

INSTITUTO FEDERAL DE EDUCAÇÃO, CIÊNCIA E TECNOLOGIA GOIANO –
CAMPUS MORRINHOS

NATÁLIA VILELA DE OLIVEIRA

ANÁLISES FÍSICO-QUÍMICAS DO ÓLEO DE SOJA UTILIZADO EM
FRITURAS

MORRINHOS – GO

2022

NATÁLIA VILELA DE OLIVEIRA

ANÁLISES FÍSICO-QUÍMICAS DO ÓLEO DE SOJA UTILIZADO EM
FRITURAS

Trabalho de curso submetido à disciplina:
TC II – Desenvolvimento de Projetos do
Curso de Licenciatura em Química do
Instituto Federal Goiano – *Campus*
Morrinhos, como requisito para aprovação
na disciplina e requisito parcial para a
obtenção do título de licenciado.

Orientador(a): Dr. Deomar Plácido da Costa.

MORRINHOS-GO

2022

Sistema desenvolvido pelo ICMC/USP
Dados Internacionais de Catalogação na Publicação (CIP)
Sistema Integrado de Bibliotecas - Instituto Federal Goiano

O OL48a Oliveira, Natália Vilela de
ANÁLISES FÍSICO-QUÍMICAS DO ÓLEO DE SOJA UTILIZADO
EM FRITURAS / Natália Vilela de Oliveira; orientador
Dr. Deomar Plácido da . -- Morrinhos, 2022.
50 p.

TCC (Graduação em Licenciatura em Química) --
Instituto Federal Goiano, Campus Morrinhos, 2022.

1. Óleo de soja. 2. Fritura. 3. Degradação. 4.
Cromatografia Gasosa. 5. Análises físico-químicas. I.
, Dr. Deomar Plácido da , orient. II. Título.



TERMO DE CIÊNCIA E DE AUTORIZAÇÃO PARA DISPONIBILIZAR PRODUÇÕES TÉCNICO-CIENTÍFICAS NO REPOSITÓRIO INSTITUCIONAL DO IF GOIANO

Com base no disposto na Lei Federal nº 9.610, de 19 de fevereiro de 1998, AUTORIZO o Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia Goiano a disponibilizar gratuitamente o documento em formato digital no Repositório Institucional do IF Goiano (RIIF Goiano), sem ressarcimento de direitos autorais, conforme permissão assinada abaixo, para fins de leitura, download e impressão, a título de divulgação da produção técnico-científica no IF Goiano.

IDENTIFICAÇÃO DA PRODUÇÃO TÉCNICO-CIENTÍFICA

- Tese (doutorado)
- Artigo científico
- Dissertação (mestrado)
- Capítulo de livro
- Monografia (especialização)
- Livro
- TCC (graduação)
- Trabalho apresentado em evento
- Produto técnico e educacional - Tipo: _____

Nome completo do autor:

Natália Lúcia de Oliveira

Matrícula:

2017104221550035

Título do trabalho:

Análises físico-químicas de óleo de soja utilizado em fitas

RESTRIÇÕES DE ACESSO AO DOCUMENTO

Documento confidencial: Não Sim, justifique:

Informe a data que poderá ser disponibilizado no RIIIF Goiano: 3/6/2022

O documento está sujeito a registro de patente? Sim Não

O documento pode vir a ser publicado como livro? Sim Não

DECLARAÇÃO DE DISTRIBUIÇÃO NÃO-EXCLUSIVA

O(a) referido(a) autor(a) declara:

- Que o documento é seu trabalho original, detém os direitos autorais da produção técnico-científica e não infringe os direitos de qualquer outra pessoa ou entidade;
- Que obteve autorização de quaisquer materiais incluídos no documento do qual não detém os direitos de autoria, para conceder ao Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia Goiano os direitos requeridos e que este material cujos direitos autorais são de terceiros, estão claramente identificados e reconhecidos no texto ou conteúdo do documento entregue;
- Que cumpriu quaisquer obrigações exigidas por contrato ou acordo, caso o documento entregue seja baseado em trabalho financiado ou apoiado por outra instituição que não o Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia Goiano.

mporinhos - Goiás
Local

02/06/2022
Data

Natália Lúcia de Oliveira
Assinatura do autor e/ou detentor dos direitos autorais

Ciente e de acordo.

Ademir Claudio da Costa
Assinatura do(a) orientador(a)



SERVIÇO PÚBLICO FEDERAL
MINISTÉRIO DA EDUCAÇÃO
SECRETARIA DE EDUCAÇÃO PROFISSIONAL E TECNOLÓGICA
INSTITUTO FEDERAL DE EDUCAÇÃO, CIÊNCIA E TECNOLOGIA GOIANO

Ata nº 34/2022 - CCEG-MO/CEG-MO/DE-MO/CMPMHOS/IFGOIANO

ATA DE DEFESA DE TRABALHO DE CURSO

Aos vinte sete dias do mês de abril de 2022, às 16 horas, reuniu-se a banca examinadora composta pelos seguintes membros: Dra. Alessandra Cristina Tomé (Técnico-Administrativo em Educação (TAE) e avaliadora), Carla de Moura Martins (docente e avaliadora) e Deomar Plácido da Costa (docente e orientador), para examinar o Trabalho de Curso (TC) intitulado "Análise físico-química do óleo de soja utilizado para frituras" da discente Natália Vilela de Oliveira, matrícula nº 2017104221550035, do Curso de Licenciatura em Química do IF Goiano - Campus Morrinhos. A palavra foi concedida a discente para a apresentação oral do TC, houve arguição do candidato pelos membros da banca examinadora. Após tal etapa, a banca examinadora decidiu pela APROVAÇÃO da discente, com nota final igual a 8,7. Ao final da sessão pública de defesa foi lavrada a presente ata que segue assinada pelos membros da Banca Examinadora.

(Assinado Eletronicamente)

TAE Dra. Alessandra Cristina Tomé

Membro

(Assinado Eletronicamente)

Profa. Dra. Carla de Moura Martins

Membro

(Assinado Eletronicamente)

Prof. Dr. Deomar Plácido da Costa

Orientador

Documento assinado eletronicamente por:

- **Carla de Moura Martins**, PROFESSOR ENS BASICO TECN TECNOLOGICO, em 19/05/2022 09:49:21.
- **Alessandra Cristina Tome**, TECNICO EM ALIMENTOS E LATICINIOS, em 18/05/2022 18:11:02.
- **Deomar Placido da Costa**, COORDENADOR DE CURSO - FUC1 - CCLQ-MO, em 10/05/2022 16:39:14.

Este documento foi emitido pelo SUAP em 05/05/2022. Para comprovar sua autenticidade, faça a leitura do QRCode ao lado ou acesse <https://suap.ifgoiano.edu.br/autenticar-documento/> e forneça os dados abaixo:

Código Verificador: 385481
Código de Autenticação: 2fa9c5a5da



INSTITUTO FEDERAL GOIANO
Campus Morrinhos
Rodovia BR-153, Km 633, Zona Rural, None, MORRINHOS / GO, CEP 75650-000
(64) 3413-7900

NATÁLIA VILELA DE OLIVEIRA

**ANÁLISE FÍSICO-QUÍMICAS DO ÓLEO DE SOJA UTILIZADO PARA
FRITURAS**

Trabalho de curso submetido à disciplina:
TC II – Desenvolvimento de Projetos do
Curso de Licenciatura em Química do
Instituto Federal Goiano – *Campus*
Morrinhos, como requisito para aprovação
na disciplina e requisito parcial para a
obtenção do título de licenciado.

DATA DA APROVAÇÃO: 27/04/2022

BANCA EXAMINADORA

Prof. Dr. Deomar Plácido da Costa
Orientador – IF Goiano

Prof. Dra. Carla de Moura Martins
Examinadora – IF Goiano

Dra. Alessandra Cristina Tomé
Examinadora – IF Goiano

Dedico este trabalho à minha família que esteve comigo em todos os momentos, ao meu namorado que sempre me apoiou, as pessoas incríveis que conheci na faculdade, meus professores por todos os ensinamentos e a Deus que me deu forças para continuar. Sem vocês não sou nada!

RESUMO

Óleos e gorduras são as principais fontes de energia do homem, também chamado de lipídios. Podem ser consumidos através de espécies animais ou vegetais que possuem esse componente e na utilização em preparos, principalmente em processos de fritura. Esse processo ocorre quando o alimento é imerso no óleo aquecido em torno de 150°C a 180°C. No preparo do alimento, o óleo tem a função de conferir sabor e aroma, tornando-o mais atrativo para o consumo, porém recentemente aumentou os estudos referente às consequências do consumo exagerado de alimentos fritos, pois durante o processo de fritura, o alimento adquire as propriedades que estão presentes no óleo. Diante disso, as elevadas temperaturas provocam alteração na composição do óleo, pois, são altamente oxidados e podem trazer implicações nutricionais, acarretando a pré-disposição à aterosclerose e a ação mutagênica ou até carcinogênica. Com isso, este estudo teve como objetivo analisar as alterações que ocorrem no óleo de fritura contínua de pastéis por 6 horas. Para isso, foi utilizado métodos titulométricos para investigar as características físico-químicas (índice de acidez, peróxido e refração) e com equipamentos sofisticados, através da cromatografia gasosa acoplada a espectrometria de massas. Foram analisadas 7 amostras, a primeira sem o aquecimento e de hora em hora até completar 6 horas de fritura. Os resultados obtidos na cromatografia mostraram que o óleo não sofreu alteração significativa em sua composição durante todo o processo, analisamos, portanto, a composição encontrada. De acordo com a porcentagem da concentração nas amostras temos: o ácido linoleico, que é um ácido graxo essencial, o ácido elaídico que é o ácido graxo trans do ácido oleico e o maior competidor com o ácido linoleico no organismo, o palmítico que tem efeito hipercolesterolêmico que pode aumentar o nível de colesterol sanguíneo, e o esteárico que é um ácido graxo neutro que pode atuar na redução do LDL (lipoproteína de baixa densidade), e com isso prevenir doenças cardiovasculares. Nas análises físico-químicas o índice de acidez mostrou a maior diferença encontrada, o menor valor encontrado foi de 0,1612 mg NaOH/g e o maior foi de 0,3969 mg NaOH/g diante disso temos que após 6 horas de fritura, ainda manteve as especificações da ANVISA, que para óleos refinados é de 0,6 mg KOH/g. Concluímos, portanto, que houve quebras hidrolíticas associadas a rancidez, que quantifica a formação de ácidos graxos livres. No índice de peróxido o menor valor calculado foi de 2,719 meq/Kg e o maior foi de 3,736 meq/Kg, estes valores estão dentro do estipulado pela ANVISA que é 10 meq/Kg. A diferença encontrada dos valores caracteriza o processo de rancidez oxidativa, que é a autooxidação dos acilgliceróis com ácidos graxos insaturados por oxigênio atmosférico. No índice de refração houve a menor diferença encontrada que foi de 0,0014 entre a primeira e a última amostra, este parâmetro indica o aumento do grau de insaturação das ligações e o aumento do comprimento da cadeia hidrocarbonada, como houve pouca alteração, concluímos que não houve mudança na composição das amostras para ácidos graxos insaturados. Diante do exposto, este trabalho obteve bons resultados sobre as transformações ocorridas no óleo, tudo dentro dos parâmetros mostrando que em 6 horas de fritura, ocorrem alterações, porém o óleo ainda pode ser reutilizado, pois está dentro das especificações recomendadas pela ANVISA.

Palavras-chave: Óleo de soja, Fritura, Degradação, Cromatografia Gasosa, Análises físico-químicas.

ABSTRACT

Oils and fats are man's main sources of energy, also called lipids. These foods must be consumed because they have essential fatty acids (linoleic acid and oleic acid) that the body does not produce. They can be consumed through animal or vegetable species that have this component and also in the use in preparations, mainly in frying processes. This process occurs when the food is immersed in oil heated to about 150°C 180° C. When preparing food, oil has the function of imparting flavor and aroma, making it more attractive for consumption, but recently there has been an increase in studies regarding the consequences of excessive consumption of fried food, because during the frying process, the food acquires the properties that are present in oil. Therefore, the high temperatures cause alterations in the oil's composition, because they are highly oxidized and can bring nutritional implications, leading to pre-disposition to atherosclerosis and mutagenic action or even carcinogenic. With this, this study aims to analyze the changes that occur in oil from continuous frying of pastries for 6 hours. To do this, titulometric methods were used to investigate the physicochemical characteristics (acidity index, peroxide, and refraction) and also with sophisticated equipment, through gas chromatography coupled to the mass spectrum. The methodology used was from the book Physical-chemical methods for food analysis from the Adolfo Lutz Institute, 4th edition (2008). Seven samples were analyzed, the first without heating and every 1 hour for 6 consecutive hours. The results obtained in the chromatography showed that the oil did not undergo significant changes in its composition during the entire process. According to the percentage of concentration in the samples we have: linoleic acid, which is an essential fatty acid; elaidic acid, which is the trans fatty acid of oleic acid and the major competitor with linoleic acid in the body; palmitic acid, which has a hypercholesterolemic effect that can increase the blood cholesterol level; and stearic acid, which is a neutral fatty acid that can act to reduce LDL (low density lipoprotein), and thus prevent cardiovascular diseases. In the physicochemical analyzes the acidity index showed the greatest difference found, the lowest value found was 0.1612 mg NaOH/g and the highest value was 0.3969 mg NaOH/g before that we have that after 6 hours of frying, it still kept ANVISA specifications, which for refined oils is 0.6 mg KOH/g. We conclude, therefore, that there were hydrolytic breaks associated with rancidity, which quantifies the formation of free fatty acids. In the peroxide index, the lowest calculated value was 2.719 meq/Kg and the highest was 3.736 meq/Kg, these values are within the stipulated by ANVISA, which is 10 meq/Kg. The difference found in the values characterizes the process of oxidative rancidity, which is the autooxidation of acylglycerols with unsaturated fatty acids by atmospheric oxygen. In the refractive index, there was the smallest difference found, which was 0.0014 between the first and the last sample, this parameter indicates the increase in the degree of unsaturation of the bonds and the increase in the length of the hydrocarbon chain, as there was little change, we concluded that there was no change in the composition of the samples for unsaturated fatty acids. In view of the above, this work obtained good results on the transformations that occurred in the oil, all within the parameters showing that changes occur in 6 hours of frying, but the oil can still be reused, as it is within the specifications of ANVISA.

Keywords: Soybean oil, Frying, Degradation, Gas Chromatography, Physicochemical Analysis.

SUMÁRIO

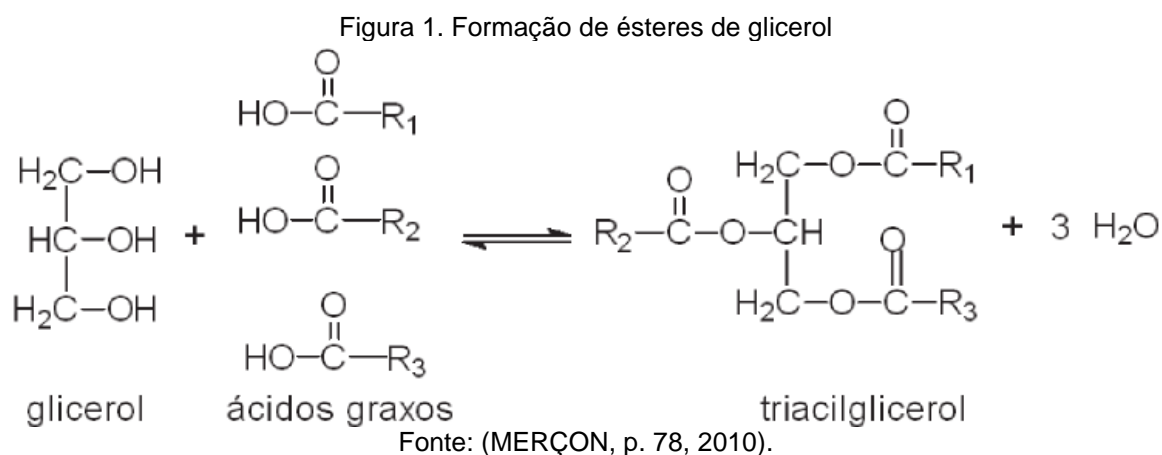
1 INTRODUÇÃO	12
2 OBJETIVOS	15
2.1 Geral.....	15
2.2 Específicos	15
3 REFERENCIAL TEÓRICO	16
3.1 Óleos comestíveis	16
3.2 Fritura	17
3.3 Degradação do óleo	18
3.4 Análises da degradação do óleo	19
4 METODOLOGIA.....	22
4.1 Coleta das amostras.....	22
4.2 Determinação da composição de ácidos graxos por CG-EM	22
4.2.1 Preparação de ésteres metílicos de ácidos graxos	22
4.2.2 Análise cromatográfica	23
4.3 Análises físico-químicas	23
4.3.1 Índice de acidez.....	23
4.3.2 Índice de peróxido	23
4.3.3 Índice de refração	24
5 RESULTADOS E DISCUSSÕES	25
5.1. Transformações físicas.....	25
5.2 Cromatografia gasosa	26
5.3 Índice de acidez.....	31
5.4 Índice de peróxido	32
5.5 Índice de refração	34
CONSIDERAÇÕES FINAIS.....	36
REFERÊNCIAS	37
ANEXO	41
Anexo 1. Comparação das amostras analisadas.	41
Anexo 2. Cromatograma no tempo 0.....	42
Anexo 3. Cromatograma no tempo 1	43
Anexo 4. Cromatograma no tempo 2.....	44
Anexo 5. Cromatograma no tempo 3.....	45
Anexo 6. Cromatograma no tempo 4.....	46
Anexo 7. Cromatograma no tempo 5.....	47
Anexo 8. Cromatograma no tempo 6.....	48
Anexo 9. Cromatograma das sobreposições no tempo 0, 1, 2, 3, 4, 5 e 6	49

Anexo 10. Etér, benzil metil no tempo de retenção de 4,57 min.....	50
Anexo 11. m-diisopropilo benzeno no tempo de retenção 6,27 min.	50
Anexo 12. p-diisopropili benzeno no tempo de retenção 6,52 min.	51
Anexo 13. Ácido palmítico, metil éster no tempo de retenção 14,49 min.	51
Anexo 14. Ácido linoleico, metil éster no tempo de retenção de 17,86 min.....	52
Anexo 15. Ácido elaídico, metil éster no tempo de retenção 18,01 min.	52
Anexo 16. Ácido esteárico, metil éster no tempo de retenção 18,59 min.	53

1 INTRODUÇÃO

Os óleos e gorduras fazem parte da alimentação dos seres humanos, tendo em vista que são as principais fontes de lipídios, responsáveis pela função energética no organismo, além de conferir sabor e aroma ao alimento, sendo uma substância essencial (MERÇON, 2010). Ramalho e Suarez (2013) afirmam que os óleos de origem vegetal, estão armazenados em polpas de frutos e sementes e de origem animais estão armazenados em peles e ossos, além disso, diversas espécies microbianas, como algas e fungos, possuem organelas para armazenagem de óleos e gorduras.

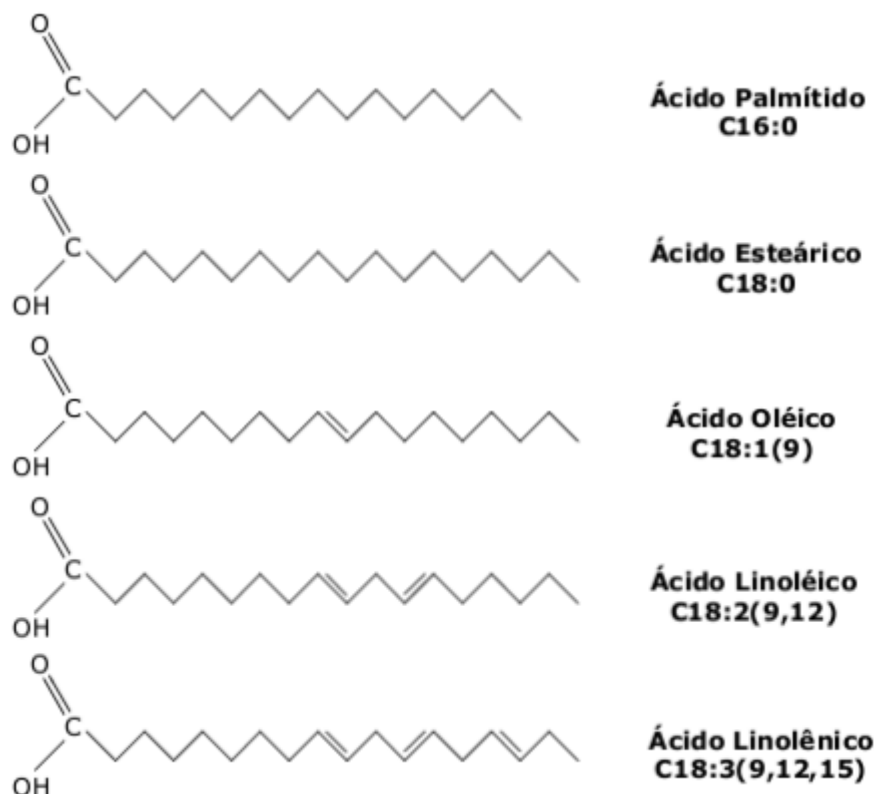
A principal diferença entre os óleos e gorduras está no estado físico sob temperatura ambiente, pois óleos são líquidos e gorduras são sólidos (MERÇON, 2010). Apesar da diferença no estado físico, os óleos e gorduras, são descritos por Engel *et al.* (2012), como ésteres de glicerol, chamados glicerídeos ou acilgliceróis, desse modo, como o glicerol tem três grupos hidroxila, é possível ter mono-, di- e triglicerídeos. Predominantemente os óleos e gorduras são formados de triglicerídeos, conforme a Figura 1.



Os triacilgliceróis são constituídos por três moléculas de ácidos graxos, os quais são ácidos monocarboxílicos de cadeia longa e linear, com número par de átomos de carbonos, podendo ser saturados ou insaturados (CARVALHO, 2017). Dependendo da fonte oleaginosa, costuma-se ter mais de 10 ácidos graxos diferentes ligados a glicerina, dentre eles os mais comuns estão representados na figura 2 que são: o palmítico (C16:0) e o esteárico (C18:0), entre os saturados, e oleico (C18:1(9)),

linoleico (C18:2(9,12)) e linolênico (C18:3(9,12,15)), entre os insaturados (RAMALHO, SUAREZ, 2013).

Figura 2. Principais ácidos graxos presente em óleos e gorduras. (a) palmítico com 16 carbonos; (b) esteárico com 18 carbonos; (c) oleico com uma ligação dupla; (d) linoleico com duas ligações duplas; (e) linolênico com 3 ligações duplas.



Fonte: (GAMBARRA NETO, p.4, 2008)

É comum expressar a composição química dos óleos e gorduras em função dos ácidos graxos presentes, pois consiste cerca de 90% de sua composição total (RAMALHO, SUAREZ, 2013). Diante disso, Carvalho (2017) afirma que os ácidos graxos que não são produzidos pelo organismo humano são considerados essenciais ao homem, sendo o ácido linoleico ($\omega 6$, Ômega 6), e o ácido linolênico ($\omega 3$, Ômega 3), os mais importantes e são encontrados em baixas concentrações nos principais tipos de óleos comercializados. “Quase todos os óleos e gorduras para uso comercial em cozinhas, exceto a banha, são preparados a partir de fontes vegetais” (ENGEL, *et al.*, 2012, p.905).

Os principais óleos e gorduras vegetais consumidos no Brasil são os óleos de soja, amendoim, algodão, babaçu, dendê e oliva (CARVALHO, 2017). Neste estudo o enfoque é o óleo de soja, que segundo Jorge *et al.* (2005) são frequentemente utilizados no preparo de alimentos para consumo imediato. O feijão-soja contém

aproximadamente 20% de óleo de boa qualidade. Sendo considerada a “soja um dos mais antigos produtos agrícolas que o homem conhece e está se tornando a semente oleaginosa mais importante do mundo” (CASTRO, 2014, p.6).

Sua composição em porcentagem: Linolênico (Ômega 3) (5,5% - 9,5%); Palmítico (9,7 %- 13,3%); Oleico (Ômega 9) (17,7% - 28,5%); Esteárico (3,0% - 5,4%); Linoleico (Ômega 6) (49,8% - 57,1%) (CARVALHO, 2017). Comumente utiliza-se os óleos vegetais para frituras em geral, “este processo altera as características dos alimentos, como por exemplo: odor, sabor, cor e textura que tornando o alimento mais atraente para o consumo” (JORGE; JANIÉRE, 2005, p.1001).

Com isso, surgiu um crescente interesse em estudar as transformações que ocorrem no óleo oriundas de processos de frituras em geral. O processo de fritura ocorre quando um alimento é imerso ao óleo aquecido em torno de 150°C a 180° C. O aquecimento prolongado leva à polimerização da molécula dos triacilgliceróis, aumentando a viscosidade do óleo e seu índice de acidez (PAITER, *et.al*, 2015).

Além disso, este aquecimento pode resultar na formação em até 50% de compostos polares, (ácidos graxos oxidados, ácidos graxos livres, diglicerídeos, polímeros e dímeros) que são os produtos da degradação dos triglicerídeos (BILLEK, 1985 apud JORGE; JANIÉRE, 2005).

Este processo de aquecimento por longos períodos de tempos é comumente chamado de degradação, que como o autor acima citou, deve ser estudado devido as consequências que podem gerar para o organismo ao longo do tempo. Assim, o presente trabalho objetiva analisar, através de meios analíticos e físico-químicos, as mudanças ocorridas no óleo de soja após passar por um período de 6 horas de fritura contínua em uma pastelaria na cidade de Morrinhos – GO. Diante disso, o interesse pelo tema nasce pela ligação da autora com o objeto de estudo, tendo em vista que a venda de pasteis faz parte da sua renda familiar.

2 OBJETIVOS

2.1 Geral

Analisar, por métodos físico-químicos e analíticos, as alterações no óleo de soja utilizado para fritura contínua de pastéis de uma pastelaria localizada em Morrinhos-Goiás.

2.2 Específicos

- Realizar a esterificação dos ácidos graxos, transformando em ésteres metílicos de ácidos graxos para análise cromatográfica;
- Determinar a composição de ácidos graxos no óleo usado para fritura de pastéis por cromatografia gasosa acoplado a um detector de massas (CG-EM);
- Determinar o índice de acidez, de peróxido e de refração das amostras;
- Comparar os resultados encontrados com o informe técnico nº 270, de 22 de setembro de 2005 da ANVISA e as Instrução normativa MAPA nº 49 de 22 de dezembro de 2006.

3 REFERENCIAL TEÓRICO

O referencial teórico do presente trabalho está estruturado em quatro tópicos, a saber: óleos comestíveis; frituras; degradação do óleo e análises da degradação do óleo.

3.1 Óleos comestíveis

Na dieta humana normal, cerca de 25% a 50% da ingestão calórica consiste em óleos e gorduras (ENGEL, *et al.*, 2012). Sendo considerados a principal fonte de energia utilizada pelo homem, também conhecidos como lipídios (CARVALHO, 2017). Os lipídios possuem um papel fundamental no organismo, pois fornecem ácidos graxos essenciais e colaboram também como veículo para vitaminas lipossolúveis (A, D, E e K), porém possuem efeitos negativos, principalmente referente as incertezas do que ácidos graxos trans podem acarretar a saúde humana (STACKER, *et al.*, 2009).

Apesar dos ácidos graxos trans não serem a forma predominante na natureza, eles são encontrados em algumas bactérias, dos gêneros *Vibrio* e *Pseudomonas*, e em alguns vegetais como romã, ervilha e repolho, além disso algumas carnes, leites e derivados também são fontes naturais de ácidos graxos trans. Outras formas de se obter ácido graxos trans são: através da etapa de desodorização¹ no processo industrial de óleos vegetais, o processo de fritura de alimentos e o processo de hidrogenação parcial (MERÇON, 2010).

O processo de hidrogenação é muito utilizado na indústria alimentícia para produzir as gorduras vegetais hidrogenadas, utilizados para a confecção de tortas e bolos, sendo feita de forma quase completa. A hidrogenação de óleos, são feitas para aumentar o prazo de validade e estabilizá-lo, sendo feito de forma parcial para manter o grau de instauração no produto final para que continue líquido a temperatura ambiente (PINHO; SUAREZ, 2013).

“As restrições que se tem feito em relação à gordura trans decorrem dos problemas de saúde que vem sendo associado ao seu consumo, principalmente às

¹ Desodorização é o último processo de refinação do óleo de soja, que visa a remoção dos sabores e odores indesejáveis (MANDARINO; ROESSING, EMBRAPA, 2001).

doenças cardiovasculares” (PINHO; SUAREZ, p.54, 2013). Tendo em vista que as gorduras trans são absorvidas da mesma forma que a cis, mas não possuem nenhum ácido graxo essencial no organismo, desta forma, depois de ingerido, os ácidos graxos trans tem efeito hipocolesterolêmico, uma vez que afetam o perfil das lipoproteínas (PINHO; SUAREZ, 2013).

Como consequência do consumo exagerado de ácidos graxos trans temos o aumento da lipoproteína de baixa densidade (LDL) também conhecido como colesterol ruim, que possui a função de transportar os lipídios biossintetizados do fígado para o resto do organismo, e a diminuição da lipoproteína de alta densidade (HDL) também conhecida por “colesterol bom”, tem a função de transportar os lipídios dos tecidos para o fígado (MERÇON, 2010).

Com isso, Stacker *et al.* (2009) evidenciam a importância do estudo de alimentos que contém alto índice de gorduras trans, afirmando que os óleos vegetais refinados apresentam níveis relativamente baixos (1,0 a 1,5%), porém a reutilização do óleo, principalmente no preparo de alimentos fritos, pode tornar significativa a sua contribuição na ingestão diária de gorduras trans. A fritura tem contribuído para o aumento do consumo de óleos e gorduras vegetais, visto que é um processo culinário de grande aceitação, em todas as idades e classes sociais (DEL RÉ; JORGE, 2008). Com isso, ressalta-se a importância do estudo da composição do óleo proveniente de processos de frituras conforme este trabalho propõe.

3.2 Fritura

O processo de fritura desenvolve características de odor, sabor, cor e textura que tornam os alimentos mais atraentes para o consumo (CELLA, *et al.*, 2002). Sua praticidade também é considerada, pois dispensa o uso do forno ou do cozimento em água. “A fritura por imersão é um processo que utiliza óleos ou gorduras vegetais como meio de transferência de calor, cuja importância é indiscutível para a produção de alimentos” (FONSECA, 2011, p. 7)

Para Freire, *et al.* (2013) é relevante considerar que existem dois tipos de frituras por imersão, a fritura descontínua em que o óleo é aquecido repetidas vezes, sendo assim resfriados e aquecidos entre uma refeição e outra, e a imersão contínua em que o alimento é frito em apenas uma etapa, na qual acontece a reação de

hidrólise com a formação de ácidos graxos livres que alteram as características sensoriais do produto.

De acordo com o informe técnico nº 11 de 05 de outubro de 2004 da Agência Nacional de Vigilância Sanitária (ANVISA) a água proveniente do próprio alimento, conduz alterações hidrolíticas. O oxigênio que entra em contato com o óleo a partir de sua superfície, desencadeia alterações oxidativas e a temperatura em que o processo ocorre, resultando em alterações térmicas (ANVISA, 2004).

Diante disso, a ANVISA publicou o informe nº 11, de 05 de outubro de 2004, a fim de orientar as condições para que o óleo seja descartado, minimizando os efeitos sobre a saúde, os quais são: A quantidade de ácidos graxos livres não seja superior a 0,9%; o teor de compostos polares não seja maior que 25%; os valores de ácido linolênico, presentes nas frituras não ultrapasse o limite de 2%.

Para Malacrida; Jorge (2005), a determinação do ponto de descarte dos óleos de fritura é importante, uma vez que implica maior custo quando o óleo é descartado muito cedo e perda da qualidade do alimento frito quando descartado tardiamente, o que o torna prejudicial para a saúde da população.

Não é tão simples determinar o ponto exato de descarte, de forma que óleos e gorduras são submetidos a variáveis que influenciam diretamente na velocidade de degradação, como: tipos de alimentos, óleos, fritadeiras e condições diferentes de operação (Cella, *et al.*, 2002). Os parâmetros que determinam as condições de descarte podem ser quantificados através de análises físico-químicas e analíticas, que serão descritas posteriormente.

3.3 Degradação do óleo

A degradação de óleos e gorduras pode ocorrer por oxidação, hidrólise, polimerização, pirólise e absorção de odores e sabores estranhos (MARQUES, *et al.*, 2009). Alguns fatores como por exemplo: a temperatura e tempo de fritura, o tipo de aquecimento, equipamentos utilizados, tipo de óleo e adição de óleo novo, são fatores envolvidos na degradação do óleo (FREIRE, *et al.*, 2013).

Os óleos quando aquecidos e altamente oxidados podem trazer implicações nutricionais e os principais riscos à saúde são a pré-disposição à aterosclerose e a

ação mutagênica ou carcinogênica (MORALES, *et al.*, 2003² apud MOREIRA; PAVLAK, 2019). Estes riscos são causados devido a formação de monômeros, dímeros, polímeros e compostos cíclicos de diferentes polaridades, com ou sem oxigênio, durante o processo de degradação do óleo, tornando-se parte da dieta (BORJES, *et al.*, 2014).

O acúmulo de compostos gerados ao longo do processo de fritura pode formar até 400 compostos químicos diferentes, alterando sua composição final. Estes produtos de degradação não voláteis, que permanecem no óleo, são os principais responsáveis pelas mudanças nas propriedades físicas e químicas no óleo. (CORSINI, *et al.*, 2008).

As alterações físicas são as mais frequentemente observadas, que são: o aumento da viscosidade, a alteração da cor e a formação de espuma, já as alterações químicas que ocorrem são: o aumento dos ácidos graxos livres, compostos carbonílicos, produtos de alto peso molecular, diminuição das insaturações, entre outros (CORSINI, *et al.*, 2008).

3.4 Análises da degradação do óleo

Não há apenas um método para determinação do grau de degradação do óleo, tendo em vista que demanda de vários fatores durante esse processo. Com isso, Freire *et al.* (2013) relatam que há o método que quantifica de forma direta que é através da determinação dos Compostos Polares Totais (CPT) e há os métodos rápidos e reprodutíveis em que a determinação dos ácidos graxos livres ocorre por meio de índice de acidez, índice de peróxidos, índice de refração, entre outros.

A análise cromatográfica é a técnica oficial, internacional utilizada como método descrito pelos órgãos oficiais de determinação dos CPT, este tipo de análise é amplamente reconhecido e confiável no monitoramento do grau de degradação de óleos e gorduras utilizados em fritura (FREIRE, *et al.*, 2013).

A cromatografia em coluna se baseia na separação dos componentes presentes na amostras em duas frações, primeiro a parte do óleo que não sofreu alterações físicas e químicas, e a segunda, em que se concentram os produtos de

² MORALES-AIZPURÚA, I. C.; TENUTA-FILHO, A. Óxidos de colesterol em alimentos. Revista Brasileira de Ciências Farmacêuticas, São Paulo, v. 39, n. 3, p. 319-325, 2003

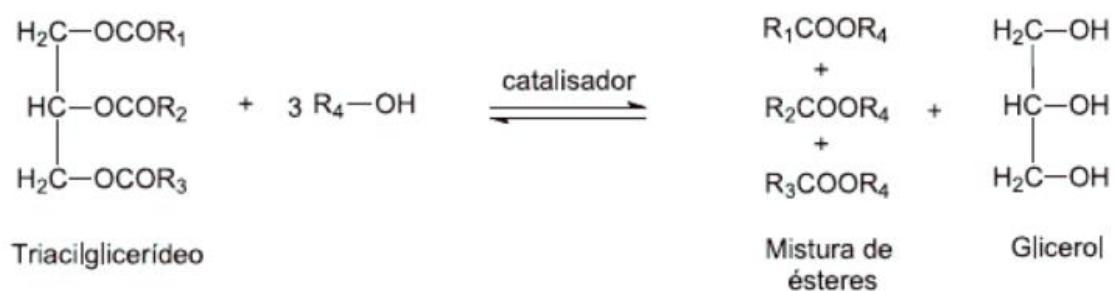
degradação do óleo, constituída de triacilgliceróis oxidados, polímeros, dímeros, diglicerídios e ácidos graxos livres (BERTANHA, *et al.*, 2009).

Esta separação ocorre devido a diferença de polaridade, a primeira parte é apolar e a segunda polar, diante disso os CPT são quantificados pela diferença entre a massa de amostra adicionada à coluna e a massa da fração não polar (BERTANHA, *et al.*, 2009).

O avanço da cromatografia gasosa (CG), fez prosperar o estudo dos lipídios, possibilitando conhecer a composição completa em ácidos graxos dos lipídios em um curto espaço de tempo (MILINSK, 2007). Além disso, o uso de colunas capilares e de softwares teve grande impacto no estudo dos ácidos graxos, devido à facilidade em efetuar a separação, identificação e a quantificação dos ésteres metílicos de ácidos graxos (EMAG) com uma maior eficiência (TVRZICKÁ, *et al.*, 2002³ apud MILINSK, 2007).

O processo de transesterificação é realizado para converter os ácidos graxos, presentes nos triglicerídeos, em ésteres metílicos de ácidos graxos (EMAG) tornando-os mais voláteis, só assim serão analisados. Na figura 3 temos a reação de transesterificação.

Figura 3: Reação de transesterificação de triglicerídeos.



Fonte: GAMBA, p. 1, 2009.

Além da cromatografia, há outros métodos rápidos e reprodutíveis como o índice de acidez, através dele é possível quantificar em miligramas (mg) de base necessário para neutralizar um grama da amostra acidificada. Esses dados são

³ Tvrzická, E.; Vecka, M.; Stanková, B.; Zák, A. (2002). Analysis of fatty acids in plasma lipoproteins by gas chromatography-flame ionization detection: Quantitative aspects. *Analysis Chimica Acta*, 465, 337-350.

importantes pois estão diretamente relacionados com a avaliação do estado de conservação do óleo. Através do processo de decomposição, que pode acontecer por hidrólise, oxidação ou fermentação, a concentração dos íons de hidrogênio é alterada (FREIRE, *et al.*, 2013).

O índice de peróxido é um método que determina, em termos de miliequivalentes de peróxido por 1000 g de amostra que oxidam o iodeto de potássio (INSTITUTO ADOLFO LUTZ, 2008). Com isso, o índice de peróxido, quantifica os produtos primários da oxidação (peróxido e hidroperóxido), sendo um método sensível na determinação de hidroperóxidos, principal indício da deterioração das amostras (CARVALHO, 2019).

Além disso, podemos medir o índice de refração das amostras, através disso podemos relacionar a diferença do grau de saturação das ligações das amostras com a mudança na composição das amostras, demonstrando que houve alteração no teor de ácidos graxos livres, oxidação ou tratamento térmico nas amostras (ADOLFO LUTZ, 2008).

4 METODOLOGIA

4.1 Coleta das amostras

As amostras de óleo foram coletadas no dia 30/01/2022 em uma pastelaria localizada em Morrinhos-Goiás. Os óleos utilizados são de soja refinado tipo 1 são da marca Brasileiro com lote 0122, fabricado no dia 18/01/22 com validade 19/07/22. Ao todo foram colocados 6L de óleo em uma fritadeira da marca Tedesco com capacidade de 10 L que possui resistência elétrica e tacho esmaltado, que varia a temperatura de 150°C a 200°C.

Foram coletadas as amostras em sete tempos: tempo zero, antes da fritura, e de uma em uma hora durante seis horas, em volumes de 10 mL. Todas as amostras foram armazenadas em potes de vidro e colocadas imediatamente em um freezer até momento das análises.

4.2 Determinação da composição de ácidos graxos por CG-EM

As metodologias utilizadas foram seguidas de acordo com o livro *Métodos físico-químicos para análise de alimentos* do Instituto Adolfo Lutz, 4ª edição (2008) adaptado.

4.2.1 Preparação de ésteres metílicos de ácidos graxos

Materiais e reagentes: Balança analítica, balão de fundo redondo, estufa, agitador magnético, NaCl, n-hexano grau cromatográfico, solução de ácido sulfúrico a 2% (v/v) em metanol grau cromatográfico.

Método: Pesou-se aproximadamente 0,025 g da amostra, adicionou-se 5 mL de solução de ácido sulfúrico (H₂SO₄) a 2% (v/v) em metanol. Aqueceu em banho maria durante uma hora. Após esse tempo adicionou NaCl em excesso, esperou esfriar completamente as amostras e adicionou-se 3 mL de hexano até que a fase orgânica, onde estão dissolvidos os ésteres metílicos estejam bem separados. Utilizou-se a fase superior que é a fase orgânica para a análise cromatográfica em fase gasosa.

4.2.2 Análise cromatográfica

As análises dos ácidos graxos nos óleos comestíveis foram obtidas utilizando um cromatógrafo a gás da Perkin Elmer (modelo Clarus 680), acoplado ao detector de massas Perkin Elmer (modelo Clarus SQ 85), com injeção automática, utilizando o gás hélio como gás de arraste e uma coluna capilar do tipo DB-5 ms (30 x 250 μ m e 0,25 μ m). Injetor tipo split 1:20, aquecido a 220°C, fluxo de gás hélio de 1mL/min, a temperatura do forno foi programado para 60°C até, com taxa de aquecimento de 15°C/min, até 180°C, e de 180°C a 245°C aquecimento de 2,5°C/min, 245°C a 180°C com aquecimento de 20°C/min. Detector configura de 50 a 450 m/z com 1scan/min, configurado com impacto eletrônico de 70 eV e atraso de 2,5 minutos para ligar a fonte de ionização.

Injetou-se no cromatógrafo de 1,0 μ L da amostra de ésteres metílicos de ácidos graxos preparadas conforme descrito acima.

4.3 Análises físico-químicas

Para as análises foram utilizados os roteiros experimentais do capítulo XVI Óleos e Gorduras do livro *Métodos físico-químicos para análise de alimentos* do Instituto Adolfo Lutz, 4ª edição (2008). Que descreve os chamados índices, que servem para identificação e avaliação da maioria dos óleos e gorduras. As análises não foram feitas em triplicatas devido a insuficiência de amostras.

4.3.1 Índice de acidez

Com as amostras homogêneas e completamente líquidas. Pesou-se 2 g da amostra em frasco Erlenmeyer de 125 mL. Foi adicionado 25 mL de solução de éter-álcool (2:1) neutra. Adicione duas gotas do indicador fenolftaleína. Titulou-se com solução de hidróxido de sódio 0,01 N até o aparecimento da coloração rósea, a qual deverá persistir por 30 segundos. Após isso, realize os cálculos necessários.

4.3.2 Índice de peróxido

Pesou-se 5 g de amostra em um frasco Erlenmeyer de 250 mL, adicionou 20 mL da solução ácido acético-clorofórmio 3:2 e agite até a dissolução da amostra. Adicione 1 mL da solução saturada de KI e deixe em repouso ao abrigo da luz por exatamente um minuto, em seguida adicionou-se 20 mL de água. Primeiramente foi titulado com uma solução de tiossulfato de sódio 0,1 mol/L, porém com apenas uma gota houve o ponto de viragem, com isso a solução foi diluída em 10 vezes, passando para a concentração de 0,01 mol/L. Com isso, foram titulados até que a coloração amarela tenha quase desaparecido, adicionou-se 2 mL de solução de amido indicadora e continue a titulação até o completo desaparecimento da coloração azul. Preparou uma prova em branco, nas mesmas condições e titulou-se.

4.3.3 Índice de refração

Método: Ajustou-se previamente o refratômetro de bancada ABBE com água até estabilizar a temperatura. O instrumento foi calibrado conforme o fabricante, utilizando o índice de refração da água como referência. Certificou-se que os prismas estavam completamente limpos e secos, colocou as amostras no prisma inferior com algumas gotas da amostras, fechou o prisma e travou firmemente. Deixou-se de 1 a 2 minutos a amostra, até que atinja a temperatura do aparelho. Ajustou-se o instrumento e a luz para obter a leitura mais distinta possível e, então, determinou-se o índice de refração. Foi realizado o teste em todas as amostras, sendo lavados entre as leituras e secos para que não houvesse interferência das outras amostras.

5 RESULTADOS E DISCUSSÕES

5.1. Transformações físicas

As principais transformações que podemos observar ao longo do processo de fritura, são as físicas, principalmente na coloração conforme a figura 4 e posteriormente a figura 5.

Figura 4: Óleo coletado no início (A) e após 6 horas de fritura contínua (B).



Fonte: autora, 2022.

Ao analisarmos a figura 4B, percebemos o quanto o óleo escureceu e ficou turvo e apresentou resíduos, característicos do processo de fritura provenientes da massa de pastel. Na figura 5 observamos a mudança de coloração a cada hora,

totalizando 6 horas de fritura. Podemos observar que a mudança aconteceu de forma gradual ao longo do processo.

Figura 5: Diferença da coloração das amostras ao longo do tempo.



Fonte: Autora, 2022.

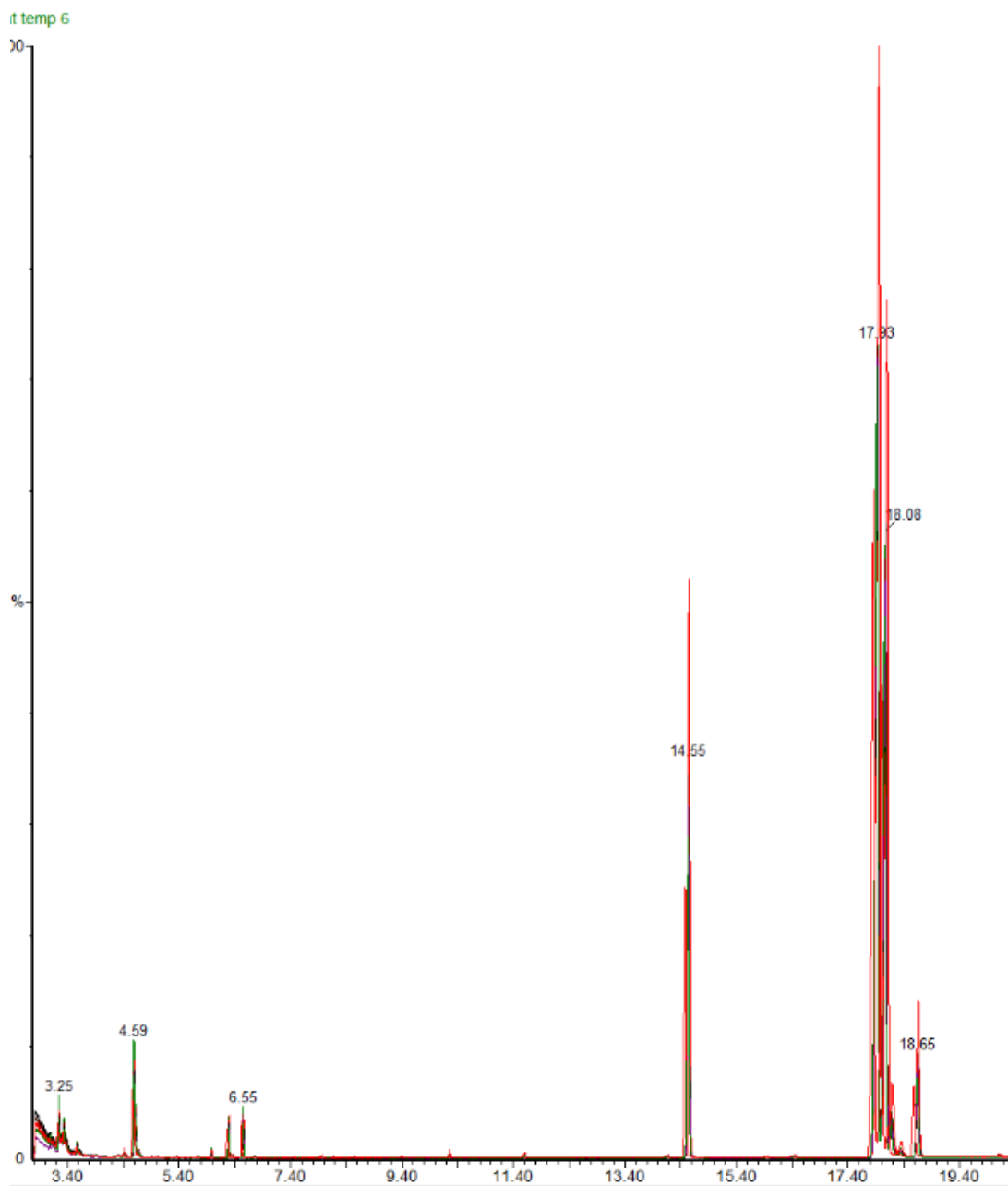
O escurecimento é atribuído à presença de compostos não polares provenientes dos alimentos que são solubilizados no meio de fritura (BORGOS, 2005 apud FREIRE, *et al.*, 2013). Porém apenas com características sensoriais, a avaliação da deterioração do óleo se torna subjetiva e instável (SANIBAL, MANCINI-FILHO, 2002). Com isso, foram realizadas as análises descritas a seguir.

5.2 Cromatografia gasosa

As amostras percorreram uma corrida cromatográfica de 40 minutos cada, seguindo as mesmas condições de análise, através disso, observamos que não houve alteração na composição das amostras em termos de ácidos graxos ao longo de 6 horas, conforme observamos na figura 6. No anexo 1 temos os cromatogramas comparados separadamente, nos anexos 2 a 8 estão os cromatogramas

separadamente e no anexo 9 temos a comparação dos cromatogramas de forma sobreposta.

Figura 6: Cromatograma das análises em todos os tempos sobrepostas.



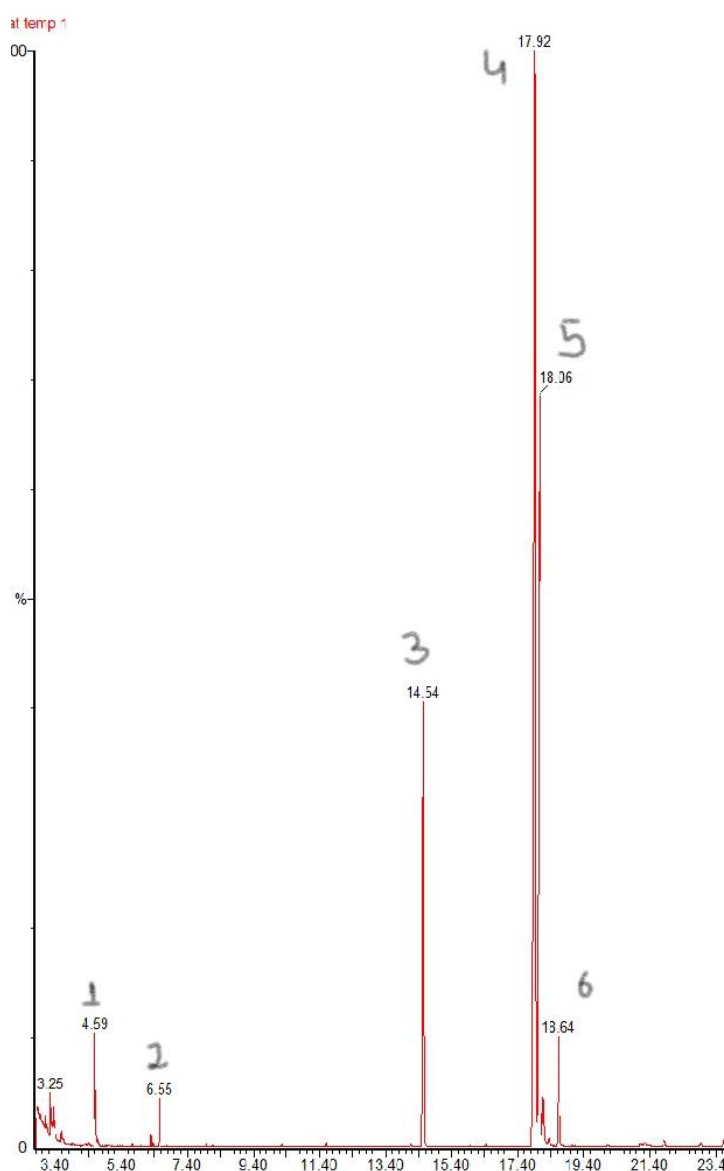
Fonte: Autora, 2022.

Na figura 6 temos a comparação de forma sobreposta dos picos encontrados das análises feitas no tempo 0 e a cada hora, desta forma observamos que não houve alteração da composição dos ácidos graxos. O fator que pode estar relacionado com os resultados, são as poucas horas de frituras analisadas.

Sanibal, Mancini-Filho (2004) em seu trabalho: *Perfil de ácidos graxos trans de óleo de gordura hidrogenada de soja no processo de fritura*, estudaram as diferenças encontradas no óleo em 50 horas de fritura, com isso, observaram a formação de 17,1% de ácidos graxos trans e o abaixamento de ácido graxos essenciais que passou de 12,8% no tempo 0 para 7,3%. Ou seja, para que haja maiores resultados seria necessário analisar em um maior período de tempo

Diante disso, na figura 7 temos o cromatograma da análise do óleo de fritura. Os picos encontrados estão numerados para facilitar a compreensão.

Figura 7: Cromatograma dos ésteres metílicos de ácidos graxos



Fonte: Autora, 2022.

De acordo com o cromatograma observamos três picos majoritários. Através do detector de massas, foi possível comparar a fragmentação dos componentes de acordo com cada tempo de retenção, com a biblioteca do equipamento que é a NIST/EPA/NIH Mass Spectral Database, Standard Reference (2014), encontrando os elementos descritos na tabela 1. A comparação dos espectros de massa dos compostos identificados estão nos anexos 10 a 16.

Tabela 1: Relação dos ácidos graxos encontrados na análise por cromatografia gasosa nas amostras de óleo de fritura.

Tempo de retenção (min)	Numeração do pico	Sinônimo
4,57	1	Etér, benzil metil
6,52	2	p-diisopropil benzeno
14,49	3	Ácido palmítico, metil éster
17,86	4	Ácido linoleico, metil éster
18,01	5	Ácido elaídico, metil éster
18,59	6	Ácido esteárico, metil éster

Fonte: Autora, 2022.

Os primeiros picos não são comumente encontrados nos óleos de soja. Possivelmente são resíduos de algum composto utilizado no cultivo da soja ou no refino do óleo. Diante disso, Pasini *et al.*, (2014) estudam diversos agrotóxicos utilizados no cultivo de soja, entre eles o Dash® HC é citado como adjuvante⁴, que é composto principalmente por diisopropilbenzeno, além de hidrocarbonetos aromáticos, que são os componentes encontrados nas amostras.

Segundo a *Ficha de Informação de Segurança de Produto Químico* da BASF (2018) o Dash® HC registrado no MAPA sob o nº 04599, da empresa BASF S.A é composto por uma mistura de ésteres metílicos, hidrocarboneto aromático, ácido graxo insaturado e tensoativo, que são os compostos identificados nas análises. Sendo considerados como levemente nocivos a saúde. Ou seja, como o equipamento é sensível, foi identificado estes componentes em pequenas quantidades.

De acordo com os principais picos obtidos, temos o ácido palmítico, o ácido linoleico, o ácido elaídico e em menor quantidade o ácido esteárico. Esses ácidos

⁴ Os adjuvantes são adicionados à calda de pulverização para aumentar a eficiência biológica dos ingredientes ativos (CUNHA, et al., 2010).

graxos são comumente encontrados na dieta humana, na forma saturada o palmítico e esteárico, os poli-insaturados são os linoleicos e oleicos.

O ácido palmítico é o ácido graxo mais abundante do plasma. Ele pode ser sintetizado no organismos a partir de carboidratos ou através de produtos de oxidação de triglicerídeos. É considerado como hipercolesterolêmico (OLIVEIRA, 2013). “Os ácidos graxos hipercolesterolêmicos aumentam o nível de colesterol sanguíneo por reduzirem a atividade do receptor LDL-colesterol e reduzirem o espaço livre de LDL na corrente sanguínea” (LEONARDO, p. 15, 2014).

Mesmo aumentando os níveis de colesterol no sangue, através do ácido palmítico pode ser sintetizado o ácido esteárico (OLIVEIRA, 2013). O ácido esteárico aparece nas análises em menor quantidade, ele é considerado um ácido graxo saturado neutro. Os ácidos graxos desejáveis são aqueles que têm efeito neutro ou hipocolesterolêmico, pois atuam na redução do LDL (lipoproteína de baixa densidade), e com isso previnem doenças cardiovasculares (LEONARDO, 2014)

O ácido linoleico, é considerado com efeito hipocolesterolêmico, também é conhecido como ômega-6 porque sua primeira ligação dupla está após o sexto carbono (BRUICE, 2006). Ele é um ácidos graxos poli-insaturados (AGPIs), de muita importância para o metabolismo humano, seu consumo é considerado como "essenciais" porque não podem ser sintetizados pelo corpo e devem ser consumidos sob a forma de óleos e gorduras (CARVALHO, 2019).

Além disso, o ácido linoleico desempenha um papel ativo na qualidade da saúde em geral, pois é precursor do ácido araquidônico no organismo, que é o principal mediador e regulador de inflamação, pois levam a produção de eicosanoides pró-inflamatórios (CARVALHO, 2019).

Mesmo sendo considerado como essencial, o consumo do ácido linoleico proveniente de frituras pode acarretar efeitos negativos no organismo, tendo em vista que durante o processo de fritura, os compostos formados pela decomposição dos ácidos graxos insaturados afetam a disponibilidade do ácido linoleico (MENDONÇA, 2007). Como para esta análise não houve a alteração na composição, entende-se que o processo de decomposição foi em pequena escala, o que é confirmado posteriormente com os resultados obtidos no índice de acidez.

Outra implicação negativa está relacionada com o índice de peróxido que também foi analisado, Araújo (2004) afirma que a peroxidação de ácidos graxos poliinsaturados leva a formação de malonaldeídos, que pode provocar ligações

cruzadas nas lipoproteínas de baixa densidade (LDL), causando acúmulo de colesterol no vaso sanguíneo.

Um fator importante nesta análise está relacionado com o alto índice de ácido elaídico encontrado nas amostras. Este ácido é um isômero trans (C18:1 trans) do ácido oleico, sendo considerado o principal competidor do ácido linoleico no metabolismo humano (CHIARA, *et al.*, 2003). A alta competição no organismo entre os ácidos graxos trans e os poli-insaturados podem refletir sobre a redução do número de receptores de lipoproteínas de baixa densidade (LDL), contribuindo para a elevação de seus níveis plasmáticos (CHIARA, *et al.*, p. 232, 2003). Diante disso, podemos observar que a porcentagem do ácido elaídico nas amostras é um fator preocupante, Corsini *et al.* (2008), reafirma que os ácidos graxos trans estão entre os fatores dietéticos de risco para as doenças cardiovasculares, sendo o seu principal efeito metabólico a ação hipercolesterolêmica, elevando o colesterol total e a LDL.

5.3 Índice de acidez

Os valores obtidos nas titulações e nos cálculos estão descritos na tabela 2.

Tabela 2: Dados obtidos da análise do índice de acidez,

Amostras	Tempo fritura (horas)	Massa pesada (g)	Volume gasto na titulação NaOH 0,01 N (mL)	Índice de acidez calculado (mg NaOH/g)
1	00:00	2,0592	1,4	0,1612
2	01:00	2,0679	1,5	0,1719
7	02:00	2,0311	1,7	0,1984
4	03:00	2,0242	2,1	0,2459
5	04:00	2,0202	2,8	0,3285
6	05:00	1,9946	2,8	0,3328
7	06:00	2,0305	3,4	0,3969

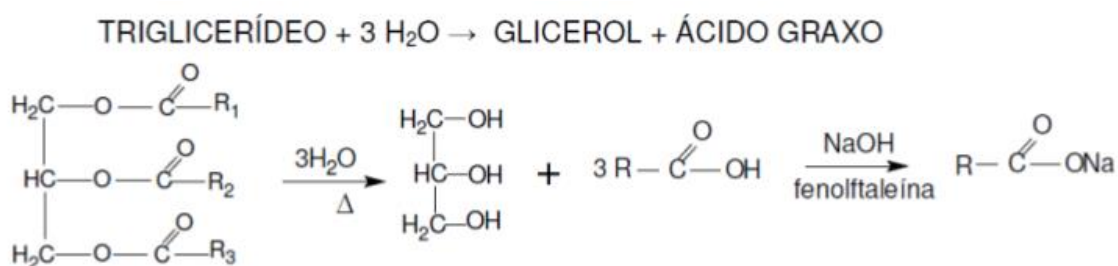
Fonte: Autora, 2022.

Podemos observar que a quantidade de NaOH à 0,01 N gasto nas titulações aumentaram de acordo com o tempo de fritura, aumentando também o cálculo do índice de acidez, significando que houve alteração durante o processo.

Sabemos que, através da análise de acidez, é possível quantificar a formação de ácidos graxos livres, que geralmente está associada com o que chamamos de

rancidez hidrolítica que é a hidrólise da ligação éster por lipase e umidade (TOFANINI, 2004). Na figura 8 temos a reação de hidrólise referente a esta análise.

Figura 8: Reação de hidrólise do triacilglicerol.



Fonte: (MORAES, 2015)

Um dos fatores que aceleram esta reação como podemos observar é o aquecimento. Portanto o aumento da acidez indica que o óleo está sofrendo quebras em suas cadeias formando ácidos graxos livres. Diante disso este índice revela o estado de conservação dos óleos.

Não há parâmetros físico-químicos específicos para as condições de óleos de frituras, com isso analisamos comparando com o informe técnico nº 270, de 22 de setembro de 2005 da ANVISA, o índice de acidez permitido para Óleos e gorduras refinados é máximo 0,6 mg KOH/g. Analisando os resultados encontrados temos que todas as amostras estão dentro das especificações da ANVISA.

Mesmo com o aumento do índice de acidez nas amostras, percebemos que foi em pequenas quantidades. Possivelmente nestas amostras houve baixas quebras hidrolíticas, sugerindo que para haver uma mudança elevada na acidez, será necessário um tempo maior utilizando esse mesmo óleo para frituras.

5.4 Índice de peróxido

Os valores obtidos nas titulações e nos cálculos estão descritos na tabela 3

Tabela 3: Dados obtidos na análise do índice de peróxido.

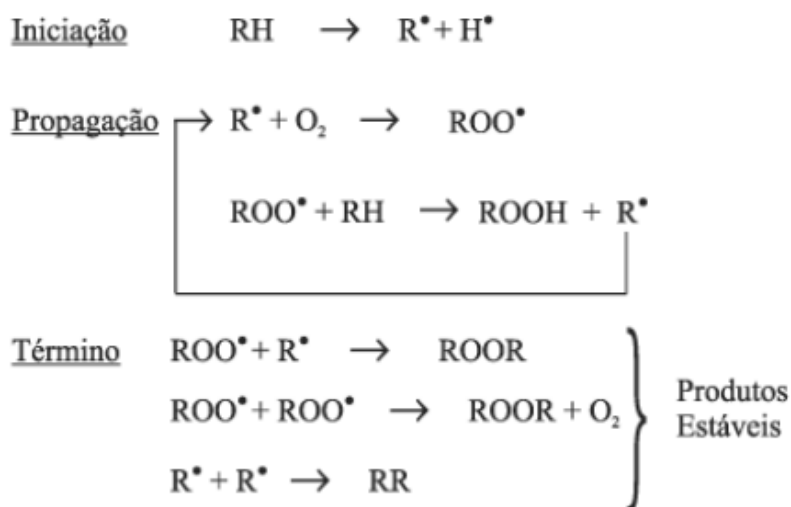
Amostras	Tempo de fritura (horas)	Massa pesada (g)	Volume gasto na titulação Na ₂ S ₂ O ₃ 0,01 mol/L (mL)	Índice de peróxido calculado (meq/kg)
1	00:00	5,0113	1,3	2,719
2	01:00	5,0680	1,3	2,683
3	02:00	5,0217	1,5	3,386
4	03:00	5,0060	1,5	3,379
5	04:00	5,0360	1,5	3,380
6	05:00	5,0160	1,6	3,728
7	06:00	5,0412	1,8	3,736
Volume da análise em branco			0,5	

Fonte: Autora, 2022.

Nesta análise observamos que os valores encontrados nas titulações com o tiosulfato de sódio foram bem próximas, tendo 0,5 mL de diferença entre a primeira e a última amostra. Nos cálculos observamos uma diferença maior, ou seja, mesmo em pequena quantidade, houve alterações.

Diante disso, através desta análise podemos caracterizar a autoxidação dos acilgliceróis com ácidos graxos insaturados por oxigênio atmosférico, como observamos na figura 9, ou seja, o índice de peróxido caracteriza a rancidez oxidativa (TOFANINI, 2004).

Figura 9: Reação de rancidez oxidativa.



onde: RH - Ácido graxo insaturado; R^{*} - Radical livre;
 ROO^{*} - Radical peróxido e ROOH - Hidroperóxido

Fonte: MORAES, 2015

O radical livre presente no óleo, em contato com o oxigênio forma peróxidos que, em reação com outra molécula oxidável, induz a formação de hidroperóxido e outro radical livre, as moléculas formadas, contendo o radical livre, ao se romperem formam produtos de peso molecular mais baixo (aldeídos, cetonas, álcoois e ésteres), os quais são voláteis e responsáveis pelos odores da rancificação (OLIVEIRA, 2007).

Diante disso, o grau de oxidação do óleo é o indício de que a deterioração do sabor e odor, em função de sua estabilidade, está iniciando (TOFANINI, 2004). Mesmo em pequena proporção, houve diferença nos valores encontrados, ou seja, foi iniciado o processo de oxidação.

Não há uma lei específica para as condições físico-químicas do óleo de fritura, com isso comparamos com os parâmetros estabelecidos para óleos de soja refinados. De acordo com o informe técnico nº 270, de 22 de setembro de 2005 o índice de peróxido para Óleos e gorduras refinadas é de no máximo 10 meq/kg, diante disso, temos que todas as amostras estão dentro do recomendado pela ANVISA.

5.5 Índice de refração

Para iniciar as análises foi medido o índice de refração da água como padrão de referência 1,3310 a temperatura de 25,9 °C. Os valores encontrados nas amostras estão expressos na tabela 4.

Tabela 4: Índice de refração do óleo de fritura coletado em sete tempos: tempo zero, antes da fritura, e de uma em uma hora durante seis horas.

Amostras	Tempo de fritura (horas)	Temperatura (°C)	Índice de refração
1	00:00	25,9	1,4715
2	01:00	25,8	1,4715
3	02:00	25,8	1,4720
4	03:00	25,6	1,4720
5	04:00	25,5	1,4720
6	05:00	25,4	1,4725
7	06:00	25,4	1,4729

Fonte: Autora, 2022.

Segundo o MAPA, Nº 49, de 22 de dezembro de 2006 os valores do índice de refração a 25°C para o óleo de soja devem ser menor ou igual à 1,470, portanto, todos os valores estão acima do previsto, mesmo antes da fritura. Porém observamos que

houve pouca alteração nas amostras no índice de refração, tendo uma diferença da primeira análise para a última de apenas 0,0014.

Sabemos que o índice de refração é característico para cada tipo de óleo, pois “possuem poderes de refringência diferentes e, de acordo com sua natureza, desviam com maior ou menor intensidade os raios luminosos que os atravessam” (CARVALHO, p.35, 2017).

Diante disso, sabemos que “este índice está relacionado com o grau de insaturação das ligações e o aumento do comprimento da cadeia hidrocarbonada” (JORGE, *et al.*, p.950, 2005). Mas, este método pode ser afetado por outros fatores tais como: teor de ácidos graxos livres, oxidação e tratamento térmico (CARVALHO, 2017).

“A determinação deste índice apresenta grande utilidade no controle dos processos de hidrogenação” (CARVALHO, p.63, 2017). O que justifica o teor elevado de ácido elaídico encontrado na cromatografia gasosa, pois, segundo Chiara, *et al.* (2003) na gordura ou óleo que sofre o processo de hidrogenação, prevalece este isômero.

CONSIDERAÇÕES FINAIS

Diante do exposto, este trabalho teve como objetivo principal analisar o óleo de fritura por 6 horas contínuas, com isso, os resultados referente a cromatografia gasosa, foram os mesmos para todas as amostras analisadas, ou seja, apenas com 6 horas de fritura não houve alterações significativas na composição dos ácidos graxos.

Ao analisarmos o contexto do presente trabalho, temos que as amostras são de um pequeno empreendimento, que busca manter a qualidade do produto oferecido, trocando o óleo diariamente. Diante disso, não foi possível analisar o óleo com mais tempo de fritura.

Além disso, sabemos que o óleo é consumido pelo alimento ou evaporado no decorrer da fritura, ou seja, para analisar em um período maior de tempo, seria necessário repor o óleo, mudando assim as propriedades a serem analisadas.

Portanto, concluímos que, em 6 horas de fritura não afetam drasticamente a composição do óleo, estando apto a ser utilizado por mais horas, fazendo com que o a empresa economize utilizando por mais tempo.

Os resultados encontrados na cromatografia refletiram nas análises físico-químicas, tendo em vista que não foi observado grande alteração entre as amostras. Na análise de acidez houve maior diferença encontrada, seu aumento indica que o óleo está sofrendo quebras em suas cadeias formando ácidos graxos livres. Para a ANVISA no informe nº 11, de 05 de outubro de 2004 é um indício de deterioração do óleo.

No índice de peróxido obtivemos uma diferença de 1,017 meq/kg da primeira para a última análise, mesmo com a aumento deste índice, percebemos que foi em pequena escala, confirmando o início da oxidação. Porém não foi acusado na cromatografia gasosa acoplada ao espectro de massas a mudança na composição das amostras ao longo do tempo.

No índice de refração uma diferença de 0,0014, entre a primeira e a última amostra. Estes resultados reafirmam que durante o processo não houve alterações drásticas na composição. Isto sugere que as condições estabelecidas no processo de fritura: tempo e temperatura de aquecimento, relação superfície/volume e tempo de fritura, são seguras, garantindo produtos de qualidade do início ao fim.

REFERÊNCIAS

AGÊNCIA NACIONAL DE VIGILÂNCIA SANITÁRIA – ANVISA. **Informe Técnico nº 11, de 5 de outubro de 2004**. Óleos e Gorduras Utilizados em Frituras. 2004.

ARAÚJO, Júlio Maria A. **Química de alimentos: Teoria e prática**. Editora UFV, ed. 3, p. 487, 2004.

BASF. **Ficha de Informação de Segurança de Produto Químico**, p.14, 2018.

BERTANHA, Bruna Jorge; SANTOS, Adriana Barbora; LUIZA, Débora Maria Moreno; JORGE, Neuza. Avaliação da qualidade de óleos e gorduras de fritura por meio de testes rápidos. **Hig Alimentar**, ed. 23, p.177-82, 2009.

BORJES, Lúcia Chaise; CECOM, Gisele; SILVA, Ana Paula Bautitz. Análise da degradação do óleo de fritura de restaurantes comerciais do centro de Chapecó-SC. **Demetra: alimentação, nutrição & saúde**, vol. 9, ed. 3, p. 833-848, Chapecó, 2014.

BRUICE, Paula Yurkanis, **Química Orgânica**, ed. 4, vol. 2, Editora Pearson Prentice Hall, São Paulo, 2006.

CASTRO, Heizir. **Processos Químicos Industriais II: óleos e gorduras**. Escola de Engenharia de Lorena –EEL, Universidade de São Paulo, p.41, 2014.

CARVALHO, Ana Carolina de Oliveira. **Características físico-químicas de óleo vegetais puros e adulterados**. Monografia apresentada ao Centro de Ciência e Tecnologia - Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro. Campo dos Goytacazes, Rio de Janeiro, 2017.

CARVALHO, Geovane Chacon. **Composição de ácidos graxos em óleos vegetais obtida por cromatografia gasosa e sua correlação com propriedades térmicas, reológicas, espectroscópicas e outras propriedades físico-químicas**. Tese apresentada ao programa de Pós-Graduação em Química-Universidade Federal do Rio Grande do Norte. Natal, 2019.

CELLA, Roseneide C. Ferraz; REGINATO-D'ARCE, Marisa A. B; SPOTO Marta Helena Fillet. Comportamento do óleo de soja refinado utilizado em fritura por imersão com alimentos de origem vegetal. **Ciência Tecnologia Alimento.**, vol. 22, p.111-6, 2002.

CORSINI, Mara da Silva; JORGE, Neuza; MIGUEL, Ana Maria Rauen de Oliveira; VICENTE, Eduardo. Perfil de ácidos graxos e avaliação da alteração em óleo de fritura. **Química Nova**, vol. 31, n. 5, p. 956-961, 2008.

CHIARA, Vera Lúcia; SICHIERI, Rosely; CARVALHO, Tatiana dos Santos Ferreira de. Teores de ácidos graxos trans de alguns alimentos consumidos no Rio de Janeiro. **Revista Nutrição**, Campinas, vol. 16, p. 227-233, 2003.

CUNHA, J.P.A.R; BUENO, M.R.; FERREIRA, M.C. Espectro de gotas de pontas de pulverização com adjuvantes de uso agrícola. **Planta Daninha**, Viçosa-MG, vol. 28, p. 1153-1158, 2010.

DEL RÉ, Patrícia Vieira; JORGE, Neusa. Comportamento de Óleos Vegetais em Frituras Descontínuas de Produtos Pré-Fritos Congelados. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**. Campinas, ed. 26, p.56-63, 2006.

ENGEL, Randall G.; KRIZ, George S.; LAMPMAN, Gary M.; PAVIA, Donald L. **Química Orgânica Experimental: Técnica de escalas pequenas**. Editora Cengage Learning, ed. 3, 2012.

FONSECA, Fábio dos Santos Fonseca. **Espectrometria no infravermelho médio e calibração multivariada por PLS para quantificação de biodiesel metílico e etílico de soja, milho e girassol em misturas com diesel**. Dissertação Mestrado da Universidade Federal de Uberlândia, Uberlândia, p.77, 2011.

FREIRE, Poliana Cristina Mendonça; MANCINI-FILHO, Jorge; FERREIRA Tânia Aparecida Pinto de Castro. Principais alterações físico-químicas em óleos e gorduras submetidos ao processo de fritura por imersão: regulamentação e efeitos na saúde. **Revista Nutrição**, Campinas, vol. 26, ed. 3, p. 353-368, maio/jun., 2013.

GAMBA, Muriell. **Produção de biodiesel através de catalisadores enzimáticos em líquido iônico**. Dissertação de mestrado da Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, p.55, 2009.

GAMBARRA NETO, Francisco Fernandes. **Classificação de óleos vegetais utilizando voltametria de onda quadrada e métodos quimiométricos**. Dissertação de mestrado da Universidade Federal da Paraíba, João Pessoa-PB, p.98, 2008.

INSTITUTO ADOLFO LUTZ. Normas Analíticas do Instituto Adolfo Lutz. Métodos físico-químicos para análises de alimentos. 4ª ed. (1ª Edição digital), p. 1020, 2008.

JORGE, Neuza; JANIÉRE, Camila. Avaliação do óleo de soja submetido ao processo de fritura de alimentos diversos. **Ciência e agrotecnologia**, vol. 29, p. 1001-1007, set./out., Lavras, 2005.

JORGE, Neuza; SOARES, Bruno Bellei Prazeres; LUNARDI, Vanessa Martins; MALACRIDA, Cassia Roberta. Alterações físico-químicas dos óleos de girassol, milho e soja em frituras. **Química Nova**, vol. 28, p. 947-951, 2005

LEONARDO, Ariádne Patrícia. **Composição dos ácidos graxos e teor de colesterol da carne de ovinos pantaneiros**. 2014. Dissertação (Pós-Graduação em Zootecnia – Área de Concentração: Produção Animal) -- Universidade Federal da grande Dourados Faculdade de Ciências Agrárias, Dourados, 2014. Disponível em:<https://files.ufgd.edu.br/arquivos/arquivos/78/MESTRADO-ZOOTECNIA/Disserta%C3%A7%C3%A3o%20Ari%C3%A1dne%20Patr%C3%ADcia%20Leonardo.pdf>. Acesso em 15 março 2022.

MALACRIDA, Cássia Roberta; JORGE, Neuza. Alterações do óleo de soja em frituras: efeitos da relação superfície/volume e do tempo de fritura. **Hig Aliment.**, v. 19, p. 25-31, 2005.

MAPA, **Instrução Normativa nº 49**. 22 de dezembro de 2006. disponível em: <http://sistemasweb.agricultura.gov.br/sislegis/action/detalhaAto.do?method=visualizarAtoPortalMapa&chave=643062246>. Acesso em 13 de março de 2022.

MAPA, **Determinação do índice de peróxidos em produtos de origem animal por oxidimetria**. LABORATÓRIO NACIONAL AGROPECUÁRIO - LANAGRO/RS- Disponível em: <http://www.agricultura.gov.br/assuntos/laboratorios/legislacoes-e-metodos/arquivos-metodos-da-areapoa-iqa/met-poa-slav-29-02-indice-de-peroxidos.pdf>. Acesso em 13 de março de 2022.

MARQUES, Anne Castro; VALENTE, Tessa Bitencourt; ROSA, Cláudia Severo. Formação de toxinas durante o processamento de alimentos e as possíveis consequências para o organismo humano. **Revista Nutrição**, Campinas, ed. 22(2), p.283-293, mar./abr., 2009.

MENDONÇA, Marcio Antônio. **Avaliação das alterações físico-químicas em óleos submetidos ao processo de frituras em unidades de produção de refeição de Brasília—DF**. Monografia (especialização em tecnologia de alimentos) Centro de excelência de turismo – Universidade de Brasília UnB, Brasília, 2007.

MENEGHETTI, Simoni P.; MENEGHETTI, Mario Roberto; BRITO, Yariadner C. A Reação de Transesterificação, Algumas Aplicações e Obtenção de Biodiesel. **Revista Virtual de Químicas**. vol. 5, n.1, p.63-73, 2013.

MERÇON, Fábio. O que é gordura trans. **Química Nova na Escola**, vol. 32, n. 2, 2010.

MILINSK, Maria Cristina. **Análise comparativa entre oito métodos de esterificação na determinação quantitativa de ácidos graxos em óleo vegetal**. Pós-Graduação em Química do Departamento de Química do Centro de Ciências Exatas-Universidade Estadual de Maringá, p. 1-90, Maringá, 2007.

MORAIS, Marina Carli. **Avaliação do óleo de soja submetido ao processo de fritura de batatas congeladas**. 15^o Congresso Nacional de iniciação científica Conic-Semesp, 2015.

MOREIRA, Millenna de Carvalho; PAVLAK, Marta Cristina de Menezes. **Avaliação da qualidade dos óleos de fritura usados em estabelecimentos comerciais do ramo alimentício em Palmas (TO)**. Trabalho de conclusão de curso-Centro Universitário Luterano de Palmas, p. 22, Palmas-TO, 2019.

OLIVEIRA, Claudimar de Jesus. **Avaliação comparativa do efeito dos ácidos graxos oléico, palmítico e esteárico sobre biomarcadores do processo de aterosclerótico**. Tese (doutorado) Faculdade de ciências farmacêuticas da Universidade de São Paulo, p.132, São Paulo, 2013.

PAITER, Leandro; GALVÃO, José Ricardo; JUNIOR, Sergio Luiz Stevan. Estudo empírico da degradação de óleo de soja correlacionado com a sua constante dielétrica utilizando um sensor capacitivo. **Revista Matéria**, vol.20, n.2, p. 392– 398, 2015

PASINI, Rafael Antônio; MAGANO, Deivid Araújo Magano; MAICON; MACHADO, Roberto Ribeiro; SPAGNOL, Daniel; ARMAS, Franciele Silva de; GRUTZMACHER Anderson Dionei. **Testes de seletividade de agrotóxicos empregados na cultura da soja sobre adultos de Trichogramma pretiosum**, 12ª Jornada de pós-graduação e pesquisa, Congrega Urcamp, 2014.

PINHO, David M. M.; SUAREZ, Paulo A. Z. A Hidrogenação de Óleos e Gorduras e suas Aplicações Industriais. **Revista Virtual Química**. vol.5, n. 1, p.47-62, 2013.

RAMALHO, Hugo; SUAREZ, Paulo. A Química dos Óleos e Gorduras e seus Processos de Extração e Refino. **Revista Virtual Química**, vol.5, p.2-15, 2013.

SANIBAL, Elaine Abrão Assef; MANCINI FILHO, Jorge. **Perfil de ácidos graxos trans de óleo e gordura hidrogenada de soja no processo de fritura**. Revista Ciências, Tecnologia de Alimentos, Campinas, vol. 24, n. 1, p. 27-31, 2004.

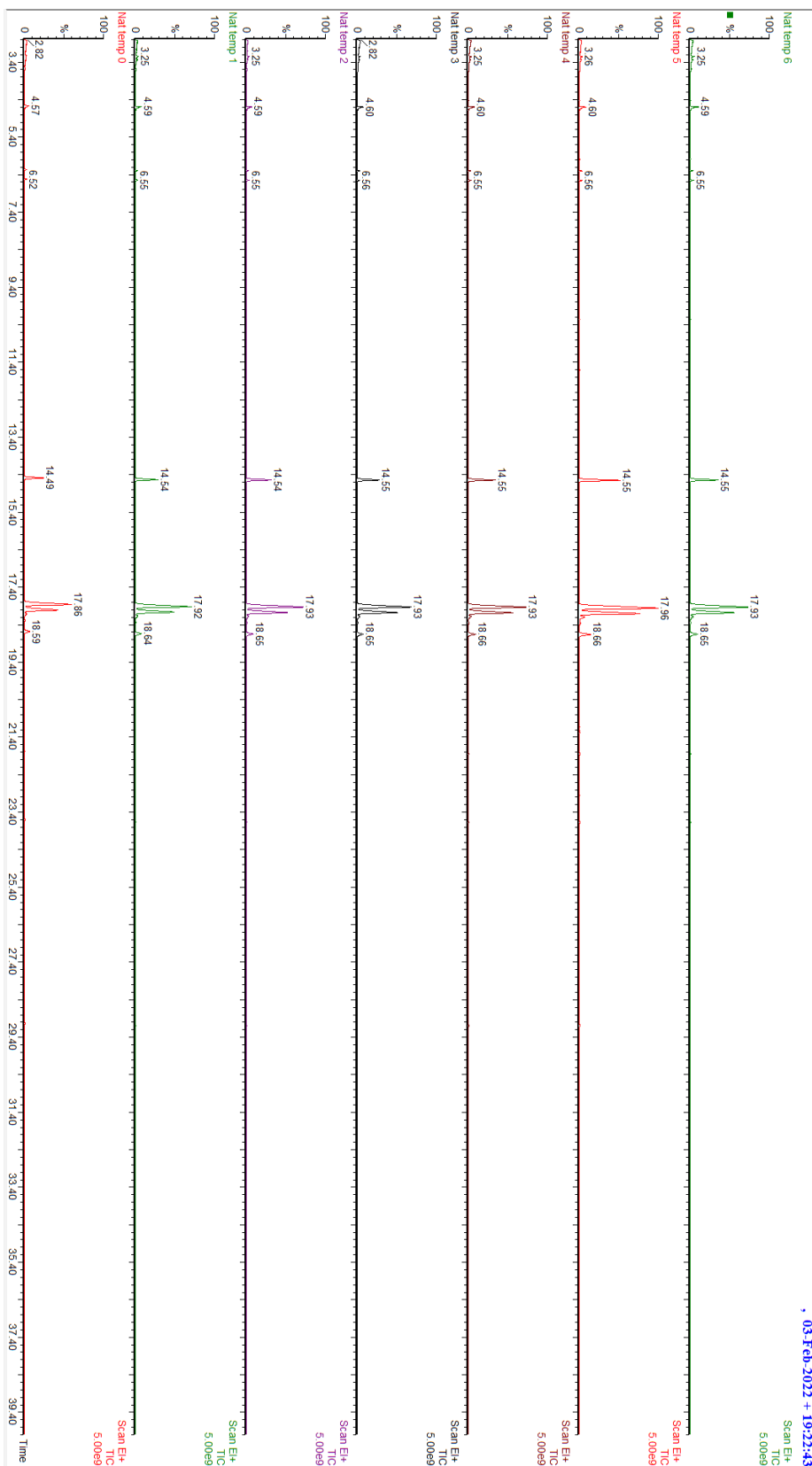
STACKE, Juliani Stacke; GRÄFF, Tania; REMPEL, Claudete; BOSCO, Simone Morelo Dal. Perfil de ácidos graxos no óleo de soja, após diferentes tempos de uso, no processo de fritura. **Revista Destaques Acadêmicos**, n. 3, p. 8, 2009.

Standard Reference Database 1, Standard Reference Data Program. **National Institute of Standards and Technology (NIST)**, Gaithersburg, MD, 2014.

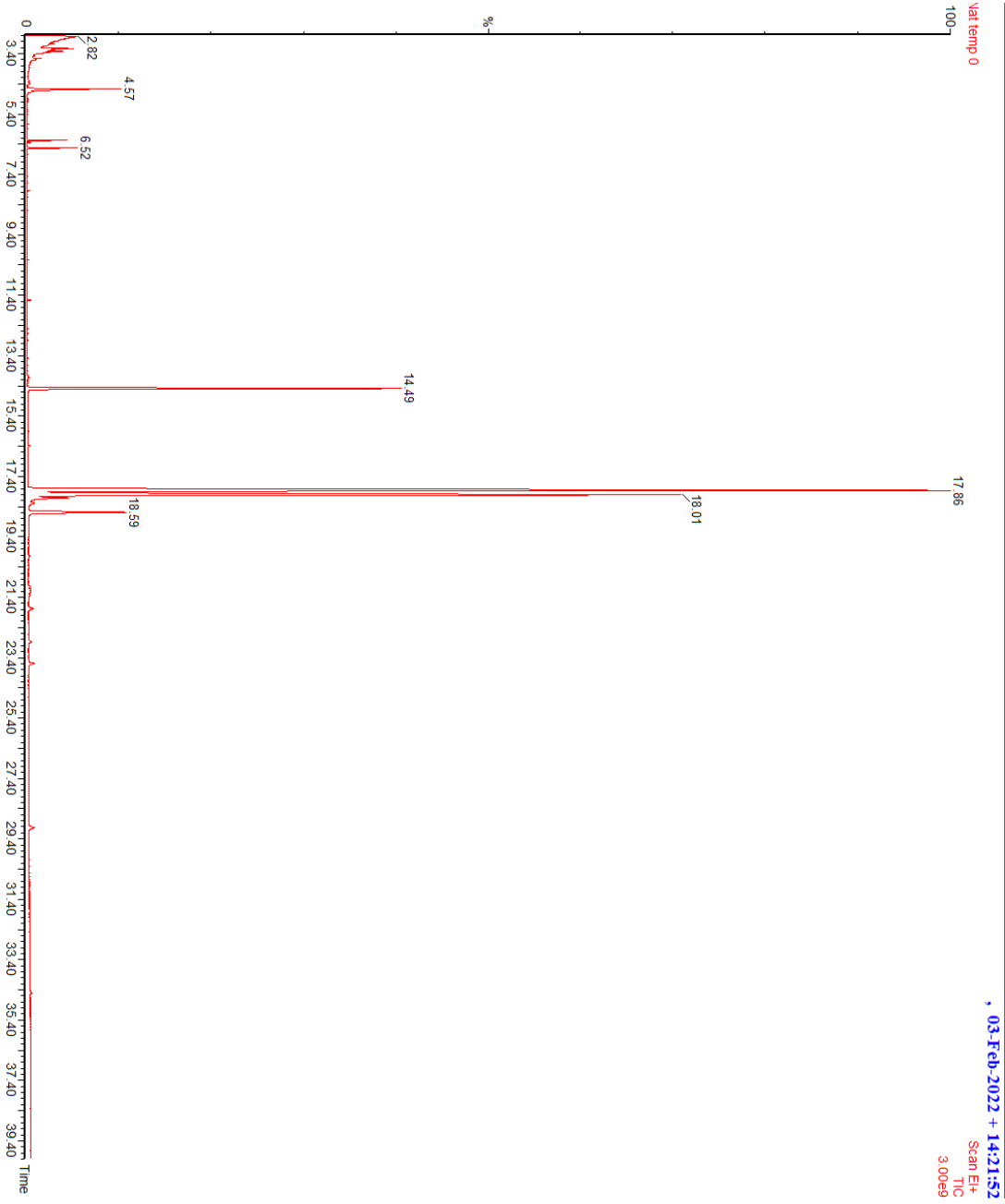
TOFANINI, Aldo José. **Controle de qualidade de óleos comestíveis**. Trabalho de conclusão de curso (graduação em química) Universidade Federal de Santa Catarina. Florianópolis, p.40, 2004.

ANEXO

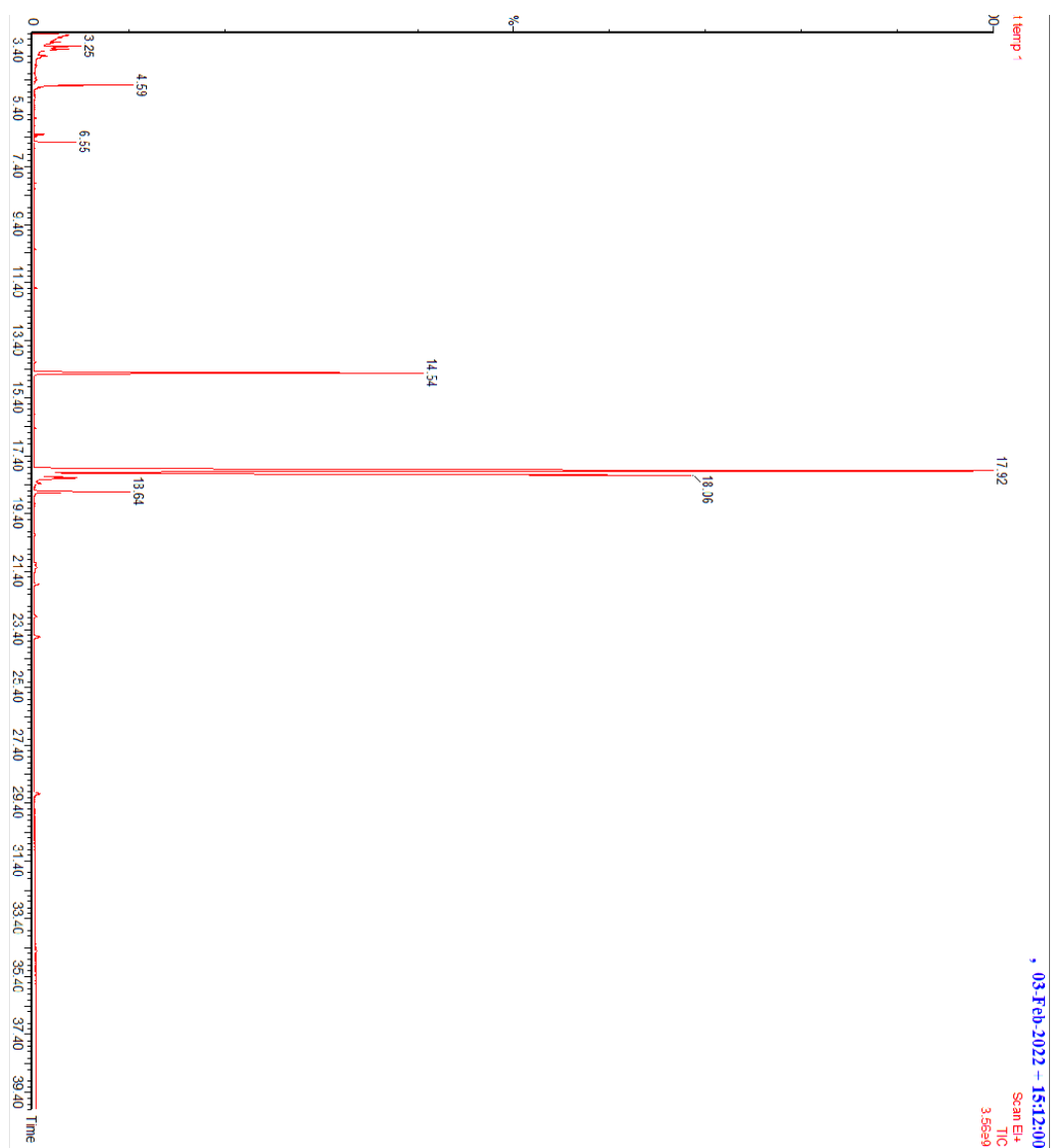
Anexo 1. Comparação das amostras analisadas.



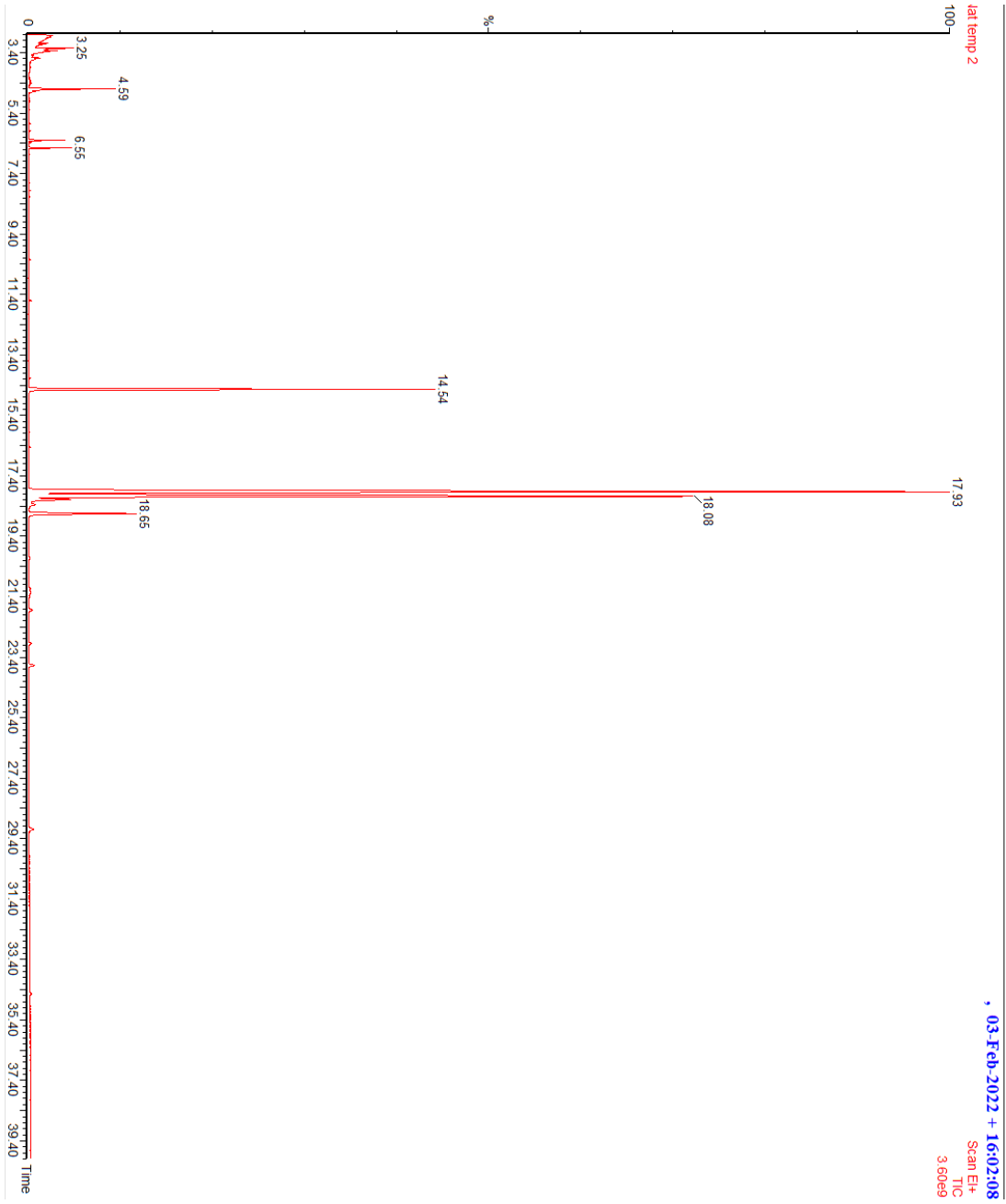
Anexo 2. Cromatograma no tempo 0



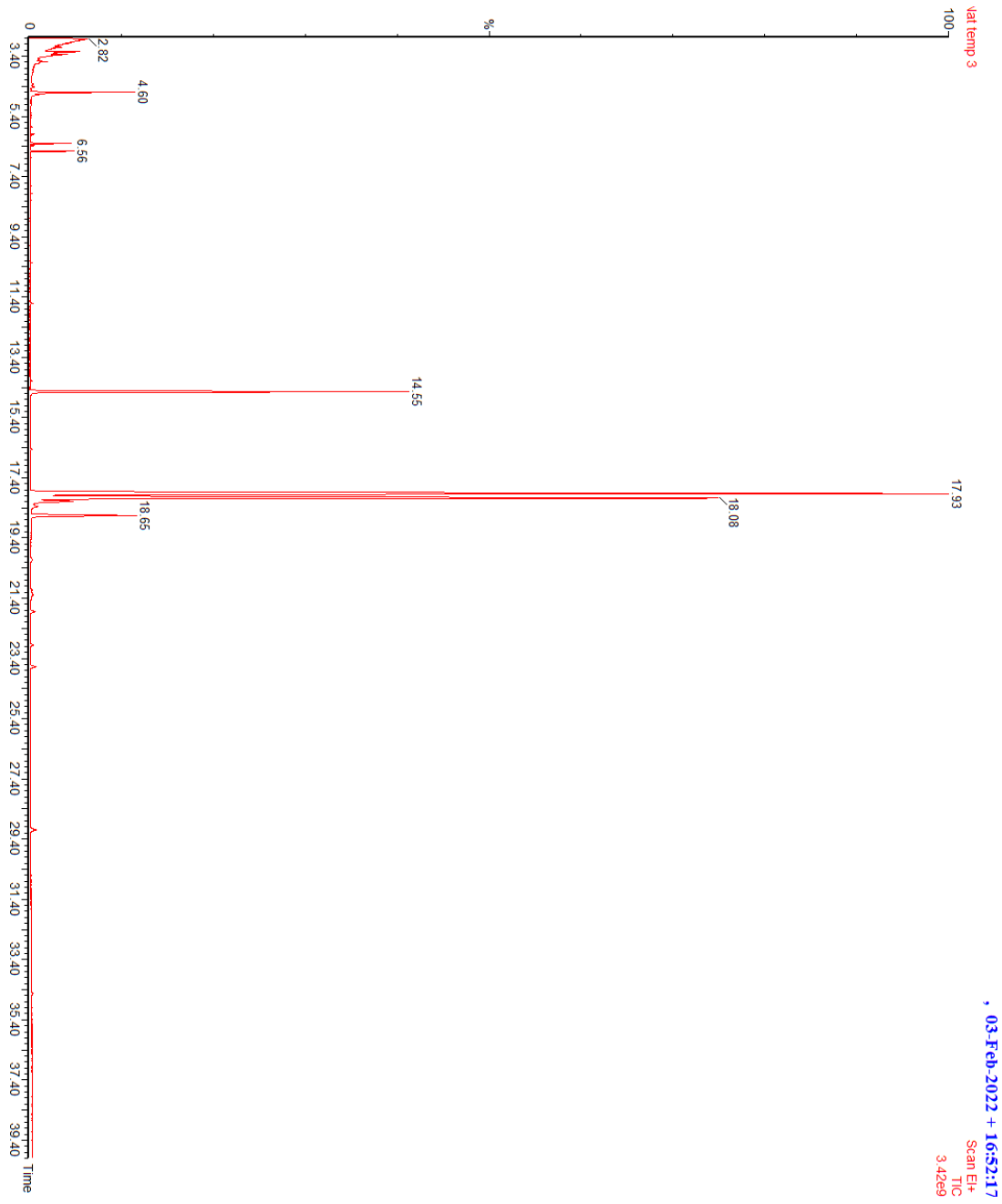
Anexo 3. Cromatograma no tempo 1



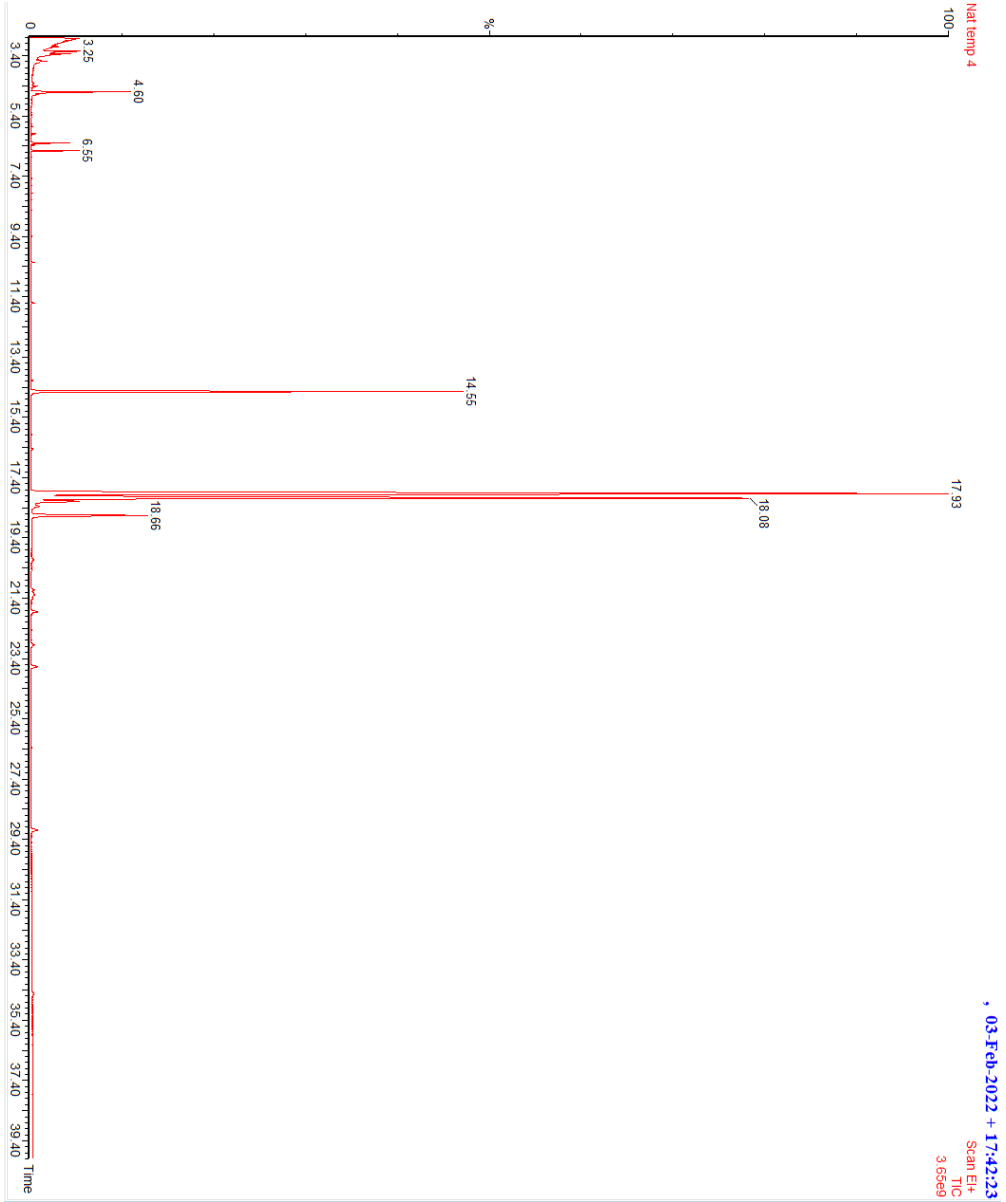
Anexo 4. Cromatograma no tempo 2



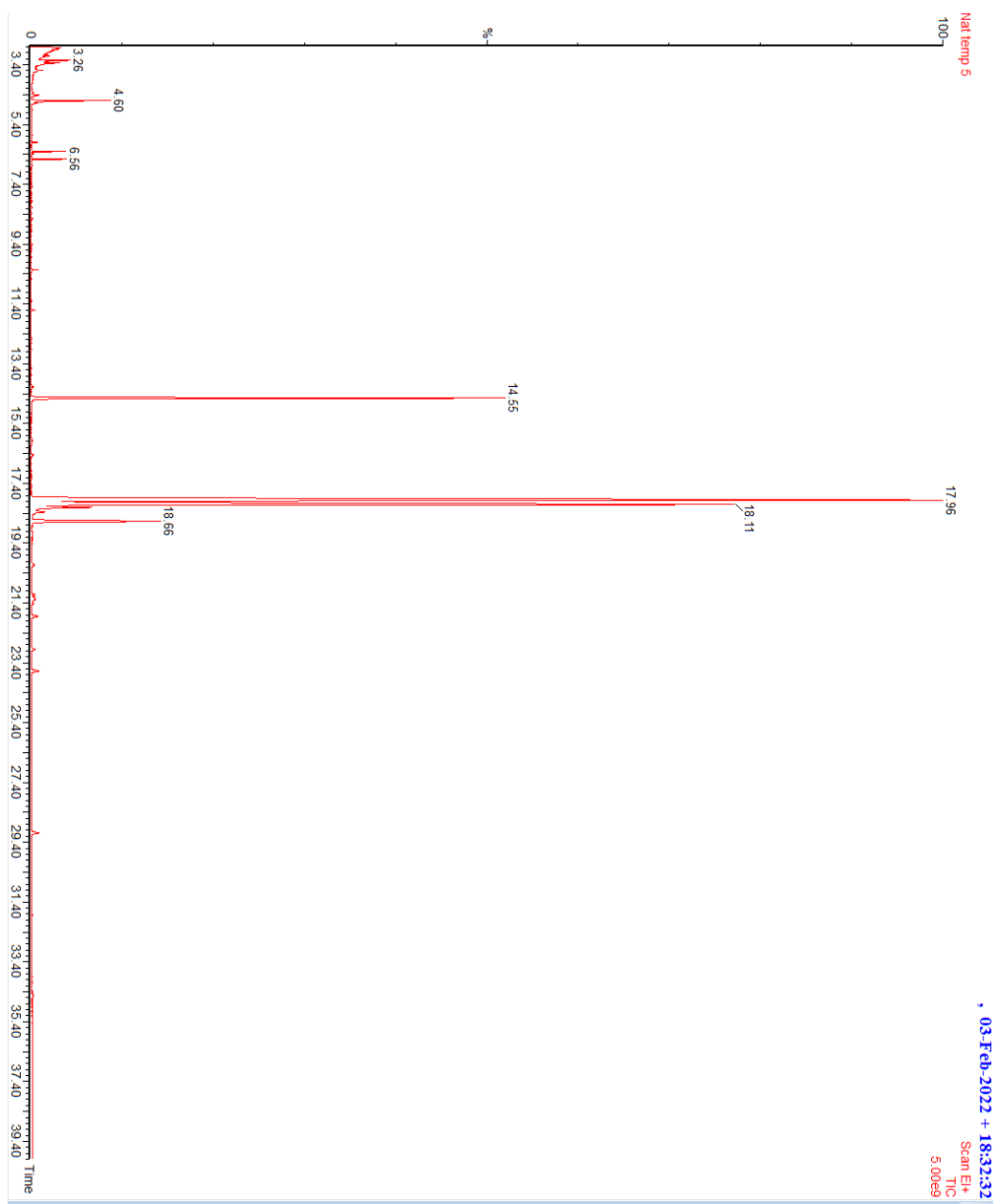
Anexo 5. Cromatograma no tempo 3



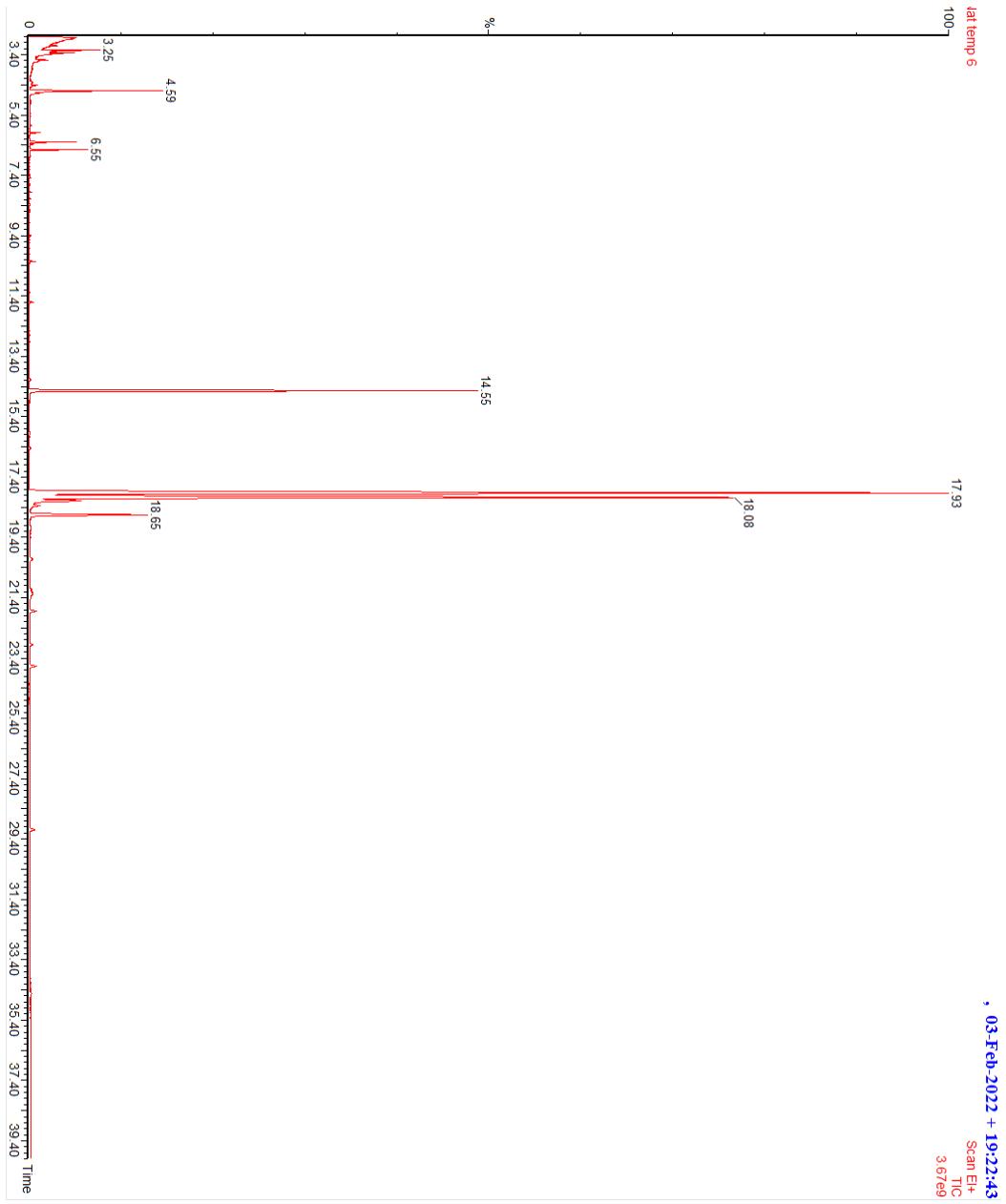
Anexo 6. Cromatograma no tempo 4

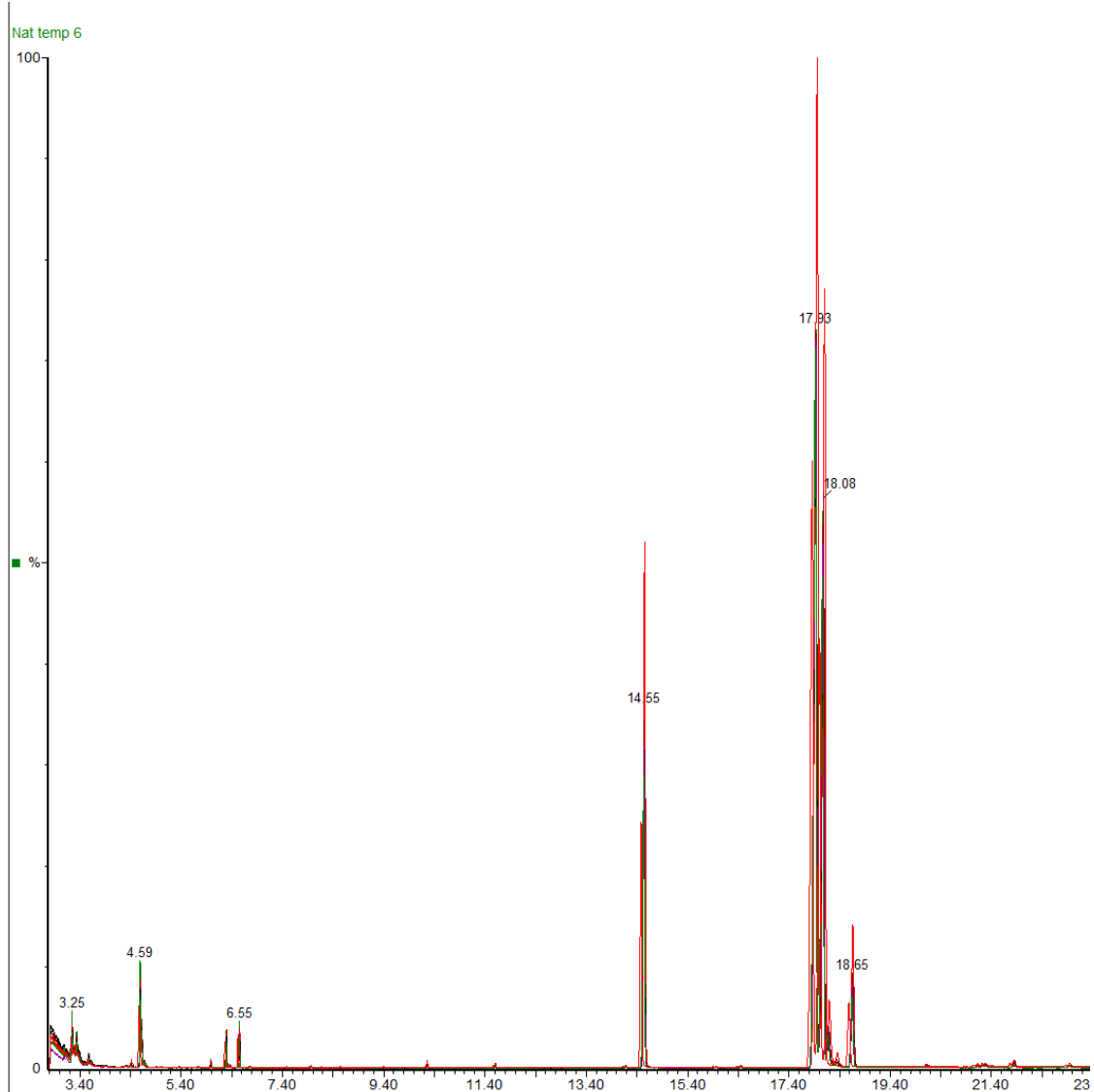


Anexo 7. Cromatograma no tempo 5

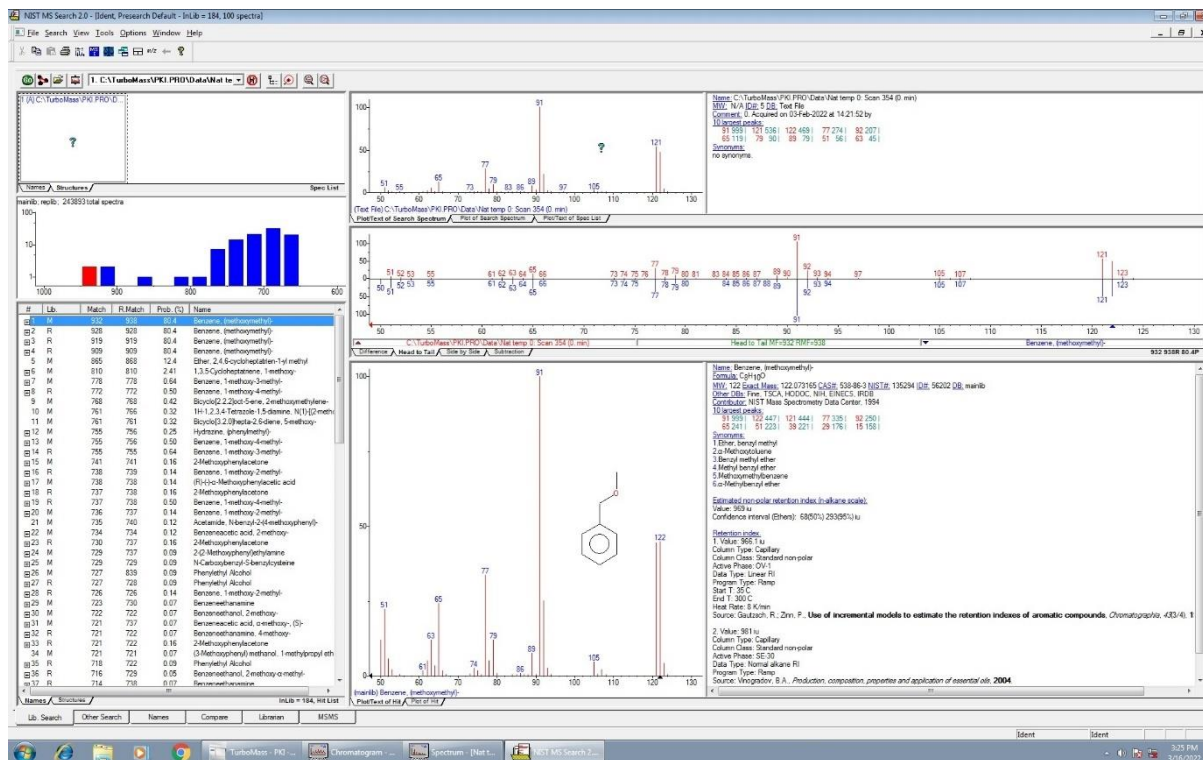


Anexo 8. Cromatograma no tempo 6

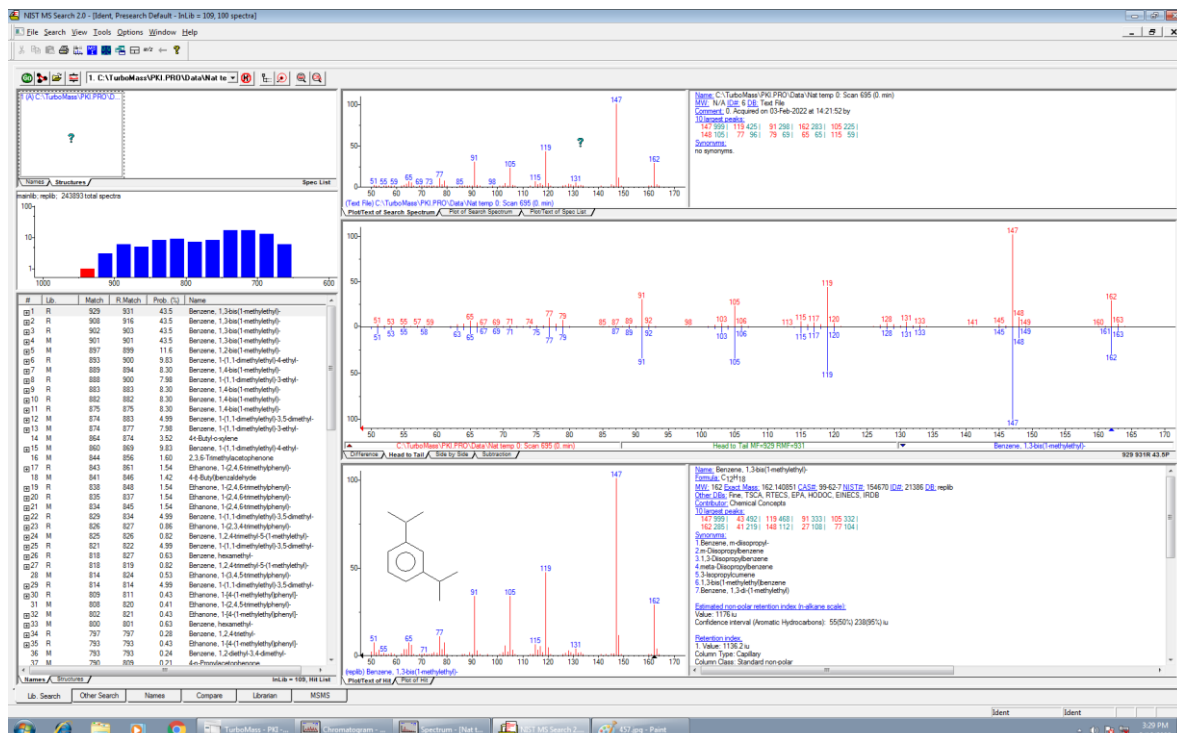


Anexo 9. Cromatograma das sobreposições no tempo 0, 1, 2, 3, 4, 5 e 6

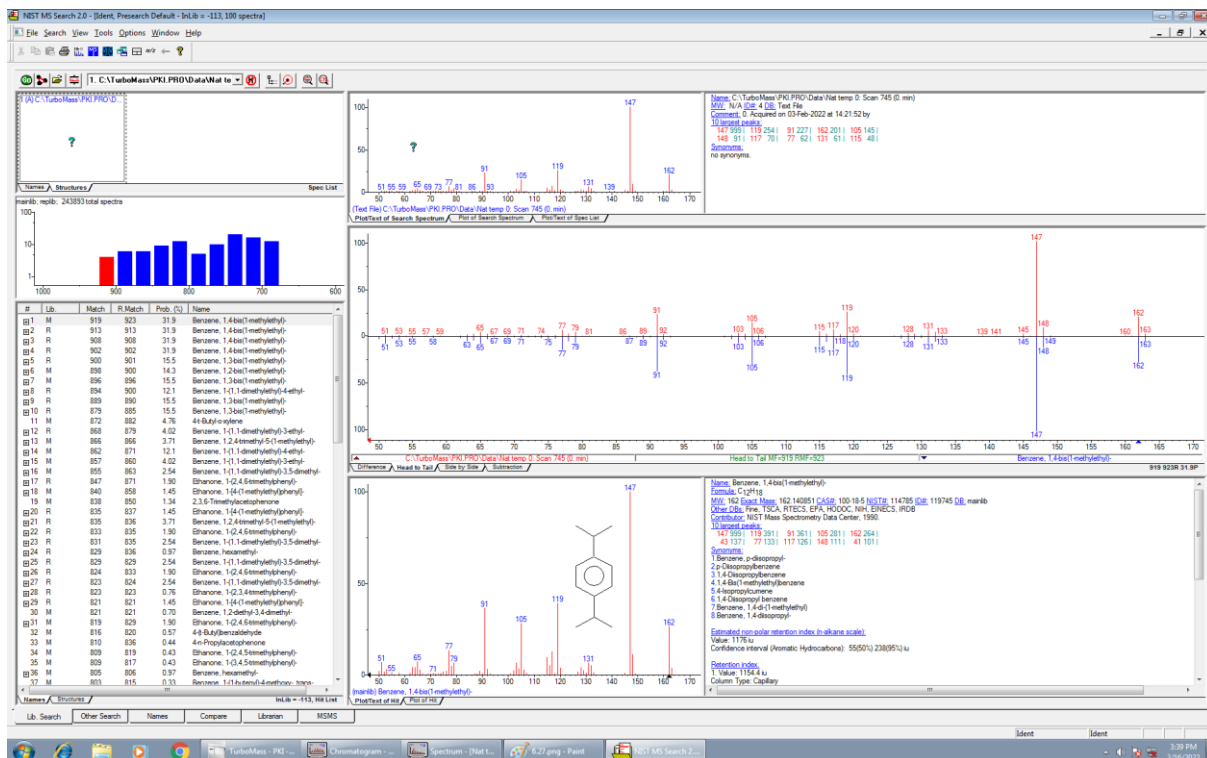
Anexo 10. Etér, benzil metil no tempo de retenção de 4,57 min.



Anexo 11. m-diisopropilo benzeno no tempo de retenção 6,27 min.



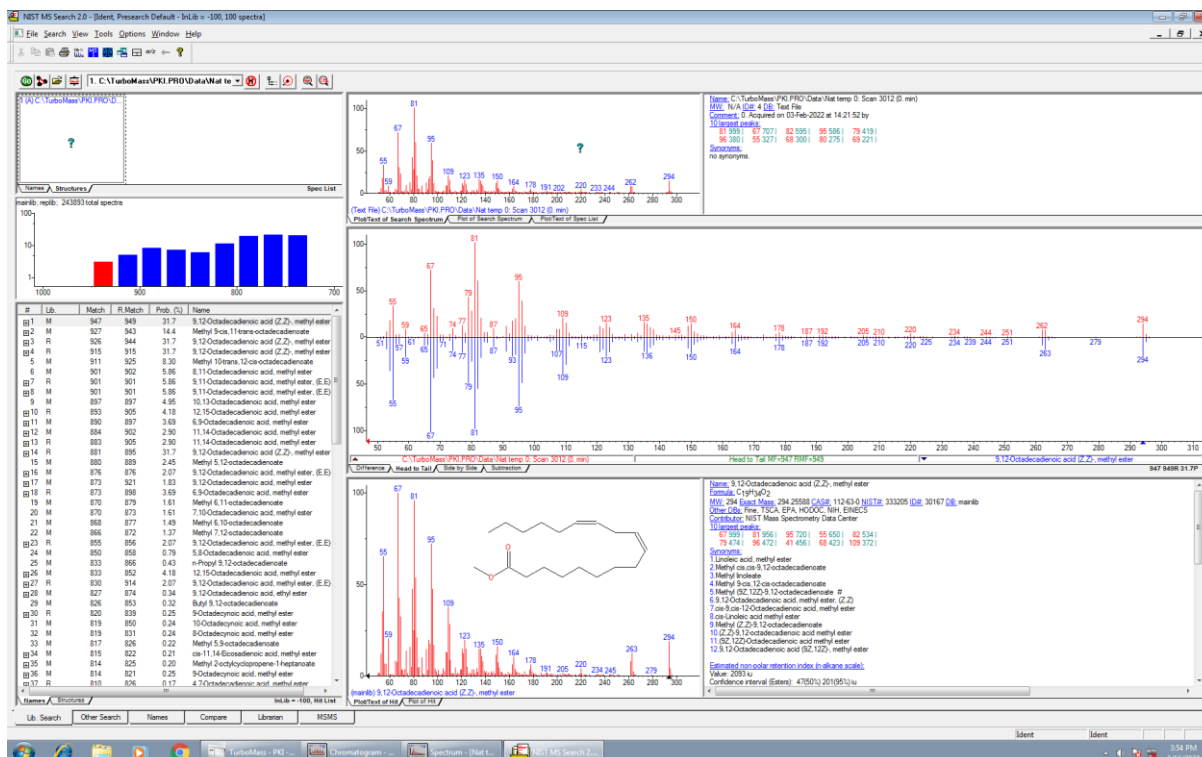
Anexo 12. p-diisopropili benzeno no tempo de retenção 6,52 min.



Anexo 13. Ácido palmítico, metil éster no tempo de retenção 14,49 min.



Anexo 14. Ácido linoleico, metil éster no tempo de retenção de 17,86 min.



Anexo 15. Ácido eláidico, metil éster no tempo de retenção 18,01 min.



Anexo 16. Ácido esteárico, metil éster no tempo de retenção 18,59 min.

