

**Produção e caracterização de óleo bruto e refinado obtido de cabeças de tilápia sob diferentes temperaturas**

**Production and characterization of crude and refined oil obtained from tilapia heads under different temperatures**

**Producción y caracterización del aceite crudo y refinado obtenido de la cabezas de tilapia a diferentes temperaturas**

Recebido: 02/11/2020 | Revisado: 05/11/2020 | Aceito: 09/11/2020 | Publicado: 13/11/2020

**Jacyara Thaís Teixeira**

ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-9829-1958>

Universidade Federal de Lavras, Brasil

E-mail: [jacyarateixeiranutri@gmail.com](mailto:jacyarateixeiranutri@gmail.com)

**Francielly Corrêa Albergaria**

ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-5641-2889>

Universidade Federal de Lavras, Brasil

E-mail: [franalbergaria@hotmail.com](mailto:franalbergaria@hotmail.com)

**Maria Cecília Evangelista Vasconcelos Schiassi**

ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-8704-5815>

Universidade Federal de Lavras, Brasil

E-mail: [vasconcelosmariaufila@gmail.com](mailto:vasconcelosmariaufila@gmail.com)

**Amanda Maria Teixeira Lago**

ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-5533-8330>

Universidade Federal de Lavras, Brasil

E-mail: [amanda.lago@ufla.br](mailto:amanda.lago@ufla.br)

**Roseane Maria Evangelista Oliveira**

ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-9921-7952>

Universidade Federal de Lavras, Brasil

E-mail: [roseane-ufla@hotmail.com](mailto:roseane-ufla@hotmail.com)

**Carlos José Pimenta**

ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-9520-4855>

Universidade Federal de Lavras, Brasil

E-mail: [carlospimenta@ufla.br](mailto:carlospimenta@ufla.br)

**Maria Emília de Sousa Gomes**

ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-2338-2684>

Universidade Federal de Lavras, Brasil

E-mail: [maria.emilia@ufla.br](mailto:maria.emilia@ufla.br)

## **Resumo**

A extração do óleo de subprodutos do processamento de tilápia tem sido uma forma bastante interessante de aproveitamento de resíduos sólidos, devido aos seus potenciais benefícios à saúde humana. Neste sentido, o objetivo deste estudo foi extrair e refinar o óleo de tilápias nilóticas (*Oreochromis niloticus*) obtido dos resíduos (cabeças) empregando três temperaturas diferentes (40°C, 50°C e 60°C). Os óleos (bruto e refinado) foram caracterizados quimicamente, por meio dos índices de peróxido, saponificação, acidez e iodo, e perfil de ácidos graxos, bem como foi calculado o rendimento de cada tratamento. Os resultados mostraram que as temperaturas avaliadas pouco influenciaram na qualidade de óleo e que os maiores índices de significância foram encontrados quando comparados os óleos bruto e refinado. No entanto, o emprego de diferentes temperaturas para a extração do óleo de cabeças de tilápias nilóticas pode ser considerado efetivo, em que a temperatura de 60°C propiciou um óleo de melhor qualidade, principalmente pelo índice de acidez apresentado e pelas quantidades de ácidos graxos.

**Palavras-chave:** Óleo de peixe; Parâmetros de qualidade; Perfil de ácidos graxos.

## **Abstract**

The extraction of oil by-products from tilapia processing has been a very interesting way of using solid waste, due to its potential benefits to human health. In this sense, the aim of this study was to extract and refine the Nilotic tilapia oil (*Oreochromis niloticus*) obtained from the wastes (heads) using three different temperatures (40°C, 50°C, and 60°C). The oils (crude and refined) were chemically characterized from peroxide, saponification, acidity, and iodine indices, and fatty acid profiles, as well as the yield of each treatment was calculated. The results showed that the evaluated temperatures had little influence on oil quality and that the highest significance levels were found when comparing crude and refined oils. However, the use of different temperatures for the extraction of oil from Nilotic tilapia heads can be considered effective, in which the temperature of 60°C provided a better quality oil, mainly due to the acidity index presented and the amounts of fatty acids.

**Keywords:** Fish oil; Quality parameters; Fatty acid profile.

## Resumen

La extracción de aceite de los subproductos del procesamiento de la tilapia ha sido una forma muy interesante de explotar los residuos sólidos, debido a sus beneficios potenciales para la salud humana. En este sentido, el objetivo de este estudio fue extraer y refinar el aceite de tilapia nilótica (*Oreochromis niloticus*) obtenido de los residuos (cabezas) utilizando tres temperaturas diferentes (40°C, 50°C y 60°C). Los aceites (crudos y refinados) se caracterizaron químicamente mediante de los índices de peróxido, saponificación, acidez y yodo, y perfil de ácidos grasos, así como el rendimiento de cada tratamiento fue calculado. Los resultados mostraron que las temperaturas evaluadas tenían poca influencia en la calidad del aceite y que los niveles de importancia más altas se encontraban al comparar los aceites crudos y los refinados. Sin embargo, el uso de temperaturas diferentes para la extracción de aceite de las cabezas de tilapia nilótica puede considerarse efectivo, en el que la temperatura de 60°C proporcionó un aceite de mejor calidad, principalmente por el índice de acidez presentado y las cantidades de ácidos grasos.

**Palabras clave:** Aceite de pescado; Parámetros de calidad; Perfil de los ácidos grasos.

## 1. Introdução

Estimativas apontam que a aquicultura será o setor produtor de alimentos que mais crescerá no mundo. Essa atividade é praticada em vários países, sendo uma importante fonte de renda e de proteína animal, com papel bastante relevante na segurança alimentar (FAO, 2018). Entretanto, para o crescimento pleno da indústria de pescado, existe uma série de desafios a serem solucionados sendo necessário melhorar a organização do setor produtivo, compartilhando os resultados e os conhecimentos gerados no meio profissional, estimulando a entrada de novas empresas no mercado, aumentando o nível de desenvolvimento tecnológico para reduzir o custo produtivo e melhorar a qualidade do pescado (Schulter & Vieira Filho, 2017). Dentre as inúmeras espécies de pescado cultivadas, a tilápia se destaca pois a utilização dos resíduos de seu processamento tem contribuído muito para minimizar os danos ambientais decorrentes da atividade (Machado, Catapreta, Furlan, & Neiva, 2020) e para disponibilizar ao consumidor final produtos derivados com excelente valor nutricional.

A extração do óleo de subprodutos do processamento de tilápia tem sido uma forma bastante interessante de aproveitamento de resíduos sólidos, devido aos seus potenciais benefícios à saúde humana. Pode fornecer, por exemplo, ácidos graxos polinsaturados  $\omega$ -3, especialmente dos ácidos graxos eicosapentaenoico (EPA) e docosahexaenoico (DHA)

(Brignol et al., 2018). Sua utilização na formulação de alimentos e suplementos dietéticos, em especial para fins nutracêuticos, pode causar efeitos no perfil lipídico, prevenindo e minimizando o risco de doenças cardiovasculares, diminuindo a hipertensão arterial e os processos inflamatórios (Pontes et al., 2018). Apesar de existirem vários estudos sobre a obtenção de óleo de peixe, muito pouco se sabe sobre processos alternativos utilizando resíduos do beneficiamento como matéria-prima. Assim, surgem questões que precisam ser elucidadas para viabilizar o processo.

Na extração física do óleo de cabeça de tilápias, um dos principais problemas é o controle da temperatura utilizada, pois a temperatura é considerada um dos principais catalisadores do processo de oxidação em óleos e gorduras durante o processamento, causando perdas de nutrientes essenciais (Kubo, 2014). Neste sentido, o objetivo deste trabalho foi extrair o óleo de cabeças de tilápias nilóticas (*Oreochromis niloticus*), empregando três temperaturas diferentes (40°C, 50°C e 60°C), bem como caracterizar quimicamente os óleos bruto e refinado, por meio dos índices de peróxido, saponificação, acidez, iodo e perfil de ácidos graxos.

## 2. Metodologia

O presente estudo caracteriza-se como uma pesquisa laboratorial de natureza quantitativa (Pereira et al., 2018).

### 2.1 Matéria-prima

A matéria-prima utilizada foi composta por cabeças provenientes de resíduos da filetagem de tilápias, fornecidas pela Piscicultura Cristalina, localizada na cidade Fartura, São Paulo, Brasil. Estas foram embaladas a vácuo no local e transportadas por caminhão frigorífico até a Planta Piloto de Processamento de Pescado (Departamento de Ciência dos Alimentos, Universidade Federal de Lavras, Lavras, Minas Gerais, Brasil), onde foram mantidas em *freezer* vertical (GTPC555 modelo, Gelopar, Chapada Araucária, Brasil) a -18°C. Inicialmente, as cabeças foram lavadas em água tratada e, em seguida, moídas em moedor elétrico de carne (10I modelo, C.A.F., Rio Claro, Brasil). Adicionou-se 0,01% p/p de hidroxitolueno butilado (BHT) por kg à massa. A quantidade total obtida foi dividida em porções de 50 g e armazenadas em *freezer* vertical para posterior extração do óleo.

## **2.2 Extração e obtenção do óleo bruto**

Para cada extração foram descongeladas, sob refrigeração, porções que totalizavam 1 kg de massa de cabeça moída. Após o descongelamento, cada porção de massa foram cozidas em banho-maria (MA 127 modelo, Marconi, Piracicaba, Brasil) em sua respectiva temperatura (40°C, 50°C e 60°C) durante 60 min. Ao fim do cozimento, a massa foi transferida para tubos Falcon e centrifugada (NT 815 modelo, Novatécnica, Piracicaba, Brasil) por 20 min a 10.000 rpm. O óleo bruto sobrenadante foi pipetado e congelado para posteriores análises e etapas.

## **2.3 Processo de refino do óleo bruto**

O processo de refino do óleo bruto, foi realizado segundo a adaptação da metodologia proposta por Moraes et al. (2001) para óleo de pescado. Para tanto, inicialmente foi realizado o processo de degomagem, visando à remoção, eliminação e inativação de fosfolipídeos, proteínas e substâncias coloidais do óleo bruto, além da eliminação de outras impurezas, como sabões e íons metálicos. Estes componentes devem ser removidos para evitar sua precipitação durante a estocagem do óleo. Sendo assim, o óleo foi colocado em um béquer e levado para o agitador magnético (DT3120H modelo, Diagtech, São Paulo, SP, Brasil), onde permaneceu sob agitação constante por 30 min, até que atingisse uma temperatura de 70°C.

Ao estabilizar a temperatura da etapa de degomagem, foram adicionados 3% de água destilada a 70°C continuando sob agitação por 30 min. Ao final desse período, e após a mistura atingir as condições ambientais, foram transferidos para tubos Falcon e centrífugada a 10.000 rpm/5 min para a separação da fase aquosa. O óleo sobrenadante foi pipetado e transferido para um béquer para a próxima fase. Ao final desta etapa, o índice de acidez foi mensurado de acordo com metodologia proposta por Instituto Adolfo Lutz (IAL, 2008). A partir do resultado desta análise, a etapa de neutralização não foi necessária, pois o produto obtido apresentou índice de acidez mínimo.

O óleo obtido foi aquecido novamente até que atingisse a temperatura de 80°C, em seguida foram adicionados 2 g de argila e 0,2 g de carvão ativado para cada 100 g de óleo. A mistura permaneceu em agitação por 30 min e após esse período foi realizada a filtração com o uso de papel filtro quantitativo. Por fim, após a etapa de clarificação, o óleo já refinado permaneceu em estufa (Q317M-12 modelo, Quimis, Diadema, Brasil) a 40°C/12 h para a secagem de partículas aquosas que pudessem não ter sido eliminadas nas fases anteriores.

## 2.4 Rendimento

A determinação do rendimento do óleo bruto foi feita por diferença de massa, entre o peso da amostra inicial e o peso do óleo após a extração, fornecendo a quantidade de óleo obtida para cada temperatura utilizada. O rendimento do óleo refinado foi calculado baseado no volume total de óleo bruto em relação ao volume do óleo refinado obtido. Os resultados foram expressos em porcentagem (%), em relação ao peso da amostra inicial.

## 2.5 Caracterização química

Para caracterização química dos óleos brutos e refinados, foram realizadas análises dos índices de acidez, de saponificação, de peróxido, de refração e de iodo, bem como foi determinado o perfil de ácidos graxos.

### 2.5.1 Índice de peróxido

O índice de peróxido foi determinado seguindo a metodologia proposta pela *International Organization for Standardization 3960* (ISO, 2017). Para tanto, foram pesadas 1,5 g de amostra, adicionados 6 mL de ácido acético e 4 mL de clorofórmio permanecendo sob agitação até a dissolução da amostra. Em seguida, foi adicionado 0,5 mL de solução saturada de iodeto de potássio recém-preparado, agitando rapidamente e ficou em repouso por 1 min ao abrigo da luz. Por fim, foi adicionado 10 mL de água e 0,5 mL de solução de amido 1%, para então, realizar a titulação com tiosulfato de sódio 0,005 M até a completa descoloração da cor escura. Foi realizado um ensaio em branco nas mesmas condições. Para o cálculo foi utilizada a Equação 1 e os resultados foram expressos em miliequivalentes de oxigênio ativo por quilograma (mEq de O<sub>2</sub>/kg).

$$IP = \frac{M \times (v_a - v_b) \times 1000}{m_a} \quad (1)$$

em que:

IP = índice de peróxido;

M = molaridade do tiosulfato de sódio;

v<sub>a</sub> = volume gasto para titular a amostra, em mL;

v<sub>b</sub> = volume gasto para titular o branco, em mL;

m<sub>a</sub> = massa da amostra, em g.

### 2.5.2 Índice de saponificação

Foi pesado 0,8 g de amostra em um balão de fundo redondo e adicionados 10 mL de solução alcoólica de hidróxido de potássio 0,5 M. O balão foi adaptado ao condensador de refluxo e colocado no banho-maria em ebulição por 60 min. Ao final desse período foram adicionadas 2 gotas de indicador fenolftaleína. A titulação foi feita com ácido clorídrico 0,5 M até que a cor rosada desaparecesse. Foi efetuado um branco nas mesmas condições. Para o cálculo foi utilizada a Equação 2 e os resultados foram expressos em miligrama de hidróxido de potássio por grama (mg KOH/g) (IAL, 2008).

$$IS = \frac{28,05 \times f \times (vb - va)}{ma} \quad (2)$$

em que:

IS = índice de saponificação;

f = fator de correção da solução de HCl 0,5 M;

vb = volume gasto na titulação do branco, em mL;

va = volume gasto na titulação da amostra, em mL;

ma = massa da amostra, em g.

### 2.5.3 Índice de acidez

Para a análise foram pesados 2 g de amostra em frasco erlenmeyer e adicionados 25 mL de solução hexano-álcool na proporção de 2:1. Foram adicionadas 2 gotas do indicador fenolftaleína e tituladas com solução de hidróxido de sódio 0,1 M, até o aparecimento da coloração rósea, que deveria persistir por 30 seg. Um branco foi realizado nas mesmas condições (IAL, 2008). Para o cálculo foi utilizado a Equação 3, os resultados foram expressos em porcentagem (%).

$$IA = \frac{va \times M \times f \times 56,11}{ma} \quad (3)$$

em que:

IA = índice de acidez;

va = volume gasto na titulação da amostra, em mL;

M = molaridade de NaOH 0,1 M;

f = fator de correção da solução de hidróxido de sódio 0,1 M;

m = massa da amostra, em g.

#### **2.5.4 Índice de iodo**

O índice de iodo foi determinado pelo método de Wijs com adaptações (IAL, 2008). Cerca de 0,2 g do óleo foram pesados em vidro de relógio e, logo após, transferidos para um erlenmeyer contendo 10 mL de clorofórmio. Ao material foram adicionados 25 mL da solução de Wijs, o qual foi deixado em repouso, ao abrigo de luz, por 30 min após o repouso, foram adicionados 10 mL de solução de iodeto de potássio (15%) e 100 mL de água recentemente fervida e resfriada. O material foi titulado com tiosulfato de sódio (0,1 N) até fraca coloração amarela. Para o cálculo foi utilizado a Equação 4 e os resultados foram expressos em gramas de iodo por 100 gramas (g I/100 g).

$$II = \frac{12,88 \times M \times (vb - va)}{ma} \quad (4)$$

em que:

II = índice de iodo;

M = molaridade da solução de tiosulfato de sódio;

vb = volume gasto na titulação do branco, em mL;

va = volume gasto na titulação da amostra, em mL;

ma = massa da amostra, em g.

#### **2.5.5 Perfil de ácidos graxos**

Os ácidos graxos foram extraídos de acordo com a metodologia de Folch, Lees, & Sloane-Stanley (1957) e metilados segundo Metcalfe, Schmitz e Pelka (1966). A análise cromatográfica foi realizada em cromatógrafo a gás (CG – 2010 modelo, Shimadzu, Barueri, Brasil), com detector de ionização de chama (FID) e coluna capilar modelo DB-FFAP Megabore, com fase estacionária: nitrotereftálico modificado por polietilenoglicol.

#### **2.6 Análise estatística**

Para a avaliação química dos diferentes índices de qualidade, utilizou-se um delineamento inteiramente casualizado (DIC) com um fatorial 3x2 (3 temperaturas de extração x 2 tipos de óleo), com 4 repetições. O perfil dos ácidos graxos foi avaliado por estatística descritiva sem comparação aprofundada entre os dois tipos de óleo obtidos (bruto e



refinado). Os resultados obtidos foram avaliados por análise de variância (ANOVA) e teste de média *Tukey* ( $p < 0.05$ ) para os diferentes tratamentos, utilizando o pacote estatístico *Statistical Analysis System* (SAS, 2016).

### 3. Resultados e Discussão

Os resultados obtidos para o rendimento e as análises químicas (índices de acidez, de peróxido, de saponificação, de refração e de iodo) dos óleos bruto e refinado encontram-se na Tabela 1. Em geral, conforme os resultados, é importante verificar que houve diferença significativa ( $p < 0,05$ ) entre as diferentes temperaturas empregadas no processo de extração, bem como entre os tipos de óleos obtidos (bruto e refinado).

#### 3.1 Rendimento dos óleos

Com base nos resultados, houve diferença significativa ( $p < 0,05$ ) para rendimento quando aplicadas diferentes temperaturas de extração (40°C, 50°C e 60°C) (Tabela 1). Quando o óleo bruto foi extraído a 40°C foi observado um menor rendimento ( $p < 0,05$ ) e, portanto, considerando essa variável isoladamente, pode inferir que as melhores temperaturas para obtenção do óleo bruto, dentre as testadas, foram 50 e 60°C (em média 44,70%).

Com as mesmas amostras obtidas para avaliação do rendimento em óleo bruto, determinou-se o rendimento em óleo refinado. E, portanto, para cada óleo bruto extraído em determinada temperatura, foi avaliado o rendimento em óleo refinado. Da mesma forma, houve efeito significativo ( $p < 0,05$ ) da temperatura de extração do óleo bruto, sobre o rendimento em óleo refinado, uma vez que o processo utilizado para refino foi o mesmo.

O maior rendimento em óleo refinado foi observado quando se utilizou a temperatura de extração do óleo bruto de 40°C. Valores intermediários foram encontrados para a extração a 50°C e o pior resultado foi encontrado quando se utilizou a temperatura de extração do óleo bruto igual a 60°C, demonstrando que apesar da quantidade de óleo bruto extraído por meio do emprego das temperaturas de 50 e 60°C ter se destacado, estas temperaturas de extração resultaram em menor quantidade de óleo refinado, quando comparadas à temperatura de extração de 40°C.

**Tabela 1.** Rendimento e caracterização química dos óleos bruto e refinado de cabeça de tilápia com o emprego de diferentes temperaturas de extração.

| Temperaturas de Extração (°C) | Rendimento (%)      |                     | Índice de Peróxido (mEq/kg) |                    | Índice de Saponificação (mg KOH/g) |                      | Índice de Acidez (%) |                    | Índice de Iodo (gI/100g) |                      |
|-------------------------------|---------------------|---------------------|-----------------------------|--------------------|------------------------------------|----------------------|----------------------|--------------------|--------------------------|----------------------|
|                               | Ob                  | Or                  | Ob                          | Or                 | Ob                                 | Or                   | Ob                   | Or                 | Ob                       | Or                   |
| 40                            | 43,64 <sup>ba</sup> | 21,33 <sup>aB</sup> | 2,52 <sup>aA</sup>          | 2,04 <sup>aB</sup> | 214,34 <sup>aA</sup>               | 148,51 <sup>aB</sup> | 1,70 <sup>aA</sup>   | 1,52 <sup>aB</sup> | 137,84 <sup>aB</sup>     | 185,20 <sup>aA</sup> |
| 50                            | 44,88 <sup>aA</sup> | 21,18 <sup>bB</sup> | 2,59 <sup>aA</sup>          | 1,98 <sup>aB</sup> | 219,86 <sup>aA</sup>               | 143,27 <sup>aB</sup> | 1,74 <sup>aA</sup>   | 1,57 <sup>aB</sup> | 136,86 <sup>aB</sup>     | 176,30 <sup>aA</sup> |
| 60                            | 44,86 <sup>aA</sup> | 20,71 <sup>cB</sup> | 2,71 <sup>aA</sup>          | 2,09 <sup>aB</sup> | 192,77 <sup>aA</sup>               | 145,67 <sup>aB</sup> | 1,58 <sup>ba</sup>   | 0,41 <sup>bB</sup> | 133,20 <sup>aB</sup>     | 176,01 <sup>aA</sup> |
| CV                            | 3,45                | 4,67                | 9,20                        | 5,76               | 6,42                               | 2,93                 | 5,24                 | 3,89               | 1,44                     | 4,60                 |

Médias seguidas de mesma letra minúscula na coluna e maiúscula na linha não diferem entre si pelo teste de *Tukey* ( $p < 0.05$ ). Ob - óleo bruto; Or - óleo refinado.

Fonte: Autores.

### 3.2 Qualidade química dos óleos

Na Tabela 1, é evidente a diferença entre os óleos bruto e refinado para todos os índices avaliados ( $p < 0,05$ ). Em relação ao óleo bruto, foi possível verificar que a temperatura de extração não influenciou significativamente ( $p < 0,05$ ) entre os valores médios dos diferentes índices (peróxidos, saponificação e iodo). No entanto, para o óleo bruto e refinado, foi observada diferença significativa ( $p < 0,05$ ) com o uso de diferentes temperaturas de extração somente sobre o índice de acidez. Este índice permite avaliar o estado de conservação do óleo, uma vez que com o passar do tempo pode ocorrer hidrólise, resultando no aparecimento de ácidos graxos livres. O ideal, portanto, é um baixo índice de acidez, inferior a 3%, que é considerado como o limite máximo (ANVISA, 2005).

A temperatura de extração do óleo bruto a 60°C, resultou em um óleo refinado com índice de acidez médio de 0,41% em ácido oleico, extremamente baixo, denotando bom estado de conservação, indicando que o processo de refino, para um óleo bruto extraído a 60°C, elimina grande quantidade dos ácidos graxos livres presentes, resultando em um óleo de melhor qualidade. Em complemento, os valores médios obtidos para óleo bruto e refinado, para todos os índices, foram estatisticamente diferentes ( $p < 0,05$ ), para todas as temperaturas de extração, indicando que o processo de refino modificou profundamente as características do óleo e removeu grande quantidade dos ácidos graxos livres e impurezas, concentrando o percentual de ácidos graxos insaturados que fazem parte do óleo.

Com relação ao índice de peróxido foram encontrados os valores 2,60 meq/kg e 2,03 meq/kg para os óleos refinado e bruto, respectivamente, sendo que foi observado diferença significativa marcante ( $p < 0,05$ ) entre os óleos bruto e refinado em todas as temperaturas de extração. O índice de peróxido indica, dentre outras coisas, o estágio deteriorativo do óleo e o valor qualitativo da matéria-prima que deu origem ao mesmo. Todos os valores determinados são inferiores ao limite aceitável de 10 meq/kg referenciado para óleos (Boran, Karaçam & Boran, 2006), indicando mínima oxidação e boa qualidade.

Os peróxidos são os primeiros compostos formados durante o processo de degradação oxidativa dos óleos. Dessa forma, a medida do nível dessas substâncias reflete o estado oxidativo da amostra e, portanto, o seu estado de conservação (Araújo, 2004). Oliveira (2015), avaliando índices de peróxidos de óleos brutos e refinados, obtidos a partir das silagens ácidas elaboradas com diferentes frações dos resíduos, observou que nos óleos brutos, os valores médios dos índices de peróxidos foram menores para o tratamento elaborado com 100% de cabeças e após o refino a variação foi de 1,42 meq/kg a 2,08 meq/kg.

O óleo de pescado refinado para consumo humano, para ser considerado de boa qualidade não deve apresentar valor de índice de peróxido superior a 10 meq/kg óleo (Boran et al. 2006). Pravinkumar, Eugien, Viswanathan e Raff (2015), em um estudo com extração aquosa de óleo de sardinha utilizando o mesmo método do presente estudo, obteve o índice de peróxido de 2,78 mEq/kg para óleo bruto e 2,94 mEq/Kg para o óleo refinado, respectivamente.

O índice de saponificação, por sua vez, pode estabelecer o grau de deterioração e a estabilidade do óleo. Em outras palavras, quanto maior o índice de saponificação, menor o peso molecular dos ácidos graxos presentes (Vieira et al., 2018). Em média, os índices de saponificação dos óleos brutos (208,99 mg KOH/g) foram superiores àqueles encontrados para os óleos refinados (145,81 mg KOH/g). Para diferentes óleos vegetais comestíveis, a ANVISA (2005) estabelece limites específicos desse índice. Por exemplo, para o óleo de milho está entre 187 – 195 mg KOH/g. Tomando como base esse exemplo, nota-se, portanto, elevada proporção de ácidos graxos de baixo peso molecular nos óleos brutos e, em contrapartida, elevada proporção de ácidos graxos de alto peso molecular nos óleos refinados.

Segura (2012), em estudo com vísceras de peixes de água doce, extraiu e caracterizou óleos obtendo resultados para os índices de saponificação de 226,49 mg KOH/g para a truta arco-íris; para o pacu foi 237,80 mg KOH/g e para o curimatá foi de 234,23 mg KOH.g<sup>-1</sup>. Carmo (2009), utilizando o mesmo tipo de matéria-prima do presente estudo para extração de óleo, obteve resultados que variaram entre 164,50 a 168,89 mg KOH/g de saponificação. Já Pravinkumar et al. (2015), obteve índices de saponificação de óleo extraído de sardinha de 211,9 mg KOH/g para óleo bruto e 213,42 mg KOH/g para óleo refinado do que a anterior, valores bem próximos aos obtidos no presente estudo.

Quanto ao índice de acidez em ácido oleico, o comportamento foi bastante peculiar. Para os óleos extraídos a 40 e 50°C, foi observado que, após o refino, valores médios superiores ( $p < 0,05$ ) para esse índice, porém ainda inferiores aos 3%, considerados como limite máximo (ANVISA, 2005). Quanto à temperatura de extração a 60°C, a diferença entre os valores médios para óleo bruto e refinado foi muito grande, indicando mais uma vez que o processo de refino, para o óleo submetido a essa condição de extração, resulta em um óleo de melhor qualidade, pois quanto maior o índice de acidez, maior a presença de ácidos graxos livres e consequentemente, maior o grau de decomposição dos lipídios, pois a acidez alta indica a ação de reações hidrolíticas (Moretto & Fett, 1998).

A evolução dos níveis de ácidos graxos livres é favorável já que o processo de refinamento procura a redução da acidez (Kharroubi & Bellali, 2017). Oliveira (2015), ao

extrair óleo de tilápia nilótica a partir de silagens ácidas obtidas com o aproveitamento de diferentes tipos de resíduos, obteve índices de acidez para o óleo extraído com o uso de 100% cabeças, variando de 2,09 a 2,57% para óleo bruto e 0,41 a 0,56% para óleo refinado. Martins (2012), ao extrair o óleo de vísceras de corvina obteve um índice de acidez de 0,19 mg KOH/g, resultado inferior ao do presente estudo, podendo ser justificado pela diferença nas espécie que deu origem ao resíduo.

Com relação ao índice de iodo, os valores médios obtidos para óleo bruto e refinado foram de 135,96 g I/100 g e 179,17 g I/100 g, respectivamente, indicando que o processo de refino removeu grande quantidade dos ácidos graxos livres e impurezas, concentrando o percentual de ácidos graxos insaturados que fazem parte do óleo. Os óleos refinados de peixe apresentaram índices de iodo semelhantes ao encontrado na literatura, Barlow e Yong (1996) que reportam valores de 155 mg I/100 g, sugerindo essa maior concentração de ácidos graxos polinsaturados. Em adição, Pravinkumar et al. (2015) relatou que nas análises do óleo obtido em seu estudo o valor de iodo no óleo refinado reduziu de 223 mg I/100 g para 192 mg I/100 g o que pode indicar poucas das ligações duplas no óleo saturado, valores esses superiores aos obtidos pelo presente estudo.

Em termos gerais, os índices encontrados indicam que os óleos produzidos apresentaram boa qualidade, dentro dos limites aceitáveis pela legislação, com mínima oxidação e com baixa proporção de ácidos graxos de baixo peso molecular, possivelmente devido ao processo de extração e refino terem sido adequados, independente da temperatura de extração empregada.

O óleo de peixe, por conter alto nível de ácidos graxos polinsaturados, pode tornar-se instável à deterioração oxidativa a uma velocidade variável, dependendo fortemente das condições de extração e das quantidades detectadas no perfil de ácidos graxos (Hess & Ross-Jones, 2014). Em geral, o óleo de peixe está ligado à matriz proteica. Conforme relatado por Rubio-Rodríguez et al. (2010), o método de extração aquosa é apropriado quando se utiliza subprodutos de peixe com alto teor de óleo como o uso de cabeças de tilápia do presente estudo.

Rubio-Rodríguez et al. (2010) relataram que o óleo de peixe obtido por extração aquosa é menos exposto a condições de oxidação do que o óleo extraído por outros métodos, podendo obter um óleo de alta qualidade proveniente de subprodutos utilizando temperaturas moderadas como as temperaturas empregadas no presente estudo.

### **3.3 Perfil de ácidos graxos**

Os teores de ácidos graxos (AG), saturados e insaturados, dos óleos de tilápia analisados foram expressos em g/100 g (Tabela 2). De um modo geral, deve-se observar que os valores encontrados apresentaram quantidades consideráveis de ácidos graxos (sobretudo poli-insaturados), com o emprego de diferentes temperaturas, corroborando os valores médios encontrados para o índice de iodo apresentados previamente.

O ácido graxo alfa-linolênico e os poliinsaturados estão presentes em alimentos de origem animal, como peixes, sendo as suas quantidades muito dependentes da dieta a que esses animais foram submetidos (Simopoulos, 2004). Nessa caracterização ficou evidente uma quantidade levemente maior de ácidos graxos poli-insaturados da série ômega-6, provavelmente resultante do perfil lipídico das rações consumidas pelos peixes que originaram esse resíduo.

Essa caracterização mostrou também, diminuições nas quantidades de ácidos graxos durante o processo de refino o que era esperado, pois no óleo refinado as quantidades de ácidos graxos estão menos concentradas. Os ácidos graxos ômega-3 (C18:3 n-3) e ômega-6 (C18:2 n-6) foram melhor preservados após o processo de refino a temperatura de 60°C, o que mostra que temperaturas mais baixas de extração podem não ser tão efetivas quanto a preservação da quantidade de ácidos graxos presentes no óleo obtido, sendo encontrados os seguintes valores para C18:3 n-3 (óleo bruto 2,63 e 1,31 refinado) e para C18:2 n-6 (17,81 em óleo bruto e 7,94 em óleo refinado).

Pesquisas indicam que os ácidos graxos pertencentes à família ômega-3, particularmente o EPA, interferem na produção de prostaglandina trombótica e tromboxano transformados em prostaglandinas antitrombóticas já o ácido graxo DHA é o maior constituinte da porção fosfolipídica das células receptoras e está presente na retina, no cérebro humano e segundo Albertos et al. (2018) a presença desses ácidos graxos indica uma melhor qualidade nutricional do produto.

Desta forma, considerando todos os métodos de extração de óleo bruto empregados, bem como a qualidade dos óleos obtidos, pode-se inferir que, apesar do rendimento em óleo ter sido um pouco inferior, ao se empregar a temperatura de extração de 60°C, nenhuma alteração negativa da qualidade foi observada, além desse processo resultar em um menor índice de acidez e em uma melhor preservação dos ácidos graxos poli-insaturados de cadeia longa das séries ômega-3 e ômega-6 no óleo refinado.

**Tabela 2.** Perfil de ácidos graxos dos óleos de cabeça de tilápia extraídos com o emprego de diferentes temperaturas.

| Ácidos Graxos (AG)<br>(g/100g) | Temperaturas de extração |              |              |              |              |              |
|--------------------------------|--------------------------|--------------|--------------|--------------|--------------|--------------|
|                                | 40°C                     |              | 50°C         |              | 60°C         |              |
|                                | Ob                       | Or           | Ob           | Or           | Ob           | Or           |
| <b>AG Saturados</b>            |                          |              |              |              |              |              |
| C14:0 Mirístico                | 2,69                     | 3,02         | 2,57         | 2,99         | 3,10         | 3,00         |
| C15:0 Pentadecílico            | 0,14                     | 1,00         | 0,23         | 0,99         | 0,22         | 0,78         |
| C16:0 Palmítico                | 20,79                    | 1,98         | 19,79        | 2,10         | 17,74        | 2,00         |
| C18:0 Esteárico                | 6,13                     | 8,55         | 5,98         | 8,90         | 7,70         | 8,66         |
| C20:0 Araquídico               | 1,00                     | 0,86         | 1,48         | 0,80         | 1,24         | 0,88         |
| C21:0 Heneicosanóico           | 1,46                     | 0,68         | 2,07         | 0,62         | 1,96         | 0,64         |
| C22:0 Behênico                 | 0,22                     | 0,60         | 0,38         | 0,60         | 0,42         | 0,58         |
| <b>∑AG Saturados</b>           | <b>32,43</b>             | <b>17,09</b> | <b>32,50</b> | <b>17,40</b> | <b>32,38</b> | <b>16,92</b> |
| <b>AG monoinsaturados</b>      |                          |              |              |              |              |              |
| C16:1 Palmitoléico             | 5,36                     | 3,90         | 7,40         | 3,90         | 6,14         | 3,79         |
| C18:1 n-9c Oléico <i>cis</i>   | 35,17                    | 3,51         | 39,44        | 3,19         | 38,44        | 3,18         |
| C18:1 n-9t Oléico <i>trans</i> | 2,99                     | 2,59         | 3,11         | 3,51         | 2,43         | 2,49         |
| C20:1 Gadoléico                | 0,23                     | 0,11         | 0,27         | 0,12         | 0,35         | 0,12         |
| C22:1 n-9 Erúico               | 0,22                     | 0,19         | 0,21         | 0,19         | 0,22         | 0,20         |
| <b>∑AG monoinsaturados</b>     | <b>43,97</b>             | <b>10,29</b> | <b>50,43</b> | <b>10,91</b> | <b>47,58</b> | <b>9,78</b>  |
| <b>AG Poli-insaturados</b>     |                          |              |              |              |              |              |
| C18:2 n-6 Linoléico            | 16,51                    | 6,82         | 16,87        | 6,76         | 17,81        | 7,94         |
| C18:3 n-3 α-Linolênico         | 2,73                     | 1,36         | 2,70         | 1,35         | 2,63         | 1,31         |
| C20:2 Eicosadienóico           | 0,49                     | 0,05         | 0,48         | 0,05         | 0,43         | 0,08         |
| C20:3 n-3 Dihomo α-Linolênico  | 0,77                     | 0,28         | 0,98         | 0,29         | 0,54         | 0,24         |
| C20:4 n-6 Araquidônico         | 1,58                     | 0,59         | 1,26         | 0,52         | 1,95         | 0,59         |
| C20:5 n-3 EPA                  | 0,66                     | 0,15         | 0,74         | 0,14         | 0,69         | 0,14         |
| C22:6 n-3 DHA                  | 0,76                     | 0,26         | 0,72         | 0,22         | 0,77         | 0,23         |
| <b>∑AG Poli-insaturados</b>    | <b>23,50</b>             | <b>9,51</b>  | <b>23,76</b> | <b>9,33</b>  | <b>24,91</b> | <b>10,54</b> |

Ob - Óleo bruto; Or - Óleo refinado; EPA – Eicosapentaenóico; DHA – Docosahexaenóico.  
 Fonte: Autores.

#### 4. Considerações Finais

O emprego de diferentes temperaturas para a extração do óleo de cabeças de tilápias nilóticas foi efetivo, sendo que a avaliação da qualidade dos óleos bruto e refinado demonstrou que a temperatura de 60°C propiciou um óleo de melhor qualidade, principalmente pelo índice de acidez apresentado e pelas quantidades de ácidos graxos. Para trabalhos futuros, sugere-se pesquisas com outros tipos de resíduos e espécies de peixes para a extração de óleos (bruto e refinado) sob diferentes temperaturas.

#### Agradecimentos

Este estudo foi parcialmente financiado pela Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior - Brasil (CAPES) - Código de Financiamento 001. Os autores agradecem o apoio científico ao Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico - Brasil (CNPq) e à Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de Minas Gerais - Brasil (FAPEMIG).

#### Referências

Albertos, I., Martin-Diana, A. B., Jaime, I., Avena-Bustillos, R. J., Mchugh, T. H., Takeoka, G. R., Dao, L., & Rico, D. (2018). Antioxidant effect of olive leaf powder on fresh Atlantic horse mackerel (*Trachurus trachurus*) minced muscle. *Journal of Food Processing and Preservation*, 42, e13397.

ANVISA - Agência Nacional de Vigilância Sanitária. (2005). Ministério da Saúde. *Resolução RDC nº 270, de 22 de setembro de 2005*. Aprova o Regulamento técnico para óleos vegetais, gorduras vegetais e creme vegetal. Diário Oficial [da] União, Brasília, DF: Ministério da Saúde.

Araújo, J. M. A. (2004). *Química de alimentos: teoria e prática*. Viçosa: UFV.

Brignol, F. D., Fernandes, V. A. G., Nobrega, R. O., Corrêa, C. F., Filler, K., Pettigrew, J., & Fracalossi, D. M. (2018). *Aurantiochytrium* sp. meal as DHA source in Nile tilapia diet, part II: Body fatty acid retention and muscle fatty acid profile. *Aquaculture Research*, 50(3), 707-



716.

Barlow, S. M., & Young, V. (1996). *World Fish Oils: an Update*. International Fishmeal and Oils Manufacturers Association.

Boran, G., Karaçam, H., & Boran, M. (2006). Changes in the quality of fish oils due to storage temperature and time. *Food Chemistry*, 98, 693- 698.

Carmo, J. R. (2009). *Qualidade de silagens ácidas de resíduos da filetagem de tilápia (Oreochromis niloticus) elaboradas com ácidos orgânicos*. Dissertação de mestrado publicado. Programa de Pós-Graduação em Ciência dos Alimentos, Universidade Federal de Lavras. Lavras, Brasil.

FAO – Food and Agriculture Organization. (2018). *Consumo de pescado na América Latina e no Caribe crescerá 33% até 2030*. Recuperado de <http://www.fao.org/brasil/noticias/detail-events/pt/c/1144781/>.

Folch, J., Lees, M., & Sloane-Stanley, G. H. (1957). A simple method for the isolation and purification of total lipids from animal tissues. *Journal of Biological Chemistry*, 226(1), 497-509.

Hess, T., & Ross-Jones, T. (2014). Omega-3 fatty acid supplementation in horses. *Revista Brasileira de Zootecnia*, 43(12), 677-683.

IAL - Instituto Adolfo Lutz. (2008). *Óleos e gorduras*. Métodos físico-químicos para análise de alimentos. São Paulo: IAL.

ISO - International Organization for Standardization. (2017). *ISO 3960:2017, Animal and vegetable fats and oils - Determination of peroxide value - Iodometric (visual) endpoint determination*. ISO Standards. Recuperado de <https://www.iso.org/obp/ui/#iso:std:iso:3960:en>.

Kharroubi, M., & Bellali, F. (2017). Reduction of free fatty acid content of crude sardine oil by enzymatic esterification at laboratory scale. *International Journal of Biological Chemistry*,

11, 23-29.

Kubo, E. (2014). Pescados e derivados. In L. F. Madi & R. Rego (Orgs.). *Sustentabilidade e sustentação da produção de alimentos no Brasil: agroindústria de alimentos* (pp. 75-84). Brasília: CGEE.

Machado, T., Catapreta, L., Furlan, E. F., & Neiva, C. R. P. (2020). Circular economy and fish waste. *Brazilian Journal of Environmental Sciences*, 55(4), 525-535.

Martins, G. (2012). *Potencial de extração de óleo de peixe para produção de biodiesel*. Cascavel: UNIOESTE.

Metcalf, L. D., Schmitz, A. A., & Pelka, J. R. (1966). Rapid preparation of fatty acid esters from lipids for gas liquid chromatography. *Analytical Chemistry*, 38(3), 514-515.

Morais, M. M., Pinto, L. A. A., Ortiz, S. C. A., Crexi, V. T., Silva, R. L., & Silva, J. D. (2001). Estudo do processo de refino do óleo de pescados. *Revista do Instituto Adolfo Lutz*, 60(1), 23-33.

Moretto, E., & Fett, R. (1998). *Tecnologia de óleos e gorduras vegetais: na indústria de alimentos*. São Paulo: Varela.

Oliveira, R. M. E. (2015). *Caracterização de óleos e farinhas, obtidos da silagem ácida de resíduos da filetagem de tilápia (*Oreochromis niloticus*)*. Tese de doutorado publicado. Programa de Pós-Graduação em Ciência dos Alimentos, Universidade Federal de Lavras. Lavras, Brasil.

Pereira, A. S., Shitsuka, D. M., Parreira, F. J., & Shitsuka, R. (2018). *Metodologia da pesquisa científica*. [e-book]. Santa Maria: Ed. UAB/NTE/UFSM. Recuperado de [https://www.ufsm.br/app/uploads/sites/358/2019/02/Metodologia-da-Pesquisa-Cientifica\\_final.pdf](https://www.ufsm.br/app/uploads/sites/358/2019/02/Metodologia-da-Pesquisa-Cientifica_final.pdf).

Pontes, E. D. S., Da Silva, E. C. A., Alves, M. E. F., Souza, M. L. A., Nascimento, C. M. S. A., Dantas, C. M. G., Costa, T. A. M., Silva, E. C. A., & Vieira, V. B. (2018). Os benefícios

do ômega 3. *International Journal of Nutrology*, 11(01), S24-S27.

Pravinkumar, M., Eugien, L. X., Viswanathan, C., & Raff, S. M. (2015). Extraction of fish body oil from *Sardinella longiceps* by employing direct steaming method and its quantitative and qualitative assessment. *Journal of Coastal Life Medicine*, 3(12), 962-966.

Rubio-Rodríguez, N., Beltrán, S., Jaime, I., Diego, S. M., Sanz, M. T., & Rovira, C. J. (2010). Production of omega-3 polyunsaturated fatty acid concentrates: A review. *Innovative Food Science & Emerging Technologies*, 11(1), 1-12.

SAS Institute. (2016). SAS® University Edition vApp. Cary, NC: SAS Institute Inc. Recuperado de [http://www.sas.com/pt\\_br/software/university-edition.html](http://www.sas.com/pt_br/software/university-edition.html).

Schulter, E. P., & Vieira Filho, J. E. R. (2017). *Evolução da piscicultura no brasil: diagnóstico e desenvolvimento da cadeia produtiva de tilápia*. Brasília: IPEA.

Simopoulos, A. P. (2004). *Omega-6/Omega-3 essential fatty acid ratio and chronic diseases*. *Food Reviews International*, 20(1), 77-90.

Segura, J. G. (2012). *Extração e caracterização de óleos de resíduos de peixes de água doce*. Dissertação de mestrado publicado. Programa de Pós-Graduação em Ciência dos Alimentos, Faculdade de Zootecnia e Engenharia de Alimentos, Universidade de São Paulo, Pirassununga, Brasil.

Vieira, J. S. C., Sousa, T. L., Rosas, L. S., Lima, A. L., Ronconi, C. M., & Mota, C. J. A. (2018). Homogeneous esterification and transesterification of vegetable oils with high free fatty acids content. *Química Nova*, 41(1), 10-16.

**Porcentagem de contribuição de cada autor no manuscrito**

Jacyara Thaís Teixeira – 20%

Francielly Corrêa Albergaria – 15%

Maria Cecília Evangelista Vasconcelos Schiassi – 15%

Amanda Maria Teixeira Lago – 15%

Roseane Maria Evangelista Oliveira – 10%

Carlos José Pimenta – 10%

Maria Emília de Sousa Gomes – 15%