleo de semente de uva e oliva aditivadas de metoxicinamato de octila e estudo do potencial antioxidante e fotoprotetor das emulsões.** 2008. Dissertação (Doutorado) - Curso de Ciências Farmacêuticas, Universidade de São Paulo, Ribeirão Preto, 2008. Disponível em: <https://www.teses.usp.br/teses/disponiveis/60/60137/tde31032009143222/publico/Dissertacao.pdf>. Acesso em: 15 maio 2022.

RAMALHO, H. F.; SUAREZ, P. A. Z. A química dos óleos e gorduras e seus processos de extração e refino. Brasília: **Revista Virtual de Química**, v. 5, n. 1, p. 2 - 15. 09 nov. 2013. Disponível em: <https://sistemas.eel.usp.br/docentes/arquivos/1285870/58/Quimicade0leoseGorduras.Artigo.pdf>. Acesso em: 15 maio 2022.

RITSCHER, P. S.; SEBEN, S. de S. **Embrapa Uva e Vinho: novas cultivares brasileiras de uva.** Bento Gonçalves: Embrapa Uva e Vinho, 2010. Disponível em: <https://www.alice.cnptia.embrapa.br/alice/bitstream/doc/872373/1/LivroPatriciaFinal1.pdf>. Acesso em 20 Ago. 2023.

ROBERTO, S. R. *et al.* **Viticultura tropical: o sistema de produção de uvas de mesa do Paraná.** Editora: Iapar, Londrina, 2021. Disponível em: <https://www.esalq.usp.br/visaoagricola/sites/default/files/va14-viticultura-capas-e-miolo-final.pdf>. Acesso em: 21 Ago. 2023.

SANTOS, B. A. dos. **Extração do óleo de semente de uva por diferentes métodos e avaliação da atividade antioxidante.** 2018. Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação em Tecnologia em Processos Químicos). Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Toledo, 2018. Disponível em: <https://repositorio.utfpr.edu.br/jspui/bitstream/1/24433/1/extracaooleosementeuva.pdf>. Acesso em: 02 Set 2023.

SANTOS, L. da R. dos. **Efeito da atividade antioxidante de extratos de bagaços de uvas na estabilidade oxidativa de óleos vegetais.** 2021. Tese de Doutorado. Dissertação (Doutorado em Engenharia e Ciência dos alimentos) - Programa de Pós-Graduação em Engenharia e Ciência de Alimentos, Universidade Estadual Paulista, São José do Rio Preto, 2021. Disponível em: <https://repositorio.unesp.br/server/api/core/bitstreams/b4aeca4b-c318-4fb7-9a0b-5e100a4c95bc/content>. Acesso em: 03 Set 2023.

SILVA, D. J. EMBRAPA SEMIÁRIDO. **Nutrição e Adubação da Videira em Sistema de Produção Integrada.** Embrapa. Petrolina, p. 10. 2012. Disponível em: <https://www.infoteca.cnptia.embrapa.br/infoteca/bitstream/doc/950684/1/CTE100.pdf>. Acesso em: 10 Jun 2023.

SILVA, J. B. M. D. da. **Extração do óleo de semente de uva por diferentes métodos e sua alteração durante o armazenamento.** 2019. Trabalho de Conclusão de Curso. Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Londrina, 2019. Disponível em: https://repositorio.utfpr.edu.br/jspui/bitstream/1/12384/2/LD_COALM_2019_2_04.pdf. Acesso em: 10 Jun 2023.

SILVA, N. K. **Extração de óleos vegetais a partir de coprodutos gerados na produção de vinhos e de suco de romã.** 2013. Dissertação (Mestrado em Tecnologia de Processos Químicos e Bioquímicos) – Programa de Pós-graduação em Tecnologia de Processos Químicos e Bioquímicos, Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2013. Disponível em: <http://objdig.ufrj.br/61/dissert/796814.pdf>. Acesso em: 03 Set. 2023.

SHINAGAWA, F. B. **Avaliação da composição química de óleos brasileiros de semente de uva (*Vitis vinífera* L) e seu efeito sobre parâmetros bioquímicos e inflamatórios em ratos.** 2015. Tese (Doutorado) - Curso de Ciência de Alimentos, Faculdade de Ciências Farmacêuticas da Universidade de São Paulo, São Paulo, 2015. Disponível em: https://www.teses.usp.br/teses/disponiveis/9/9131/tde-28052015091051/publico/Fernanda_Branco_Shinagawa_DO_original.pdf. Acesso em: 15 maio 2022.

SOUZA, R. C. **Avaliação físico-química de óleo de semente de uva extraído por diferentes métodos: Influência do pré-tratamento com ultrassom.** 2018. Dissertação (Mestrado em Ciência de alimentos) – Programa de Pós-Graduação em Ciência de alimentos, Universidade Federal da Bahia, Salvador, 2018. Disponível em: https://pgalimentos.ufba.br/sites/pgalimentos.ufba.br/files/rita_de_cassia_de_souza.pdf. Acesso em: 10 Jun 2023.

SUTILLE, C. *et. al.* Extração de óleos vegetais a frio e a quente. *In: SIMPÓSIO DE ALIMENTOS*, 5., 2007, Passo Fundo. Anais eletrônicos [...].Passo Fundo, 2007. Disponível em: https://www.upf.br/_uploads/Conteudo/simposio-sial- anais/2007/todos/33.pdf. Acesso em: 15 maio 2022.

APÊNDICE

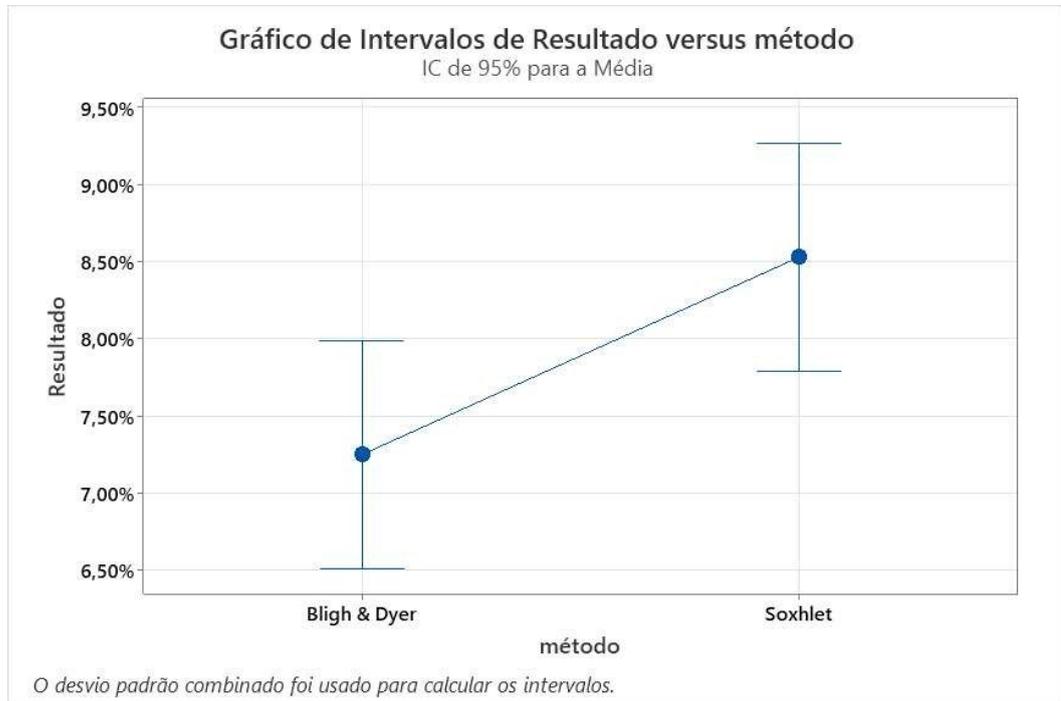
APÊNDICE A – Análise de variância do rendimento da extração de óleo

Análise de Variância

<u>Fonte</u>	<u>GL</u>	<u>SQ (Aj.)</u>	<u>QM (Aj.)</u>	<u>Valor F</u>	<u>Valor-P</u>
método	1	0,000246	0,000246	11,63	0,027
Erro	4	0,000084	0,000021		
Total	5	0,000330			

Fonte: Minitab Statistical Software 21.4.2 (2021)

APÊNDICE B – Gráfico de intervalos de resultado versus método do rendimento da extração de óleo



Fonte: Minitab Statistical Software 21.4.2 (2021)

APÊNDICE C – Comparações pelo Método de Tukey do rendimento da extração de óleo**Comparações Emparelhadas de Tukey****Informações de Agrupamento Usando Método de Tukey e 95% de Confiança**

<u>método</u>	<u>N</u>	<u>Média</u>	<u>Agrupamento</u>
Soxhlet	3	0,08530	A
Bligh & Dyer	3	0,07250	B

Médias de tratamentos seguidas de letras diferentes, na coluna, apresentaram diferença significativa ($p > 0,05$).

Fonte: Minitab Statistical Software 21.4.2 (2021)

APÊNDICE D – Análise de variância do Índice de acidez**Análise de Variância**

Fonte	GL	SQ (Aj.)	QM (Aj.)	Valor F	Valor-P
método	1	0,132908	0,132908	1311,59	0,000
Erro	4	0,000405	0,000101		
Total	5	0,133313			

Fonte: Minitab Statistical Software 21.4.2 (2021)

APÊNDICE E – Gráfico de intervalos de resultados versus método do Índice de acidez

Fonte: Minitab Statistical Software 21.4.2 (2021)

APÊNDICE F – Comparações pelo Método Tukey do Índice de acidez

Comparações Emparelhadas de Tukey

Informações de Agrupamento Usando Método de Tukey e 95% de Confiança

<u>método</u>	<u>N</u>	<u>Média</u>	<u>Agrupamento</u>
Soxhlet	3	0,84033	A
Bligh & Dyer	3	0,542667	B

Médias de tratamentos seguidas de letras diferentes, na coluna, apresentaram diferença significativa ($p > 0,05$).

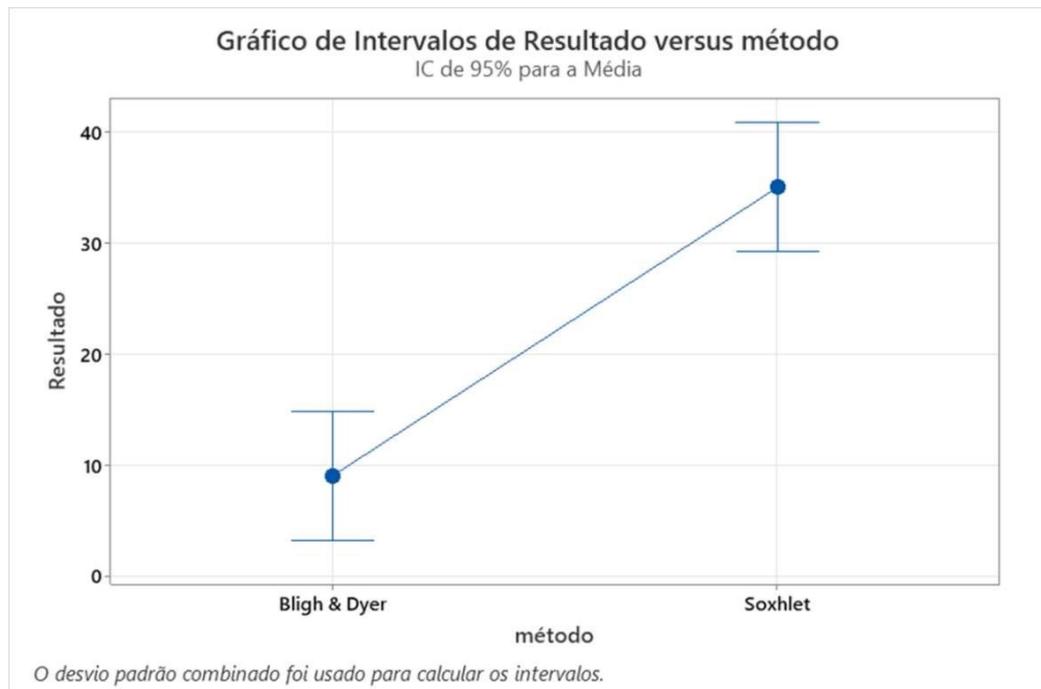
Fonte: Minitab Statistical Software 21.4.2 (2021)

APÊNDICE G – Análise de variância do Índice de peróxido**Análise de Variância**

Fonte	GL	SQ (Aj.)	QM (Aj.)	Valor F	Valor-P
método	1	1011,54	1011,54	77,23	0,001
Erro	4	52,39	13,10		
Total	5	1063,93			

Fonte: Minitab Statistical Software 21.4.2 (2021)

APÊNDICE H – Gráfico de intervalos de resultados versus método do Índice de peróxido



Fonte: Minitab Statistical Software 21.4.2 (2021)

APÊNDICE I – Comparações pelo Método de Tukey de Índice de peróxido**Comparações Emparelhadas de Tukey****Informações de Agrupamento Usando Método de Tukey e 95% de Confiança**

<u>método</u>	<u>N</u>	<u>Média</u>	<u>Agrupamento</u>
Soxhlet	3	35,00	A
Bligh & Dyer	3	9,03	B

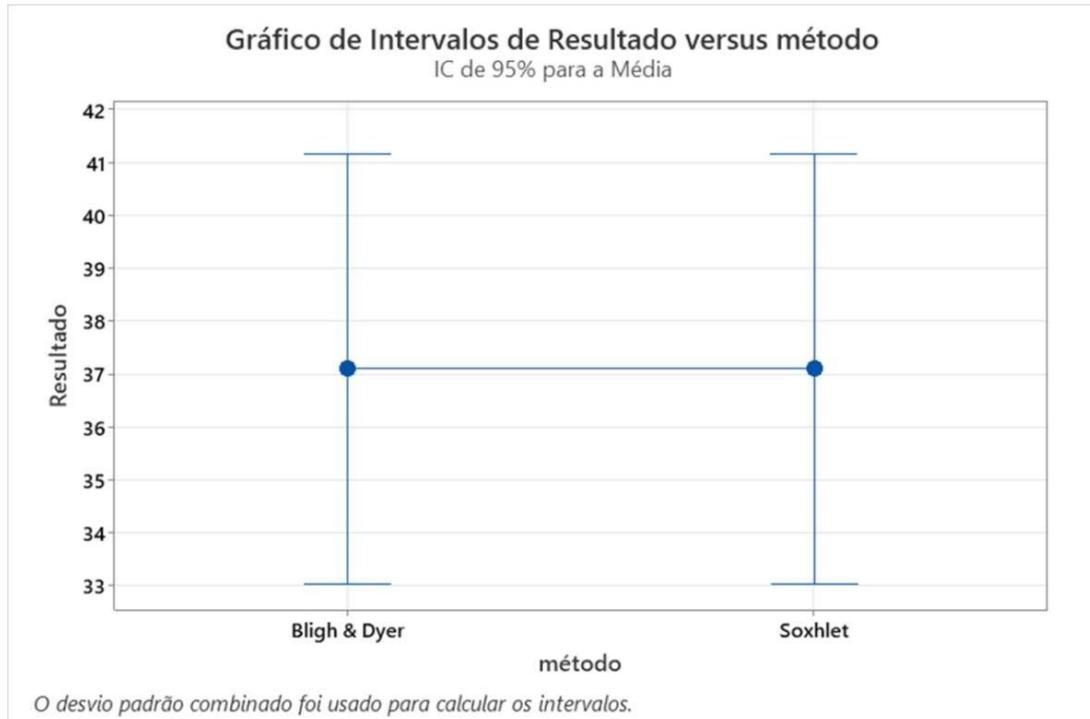
Médias de tratamentos seguidas de letras diferentes, na coluna, apresentaram diferença significativa ($p > 0,05$).

Fonte: Minitab Statistical Software 21.4.2 (2021)

APÊNDICE J – Análise de variância do Índice de iodo**Análise de Variância**

Fonte	GL	SQ (Aj.)	QM (Aj.)	Valor F	Valor-P
método	1	0,0001	0,00009	0,00	0,997
Erro	4	25,6630	6,41575		
Total	5	25,6631			

Fonte: Minitab Statistical Software 21.4.2 (2021)

APÊNDICE K – Gráfico de intervalos de resultados versus método de Índice de iodo

Fonte: Minitab Statistical Software 21.4.2 (2021)

APÊNDICE L – Comparações pelo Método de Tukey de Índice de iodo**Comparações Emparelhadas de Tukey****Informações de Agrupamento Usando Método de Tukey e 95% de Confiança**

<u>método</u>	<u>N</u>	<u>Média</u>	<u>Agrupamento</u>
Bligh & Dyer	3	37,10	A
Soxhlet	3	37,094	A

Médias de tratamentos seguidas de letras iguais, na coluna, não apresentaram diferença significativa ($p > 0,05$).

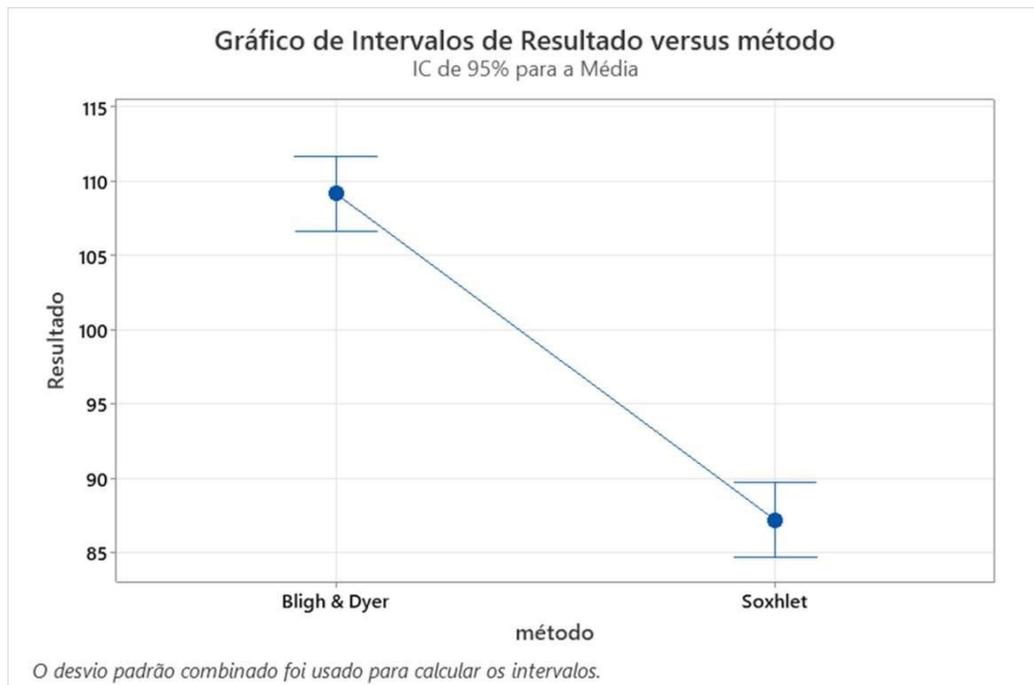
Fonte: Minitab Statistical Software 21.4.2 (2021)

APÊNDICE M – Análise de variância do Índice de saponificação**Análise de Variância**

Fonte	GL	SQ (Aj.)	QM (Aj.)	Valor F	Valor-P
método	1	722,562	722,562	291,31	0,000
Erro	4	9,921	2,480		
Total	5	732,483			

Fonte: Minitab Statistical Software 21.4.2 (2021)

APÊNDICE N – Gráfico de intervalos de resultados versus método de Índice de saponificação



Fonte: Minitab Statistical Software 21.4.2 (2021)

APÊNDICE O – Comparações pelo Método de Tukey de Índice de saponificação**Comparações Emparelhadas de Tukey****Informações de Agrupamento Usando Método de Tukey e 95% de Confiança**

<u>método</u>	<u>N</u>	<u>Média</u>	<u>Agrupamento</u>
Bligh & Dyer	3	109,153	A
Soxhlet	3	87,20	B

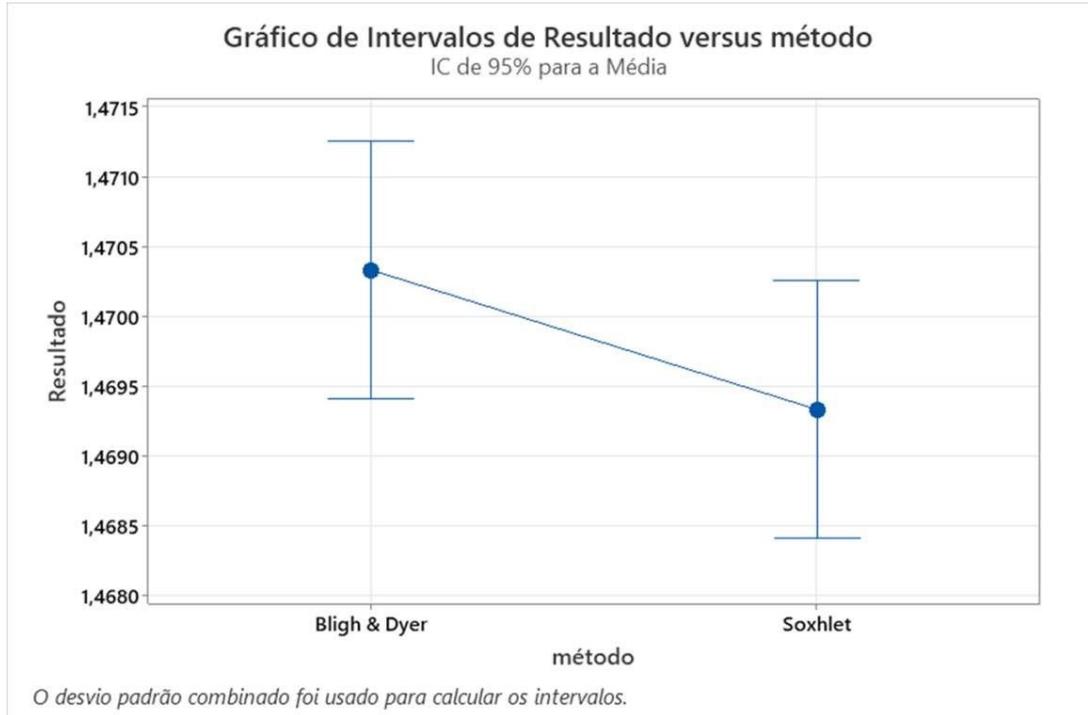
Médias de tratamentos seguidas de letras diferentes, na coluna, apresentaram diferença significativa ($p > 0,05$).

Fonte: Minitab Statistical Software 21.4.2 (2021)

APÊNDICE P – Análise de variância da refração**Análise de Variância**

Fonte	GL	SQ (Aj.)	QM (Aj.)	Valor F	Valor-P
método	1	0,000001	0,000001	4,50	0,101
Erro	4	0,000001	0,000000		
Total	5	0,000003			

Fonte: Minitab Statistical Software 21.4.2 (2021)

APÊNDICE Q – Gráfico de intervalos de resultados versus método da refração

Fonte: Minitab Statistical Software 21.4.2 (2021)

APÊNDICE R – Comparações pelo Método de Tukey da refração

Comparações Emparelhadas de Tukey

Informações de Agrupamento Usando Método de Tukey e 95% de Confiança

<u>método</u>	<u>N</u>	<u>Média</u>	<u>Agrupamento</u>
Bligh & Dyer	3	1,47033	A
Soxhlet	3	1,46933	A

Médias de tratamentos seguidas de letras iguais, na coluna, não apresentaram diferença significativa ($p > 0,05$).

Fonte: Minitab Statistical Software 21.4.2 (2021)