

UNIVERSIDADE TECNOLÓGICA FEDERAL DO PARANÁ

ADONIRÃ OLIVEIRA RAMOS

**AVALIAÇÃO DAS CARACTERÍSTICAS FÍSICO-QUÍMICAS DE ÓLEOS
COMESTÍVEIS COMERCIAIS AO LONGO DO ARMAZENAMENTO**

CAMPO MOURÃO

2023

ADONIRÃ OLIVEIRA RAMOS

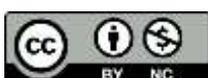
**AVALIAÇÃO DAS CARACTERÍSTICAS FÍSICO-QUÍMICAS DE ÓLEOS
COMESTÍVEIS COMERCIAIS AO LONGO DO ARMAZENAMENTO**

**Evaluation of the physicochemical characteristics of oils commercial edibles
throughout storage**

Trabalho de conclusão de curso de graduação
apresentada como requisito para obtenção do título de
Tecnólogo em Alimentos da Universidade
Tecnológica Federal do Paraná (UTFPR).
Orientador(a): Stéphanie Caroline Beneti

CAMPO MOURÃO

2023



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

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

ADONIRÃ OLIVEIRA RAMOS

**AVALIAÇÃO DAS CARACTERÍSTICAS FÍSICO-QUÍMICAS DE ÓLEOS
COMESTÍVEIS COMERCIAIS AO LONGO DO ARMAZENAMENTO**

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

Data de aprovação: 29 de maio de 2023

Aline Takaoka Alves Baptista
Doutora em Ciência de Alimentos
Universidade Tecnológica Federal do Paraná

Renata Hernandez Barros Fuchs
Doutora em Ciências de Alimentos
Universidade Tecnológica Federal do Paraná

Stephani Caroline Beneti
Doutora em Engenharia de Alimentos
Universidade Tecnológica Federal do Paraná

CAMPO MOURÃO

2023

Dedico este trabalho a Deus, meus pais e a todos os
que me ajudaram ao longo desta caminhada.

AGRADECIMENTOS

Agradeço, primeiramente, à Deus por me proporcionar saúde e força para superar as dificuldades, permitindo que tudo isso acontecesse, ao longo de minha vida e não comente nestes anos como universitário

Aos meus pais e irmãos por sempre estarem comigo independente das adversidades encontradas pelo caminho.

À Universidade Tecnológica Federal do Paraná, pela oportunidade de realizar o curso, direção e administração que oportunizaram a janela que hoje vislumbro um horizonte superior, eivado pela acendrada confiança no mérito e ética aqui presentes.

À professora Stéphanie Caroline Beneti, pela orientação acadêmica, empenho dedicado à elaboração deste trabalho e paciente trabalho de revisão da redação.

A todos os professores por me proporcionar o conhecimento não apenas racional, mas a manifestação do caráter e afetividade da educação no processo de formação profissional, por tanto que se dedicaram a mim, não somente por terem me ensinado, mas por terem me feito aprender. A palavra mestre, nunca fará justiça aos professores dedicados aos quais sem nominar terão os meus eternos agradecimentos.

Aos amigos, companheiros de trabalhos e irmãos na amizade que fizeram parte da minha formação e que vão continuar presentes em minha vida.

Enfim, agradeço a todos aqueles que direta ou indiretamente fizeram parte da minha formação e que de alguma forma contribuíram para minha chegada até aqui, o meu muito obrigado.

RESUMO

Uma das principais causas da deterioração de alimentos, acompanhado da perda da qualidade sensorial e da redução da qualidade nutricional, é a reação de oxidação que ocorre em óleos e gorduras e alimentos gordurosos em geral. Os estudos que visam aprofundar-se no real processo oxidativo de óleos comestíveis durante o período de armazenamento são escassos. Desta forma, o presente trabalho visa avaliar as propriedades físico-químicas dos óleos refinados de soja, canola e milho embalados em garrafas PET, comercializados no município de Campo Mourão- PR. As amostras foram acondicionadas por um período de três meses em estufa aquecida e com circulação de ar forçado para acelerar a vida de prateleira, com o objetivo de obter informações que possam auxiliar na definição das melhores condições de armazenamento e tempo de validade. As amostras foram avaliadas com relação às medidas de acidez, peróxido, sabões, densidade relativa, iodo pelo método Wijs, umidade, impurezas insolúveis, cor e aspecto e ponto de fumaça. De acordo com os resultados obtidos foi possível verificar que os parâmetros avaliados apresentam valores satisfatórios quando comparados às especificações determinadas pela legislação brasileira, com exceção dos peróxidos e dos aspectos, que apresentaram diferenças significativas durante o período de análises. Comprovando que o óleo de soja é o mais indicado para uso., indicando a qualidade dos óleos avaliados.

Palavras-chave: óleos vegetais; vida de prateleira; estabilidade oxidativa; qualidade; armazenamento.

ABSTRACT

Whereas one of the main causes of food feeding, leading to the loss of organoleptic quality and reduction of their nutritional quality, is the transmission reaction that occurs in oils and vitamins and fatty foods in general. And knowing that there are few studies that aim to delve into the real oxidative process of edible oils during the storage period, the present work evaluates the physicochemical properties of refined edible oils packaged in PET bottles, sold in Campo Mourão-PR, for a period of three months in a heated oven with forced air circulation to accelerate shelf life, with the aim of obtaining information that may help in better storage and shelf life. Presenting the experimental results of acidity measurements of commercial vegetables, as well as peroxide, soaps, relative density, iodine method by Wijs, moisture, insoluble impurities, color and aspect, smoke point. For this purpose, commercial samples of refined soy, canola and corn grains were evaluated. According to the results obtained, it was possible to verify that the parameters of refined vegetable oil from soy, canola and corn, determined by the tests of acidity index, soaps, peroxide and iodine indexes, relative density, color, aspects, moisture content and smoke point, have protected values when compared to the specifications determined by Brazilian legislation, with the exception of peroxides and aspects, which showed significant differences during the analysis period. Proving that soybean oil is the most suitable for use, indicating the quality of the evaluated oils.

Keywords: vegetable oils; shelf life; oxidative stability; quality; processing.

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	9
2	OBJETIVOS	11
2.1	Objetivo Geral	11
2.2	Objetivos Específicos	11
3	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	12
3.1	Óleos Vegetais	12
3.1.1	Óleo de soja	13
3.1.2	Óleo de canola	14
3.1.3	Óleo de milho	14
3.2	Índice de acidez ou ácidos graxos livres	15
3.3	Índice de peróxido	16
3.4	Índice de saponificação	16
3.5	Determinação da densidade relativa	17
3.6	Índice de iodo método de Wijs	17
3.7	Determinação de umidade e material volátil	17
3.8	Determinação de impurezas insolúveis em éter	18
3.9	Ponto de fumaça	18
4	METODOLOGIA	20
4.1	Preparação das amostras	20
4.2	Índice de acidez	20
4.2.1	Aparelhos e utensílios	20
4.2.2	Reagentes	20
4.2.3	Determinação de acidez	21
4.3	Índice de peróxido	22
4.3.1	Aparelhos e utensílios	22
4.3.2	Regentes	23
4.3.3	Determinação de peróxidos	23
4.4	Índice de sabões	24
4.4.1	Aparelhos e utensílios	24
4.4.2	Reagentes	25
4.5	Determinação de sabões	25
4.6	Densidade relativa	26

4.6.1	Aparelhos e utensílios	26
4.6.2	Determinação da densidade.....	27
4.7	Índice de iodo método de Wijs	28
4.7.1	Aparelhos e utensílios	28
4.7.2	Reagentes	28
4.7.3	Determinação do índice de iodo	29
4.8	Determinação de umidade e material volátil	30
4.8.1	Aparelhos e utensílios	30
4.8.2	Determinação da umidade	31
4.9	Impurezas insolúveis em éter	32
4.10	Cor e aspectos.....	33
4.10.1	Aparelhos e utensílios	33
4.10.2	Determinação da cor	33
4.10.3	Aspectos.....	34
4.11	Ponto de fumaça.....	35
4.11.1	Aparelhos e utensílios	35
4.11.2	Determinação do ponto de fumaça.....	35
5	RESULTADOS E DISCUSSÕES	37
5.1	Índice de acidez.....	40
5.2	Índice de peróxido.....	41
5.3	Sabões.....	43
5.4	Determinação da densidade relativa	43
5.5	Índice de iodo método de Wijs	44
5.6	Determinação de umidade e material volátil	45
5.7	Determinação de impurezas insolúveis em éter.....	46
5.8	Determinação de cor e aspectos.....	46
5.9	Ponto de fumaça.....	48
6	CONSIDERAÇÕES FINAIS	50
	REFERÊNCIAS.....	51

1 INTRODUÇÃO

O Brasil é o único país no mundo que classifica os óleos vegetais refinados por tipos de qualidade, ao passo que nos outros países a classificação dos mesmos é feita em único tipo, tendo como referência mundial os parâmetros do Codex Alimentarius (VICARI, 2013).

Destacando-se as aplicações em derivados alimentícios, tem-se verificado um crescente aumento na demanda de mercado em relação a óleos vegetais das mais variadas fontes naturais.

De acordo com o Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento (MAPA, 2006), os óleos vegetais refinados são classificados em tipo 1 e tipo 2 quanto às análises de acidez, ponto de fumaça e índice de peróxido. As demais características de qualidade, impurezas insolúveis em éter de petróleo, umidade e matéria volátil, sabões, aspecto a 25°C, odor, sabor e cor, não são tipificadas.

Por ser um produto destinado ao consumo humano, a ANVISA também regulamenta a identidade e qualidade dos óleos vegetais. A regulamentação da ANVISA está baseada no Codex Alimentarius, através da resolução RDC nº 481, de 15 de março de 2021 que trata dos padrões de identidade e qualidade, visando a segurança alimentar da população (BRASIL, 2021; VICARI, 2013).

De acordo com o Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento (MAPA, 2006) a diferença mais significativa entre as duas legislações está no limite do índice de peróxido, cujo valor é de no máximo $10 \text{ mEq} \cdot \text{kg}^{-1}$ de acordo com a ANVISA (Brasil, 2006), enquanto pelo MAPA pode variar entre $2,5 \text{ mEq} \cdot \text{kg}^{-1}$ para o tipo 1 e de $2,5$ a $5,0 \text{ mEq} \cdot \text{kg}^{-1}$ para o tipo 2. Já na análise do índice de acidez, a ANVISA estabelece $0,6 \text{ mg KOH} \cdot \text{g}^{-1}$, ao passo que o MAPA, define de até $0,20 \text{ mg KOH} \cdot \text{g}^{-1}$ para o tipo 1 e entre $0,20$ e $0,60 \text{ mg KOH} \cdot \text{g}^{-1}$ para o tipo 2 (BRASIL, 2006).

Por fim, a ANVISA preconiza um valor de 0,2% de umidade e matéria volátil, enquanto no MAPA o valor é de no máximo 0,1%. No Brasil, as indústrias produtoras de óleos vegetais, devem atender a legislação do Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento (BRASIL 2005; BRASIL, 2006).

Segundo a Instrução Normativa nº 49 de 22 de dezembro de 2006 (BRASIL, 2006), prazo de validade é intervalo de tempo compreendido entre um termo inicial e um termo final, declarado pelas empresas produtoras como o período propício para o consumo do alimento, em função das garantias de sua conservação oferecidas pelas

técnicas de industrialização por elas aplicadas e do risco de se encontrarem em condições inadequadas de conservação, de preservação de suas propriedades nutritivas e de impor agravos à saúde da população, antes de serem adquiridos. No Brasil, dependendo da empresa produtora, os prazos de validade estabelecidos para os óleos vegetais podem variar entre seis e doze meses (BRASIL, 2006; FUENTES, 2011).

Neste contexto, o presente trabalho apresenta os resultados experimentais de medidas de acidez, peróxido, sabões, densidade relativa, iodo pelo método Wijs, umidade, impurezas insolúveis, cor e aspecto e, ponto de fumaça de óleos vegetais refinados comerciais de soja, canola e milho.

OBJETIVOS

1.1 Objetivo Geral

O objetivo geral deste trabalho foi avaliar as propriedades físico-químicas de óleos refinados comestíveis e comercializados na cidade de Campo Mourão- Paraná.

1.2 Objetivos Específicos

- Realizar as análises: índice de acidez, análise de sabões, cor, peróxido, índice de iodo, ponto de fumaça, Impurezas em éter de petróleo, aspectos e umidade e material volátil e densidade das amostras adquiridas do comércio local.

- Comparar os resultados nos diferentes tempos de acompanhamento (dias 1, 15, 30, 45, 60, 75 e 90) em processo acelerado com a normativa vigente.

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 Óleos Vegetais

Segundo a resolução RDC nº 481 da ANVISA, são denominados óleos vegetais, os produtos constituídos principalmente de glicerídeos de ácidos graxos das mais variadas espécies de vegetais. Possuem majoritariamente em sua composição triglicerídeos (triacilgliceróis), com quantidades que geralmente ultrapassam os 95%. Os fosfolípidios e constituintes insaponificáveis ocorrem como componentes minoritários (cerca de 2% em óleos vegetais não refinados), podendo ser removidos parcial ou completamente durante o refino (BRASIL, 2021, GUNSTONE, 2004; O'BRIEN, 2003).

Ainda que em pequenas quantidades, além dos constituintes anteriormente citados, existem os diacilgliceróis, monoacilgliceróis e ácidos graxos livres, que podem ser resultado de biossínteses incompletas de triglicerídeos em sementes imaturas e/ou lipólise pós-colheita (GUNSTONE, 2004).

A escolha dos termos óleo e gordura é baseada no estado físico do material em temperatura ambiente. Os óleos vegetais, geralmente, são apresentados, em temperatura ambiente, na forma líquida. Enquanto as gorduras vegetais se apresentam na forma pastosa ou sólida (GUNSTONE, 2008; O'BRIEN, 2003).

A obtenção da grande maioria dos óleos vegetais é feita a partir de sementes de grãos fornecedores de duas commodities valiosas: óleos não voláteis e alimentos ricos em proteína.

A extração do óleo pode ser realizada a partir das sementes ou grãos, através de dois métodos, a prensagem a frio e a extração com hexano. Um exemplo de óleo extraído da semente por prensagem da polpa são os óleos de dendê e de oliva (GUNSTONE, 2011).

Cada óleo e gordura recebe uma faixa de valores para parâmetros físicos, químicos e composicionais pelos quais são reconhecidos e a nomenclatura dos óleos e gorduras é dada de acordo com a fonte biológica, como por exemplo, óleo de soja.

Os indicadores de qualidade incluem índice de acidez (medida de ácidos graxos livres), índice de peróxido (índice de qualidade, medida da deterioração oxidativa), índice de iodo (medida do grau de insaturação), índice de saponificação

(indicativo do comprimento médio das cadeias acíclicas), índice de acetila (medida dos grupos hidroxila livres). Os parâmetros de composição em ácidos graxos, composição em triacilgliceróis e componentes minoritários, como grupos ou compostos individuais (GUNSTONE, 2004) também são importantes parâmetros de qualidade. De forma complementar, as propriedades físicas incluem densidade, índice de refração e viscosidade, medidas de fusão (de sólido).

2.1.1 Óleo de soja

A soja [*Glycine max* (L.) Merr.] é uma leguminosa cultivada na China por cerca de 5000 anos. Possuindo em torno de 35% de proteína, a semente de *Glycine max* é muito utilizada em alimentos para humanos e como proteína predominante na alimentação animal (GUNSTONE, 2005).

O óleo proveniente das sementes de soja, com teor de aproximadamente 18%, é de altíssima qualidade. Além dos componentes menores que podem ser recuperados durante o processo de refino, a caracterização do óleo se dá pela riqueza em ácidos graxos insaturados (aproximadamente 85% do total), mais especificamente ácido palmítico (variação entre 7 e 14%), ácido oleico (faixa de 19 e 30%), ácido linoleico (entre 44 e 62%) e ácido linolênico (entre 4 e 11%). Existem ainda os fosfolípidios recuperados como esteróis mistos e lecitina, que servem como matéria-prima para a produção de produtos farmacêuticos valiosos, além dos tocoferóis (vitamina E) (GUNSTONE, 2005). A composição e o teor de cada ácido graxo do óleo de soja podem ser afetados pelas diferenças de variedade e pelos vários fatores geográficos e do meio ambiente, principalmente das condições climáticas (HAMMOND *et al.*, 2005).

O teor elevado de ácidos graxos insaturados e o teor relativamente elevado de ácido linolênico, torna o óleo de soja muito suscetível às reações de oxidação. Por este motivo, o óleo geralmente é submetido ao processo de hidrogenação antes de ser usado como óleo para fritura ou como óleo para salada. Ele é mais extensivamente hidrogenado quando o objetivo é a produção de margarinas e gorduras de cozinha (GUNSTONE, 2005). O óleo de soja é produzido em maior quantidade do que qualquer outro óleo vegetal. É cultivada principalmente nos Estados Unidos, Brasil,

Argentina e China. O Brasil é o segundo maior produtor e exportador mundial de soja em grão, farelo e óleo de soja (ABIOVE, 2011a).

2.1.2 Óleo de canola

Obtidas por modificação genética das espécies *Brassica napus* e *Brassica rapa (campestris)*, o nome canola derivou-se da sigla Canadian Oil Low Acid. Caracterizadas pelo baixo teor de ácido erúico e glucosinolatos, as cultivares de canola são diferentes em relação ao óleo de colza nas características físico-químicas e propriedades nutricionais (PRZYBYLSKI *et al.*, 2005). O único cultivo oleaginoso adaptado para as regiões temperadas é da canola, podendo ser germinado e cultivado em temperaturas mais baixas, possibilitando seu crescimento em regiões de maiores altitudes e mais frias.

No Brasil, os grãos de canola produzidos, contém de 24 a 27% de proteína e em média 38% de óleo. Além de óleo usado para consumo humano ou para produção de biodiesel, o farelo é extraído, que possui de 34 a 38% de proteínas, sendo excelente suplemento proteico na formulação de rações para bovinos, suínos, ovinos e aves (EMBRAPA, 2011 a).

2.1.3 Óleo de milho

Segundo a EMBRAPA (2011b), um dos principais cereais cultivados no mundo é o milho (*Zea mays* L.) e o Brasil se encontra na terceira posição mundial de produção (6 a 7% da produção mundial). O Rio Grande do Sul é o segundo estado com maior área plantada de milho.

Caracterizado como alimento energético por ser rico em carboidratos, essencialmente amido, este corresponde, em média, a 72% dos grãos. Porém outros importantes nutrientes estão presentes, como os lipídios e as fibras dietéticas, que constituem 4,5 e 2,0% dos grãos, respectivamente (EMBRAPA, 2011 b).

Moreau (2005) afirma que o gérmen de milho apresenta elevado valor nutricional e propriedades sensoriais desejáveis como um leve sabor de noz. É rico em óleo (> 30%), sendo a fonte de todo o óleo de milho comercial, portanto o óleo de milho poderia ser denominado "óleo de gérmen de milho".

Os ácidos palmíticos (9-17%), oleico (20-42%) e linoleico (39-63%) são os principais ácidos graxos constituintes do óleo de milho. O óleo apresenta boa estabilidade oxidativa, apesar da alta insaturação, devido aos elevados níveis de compostos insaponificáveis, incluindo os fitosteróis e tocoferóis. O óleo refinado de milho é comumente empregado em frituras, óleo para salada e, parcialmente hidrogenado, na produção de margarinas (GUNSTONE, 2005; MOREAU, 2005).

2.2 Índice de acidez ou ácidos graxos livres

Segundo Lutz (2008), as condições conservação de todos os óleos podem ser de observadas a partir do cálculo dos índices de acidez, sendo estes de significante importância. A concentração dos íons de hidrogênio é na maioria das vezes alterada, seja por hidrólise, oxidação ou fermentação que iram provocar uma ação de decomposição. Quando o óleo é exposto a luz e elevada temperatura causa sua rancidez, devido a degeneração dos glicerídeos e geralmente liberando ácidos graxos livres. Esses são habitualmente demonstrados em termos de índice de acidez, assim como em ml de solução normal por cento ou até mesmo em grama do componente ácido principal, normalmente o ácido oleico. Tratando-se dos regulamentos técnicos, estes normalmente utilizam esta última forma de expressar a acidez (LUTZ, 2008).

O índice de acidez de um lipídeo é definido como o número de mg de hidróxido de sódio necessário para neutralizar um grama da amostra. O método é aplicável a óleos brutos e refinados, vegetais e animais, e gorduras animais. Podendo ser expressos em termos de ácidos graxos livres (AGL), uma vez que consiste na porcentagem em massa dos grupos ácidos livres presentes na amostra. Em situações que para óleos e gorduras em que o valor de AGL for atribuído apenas aos ácidos graxos, desconsiderando a influência de outros grupamentos ácidos como fosfatos ácidos e aminoácidos, um fator de conversão pode ser utilizado para converter AGL em índice de acidez. Sendo este fator de conversão, específico para cada ácido graxo, e é escolhido o fator referente ao principal componente ácido da amostra (CUPPETT, 2001).

2.3 Índice de peróxido

O índice de peróxido tem como objetivo determinar os hidroperóxidos, produtos primários da oxidação, em miliequivalentes de peróxido por grama de amostra, que provocam a oxidação do iodeto de potássio nas condições do teste (AOCS, 2004). Segundo Hammond *et al.* (2005), a presença destes compostos indica o início da deterioração das amostras de óleos e gorduras. A oxidação lipídica é responsável por pela formação contínua de hidroperóxidos como produtos primários da oxidação que podem realizar a quebra em uma variedade de produtos não voláteis e voláteis secundários. A taxa de decomposição durante o estágio inicial da oxidação é superada pela taxa de formação dos hidroperóxidos, sendo revertido em estágios posteriores. De acordo com Shahidi e Zhong (2005), este índice é responsável por indicar o estágio inicial de alterações oxidativas, podendo se verificar em qual fase o lipídio se encontra, aumentando ou diminuindo a concentração de hidroperóxidos monitorados em função do tempo.

Esse método pode ser usado para qualquer tipo de óleo e gordura, até mesmo margarina e creme vegetal, entretanto é sensível e, dessa forma, mudanças no procedimento do teste pode alterar o resultado da análise (LUTZ, 2008).

2.4 Índice de saponificação

O índice de saponificação é a quantidade de álcali necessária para saponificar uma quantidade definida de lipídeo em dada amostra, podendo ser aplicável a todo e qualquer espécie de óleo e gordura, expressando o número de miligramas de hidróxido de potássio (KOH) necessário para saponificar um grama de amostra (Lutz, 2008).

É um indicativo do tamanho relativo das cadeias hidrocarbônicas dos ácidos graxos existentes no sistema, de forma que quanto maior o índice de saponificação menor o tamanho da cadeia, logo, o peso molecular do ácido graxo. É expresso em miligramas de hidróxido de potássio (KOH) por grama de amostra (CUPPETT, 2001)

2.5 Determinação da densidade relativa

Todos os óleos e gorduras líquidas podem ter a densidade encontrada. Os alimentos em estado líquido são os mais comuns de se realizar a determinação de densidade. Os picnômetros e densímetros convencionais e digitais são alguns dos equipamentos mais utilizados para medir a densidade. Os picnômetros são projetados e graduados permitindo que apresente resultados exatos, admitindo a pesagem de volumes precisamente iguais de líquidos, a determinada temperatura. Este método determina a razão da massa da amostra com relação à da água por unidade de volume a 25°C (LUTZ, 2008).

2.6 Índice de iodo método de Wijs

O índice de iodo é a medida do grau de instauração dos ácidos graxos presentes em um sistema. É expresso em termos do número de centigramas de iodo absorvido por grama da amostra (% iodo absorvido). O método de Wijs é aplicável a todos os óleos e gorduras que não contenham ligações duplas conjugadas. Cada óleo possui um intervalo característico do valor do índice de iodo. A fixação do iodo ou de outros halogênios se dá nas ligações etilênicas dos ácidos graxos (LUTZ, 2008).

O método utilizado neste trabalho foi o direto de Wijs, que é um dos mais utilizados na determinação direta do índice de iodo e aplicável a todos os óleos e gorduras que não possuam ligações duplas conjugadas (INSTITUTO ADOLFO LUTZ, 2008).

2.7 Determinação de umidade e material volátil

A determinação da umidade e matéria volátil é um dos parâmetros legais para a avaliação da qualidade de óleos e gorduras, sendo realizada por aquecimento direto a 105°C (LUTZ, 2008).

A água presente nos alimentos pode ser encontrada nas formas ligada e livre. A água ligada, conhecida também como de constituição ou estruturada, é encontrada nos alimentos como água de cristalização, uma vez que é absorvida na superfície das moléculas coloidais ou ligada às moléculas de proteínas e carboidratos. Enquanto a água livre, comumente chamada de absorvida, é a forma predominante e não se

apresenta ligada a nenhuma estrutura molecular no interior da célula, ou seja, é encontrada em estado livre e é relativamente fácil de ser eliminada e determinada pela maioria dos métodos para a determinação da porcentagem de umidade (MORETTO *et al.*, 2002).

Para os óleos, gorduras e sementes oleaginosas, um dos parâmetros mais importantes é a umidade, uma vez que é conhecido que a estabilidade desses alimentos reduz com a elevação do teor de umidade (KAIJSER *et al.*, 2000). Baseado na determinação da perda de peso da amostra submetida ao aquecimento a 105°C até que se obtenha peso constante, o método gravimétrico está entre os métodos mais utilizados (AOCS, 2004).

2.8 Determinação de impurezas insolúveis em éter

Segundo Ribeiro (2016) as impurezas insolúveis em éter são um dos parâmetros que determinam a qualidade dos óleos e gorduras. Denominadas substâncias ou impurezas insolúveis, são impurezas totais com exceção das substâncias voláteis que são insolúveis em éter de petróleo e que acabam por ser deixadas no óleo como resultado de processos incompletos ou má produção durante o processo de produção. Geralmente são substâncias como ácidos graxos oxidados, areia e solo, substâncias nitrogenadas, substâncias minerais e carboidratos, podendo conter também resina ou uma porção de cálcio ou alcalino.

Este método, aplicável para todos os tipos de gorduras e óleos, determina sujidades e/ou outras substâncias estranhas insolúveis em éter de petróleo (LUTZ, 2008).

2.9 Ponto de fumaça

O ponto de fumaça é a faixa de temperatura em que se inicia a decomposição por ação do calor, com desidratação do glicerol e produção de acroleína e hidrocarbonetos aromáticos policíclicos, produtos da combustão dos triglicerídeos (DOMENE, 2014). O refino do óleo elimina aldeídos e cetonas naturalmente presentes, quando da sua extração dos grãos de origem (comumente soja, milho, arroz, girassol, entre outros). Esses compostos conferem forte odor e cor aos óleos e

contribuem para diminuir o ponto de fumaça. Após o refino, o óleo vegetal tem seu ponto de fumaça elevado, que ocorre em temperaturas superiores a 201°C. Isso assegura a produção de alimentos de qualidade com frituras que empregam entre 180°C e 190°C. O óleo de soja (240°C), canola (233°C) e misto (220°C) são os que apresentam maior temperatura até o aparecimento do ponto de fumaça (DOMENE, 2014).

O ponto de fumaça é um método que faz referência ao teor de ácidos graxos livres presentes no óleo, que são notavelmente mais voláteis que os glicerídeos. O valor de ponto de fumaça para todos os óleos vegetais que possuem uma composição em ácidos graxos similares, geralmente é próximo. A temperatura de fumaça é um dado importante no processo de fritura no qual o óleo é submetido a altas temperaturas (AOCS, 2004).

3 METODOLOGIA

3.1 Preparação das amostras

Amostras de óleos de diferentes fontes vegetais e marcas foram analisadas neste estudo: óleo de soja, óleo de canola e óleo de milho. Sendo duas amostras da mesma marca de cada tipo de óleo, com mesma data de vencimento e lote.

Todas as amostras comerciais foram adquiridas no município de Campo Mourão-PR e analisadas em triplicata.

As amostras foram acondicionadas por um período de três meses em estufa aquecida, com temperatura entre 20 e 23°C, e com circulação de ar forçado para acelerar a vida de prateleira, com o objetivo de obter informações que possam auxiliar na definição das melhores condições de armazenamento e tempo de validade.

3.2 Índice de acidez

3.2.1 Aparelhos e utensílios

- Chapa aquecedora;
- Balança analítica com precisão de 0,1 mg;
- Bureta digital;
- Erlenmeyer de 250 mL e 500 mL.

3.2.2 Reagentes

- Álcool etílico 95%;
- Solução de Fenolftaleína
- Solução de Hidróxido de Sódio 0,1 M
- Solução de Hidróxido de Sódio 0,25 M

3.2.3 Determinação de acidez

Colocou-se 150 mL de álcool etílico 95% em um Erlenmeyer de 500 mL e levou-se à chapa aquecedora até ferver. O Erlenmeyer de 250 mL foi levado à balança e adicionou-se 56,4 g de amostra e anotou-se o peso (Pa).

O fluxograma com a metodologia para determinação do índice de acidez está apresentado na Figura 1. Adicionou-se 2,0 mL de solução fenolftaleína ao álcool aquecido e acrescentou-se a solução de hidróxido de sódio (NaOH) 0,1M, até a coloração rosa permanente (neutralização do álcool). No erlenmeyer com amostra, acrescentou-se 2 mL de solução de fenolftaleína, e 50 mL de álcool aquecido neutralizado. A titulação foi realizada com a solução de hidróxido de ódio 0,1 M, até a coloração rosa permanente, de mesma intensidade que o álcool neutralizado (a cor deve persistir por 30 segundos) e anotou-se o volume da solução de hidróxido de sódio gasta (V). A porcentagem de ácidos graxos livres na maioria das gorduras é calculada em termos de ácido oleico conforme a equação 1 (FARHOSH; EINAFSHAR; SHARAYEI, 2009).

$$\%Acidez\ graxos\ livre = \frac{V \times M \times 28,2}{Pa} \quad (1)$$

Onde:

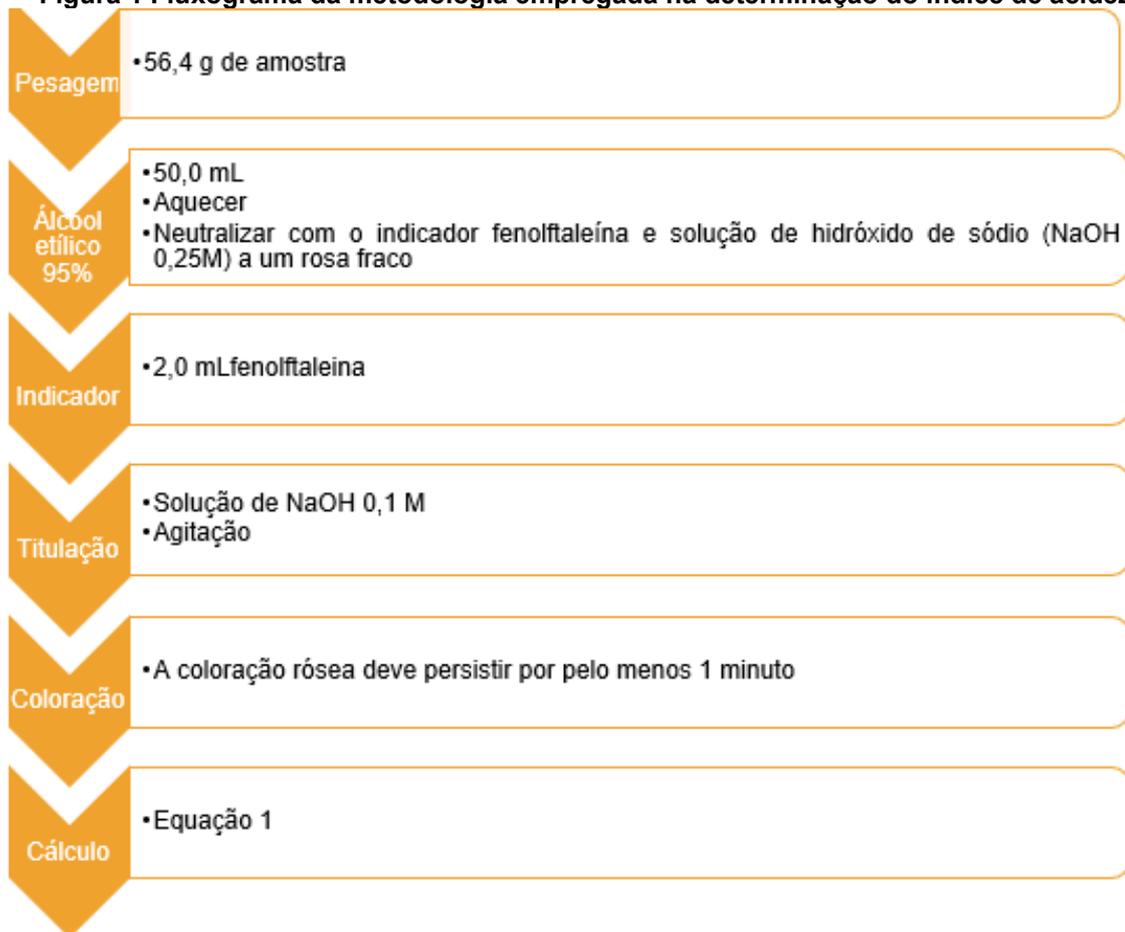
V= Volume, em mL de Hidróxido de Sódio gastos na titulação;

M= Molaridade da solução de Hidróxido de Sódio;

28,2= Fator para se ter em % de Ácido Oleico;

Pa= Peso da amostra.

Figura 1 Fluxograma da metodologia empregada na determinação do índice de acidez



Fonte: Autoria própria (2023).

3.3 Índice de peróxido

3.3.1 Aparelhos e utensílios

- Erlenmeyer de 250 mL, esmerilado com tampa de vidro ou propileno;
- Temporizador;
- Balança analítica com precisão de 0,1 mg;
- Espátula
- Pipeta de Pasteur
- Proveta graduada de 100 mL
- Chapa aquecedora

3.3.2 Regentes

- Solução de Ácido Acético- Isoctano
- Solução Saturada de Iodeto de Potássio
- Solução de Amido de Batata 0,5%
- Solução de Tiosulfato de Sódio 0,1 M

3.3.3 Determinação de peróxidos

O fluxograma com a metodologia para determinação do índice de peróxidos está apresentado na Figura 2. Pesou-se 5,0 g de amostra, em um frasco Erlenmeyer de 250mL, com rolha esmerilada (tampa de vidro ou polipropileno) e adicionou-se 50 mL da solução de ácido acético - isoctano. Agitou-se o frasco até que toda a amostra estivesse dissolvida. Adicionou-se 0,5 mL da solução saturada de iodeto de potássio, com auxílio de uma pipeta volumétrica. Deixou-se a solução em repouso por 1 minuto ao abrigo da luz, agitando completamente a solução pelo menos três vezes durante 1 minuto. Adicionou-se 30 mL de água deionizada. A titulação se realizou com solução de tiosulfato de sódio (0,01M) adicionando gota a gota e em constante agitação até que a coloração amarela fica próxima do desaparecimento (V). Adicionou-se 0,5 mL de solução de dodecil sulfato de sódio à 10% e 0,5 mL da solução indicadora de amido de batata 0,5%. Continuou a agitação do frasco vigorosamente até o próximo ao ponto final da titulação, onde é liberado todo o lodo da camada de isoctano. Adicionou-se o tiosulfato gota a gota até que a cor azul desapareça.

A coloração castanha é encontrada com o índice de peróxido inferior a $1\text{meq}\cdot\text{kg}^{-1}$. Em amostras com índice de Peróxido $1\text{meq}\cdot\text{kg}^{-1}$, a solução indicadora de amido, deve ser adicionado antes do início da titulação com tiosulfato gota a gota até que a cor azul desapareça.

Realizou-se uma determinação em branco dos reagentes diariamente. A titulação em branco (V_b) não deve exceder 0,1 mL da solução de tiosulfato de sódio à 0,1M. (WHITE, 2000; MORETTO *et al.*, 2002)

Calculou-se utilizando a **Equação 2**:

$$\text{Índice de Peróxido} = \frac{(V-V_b) \times M \times 1000 \text{ meq de peróxido} / 1000 \text{ g}}{P_a} \quad (2)$$

Onde:

V=volume em mL da solução de tiosulfato de sódio $0,01 \text{ mol. L}^{-1}$ gasto na titulação da amostra;

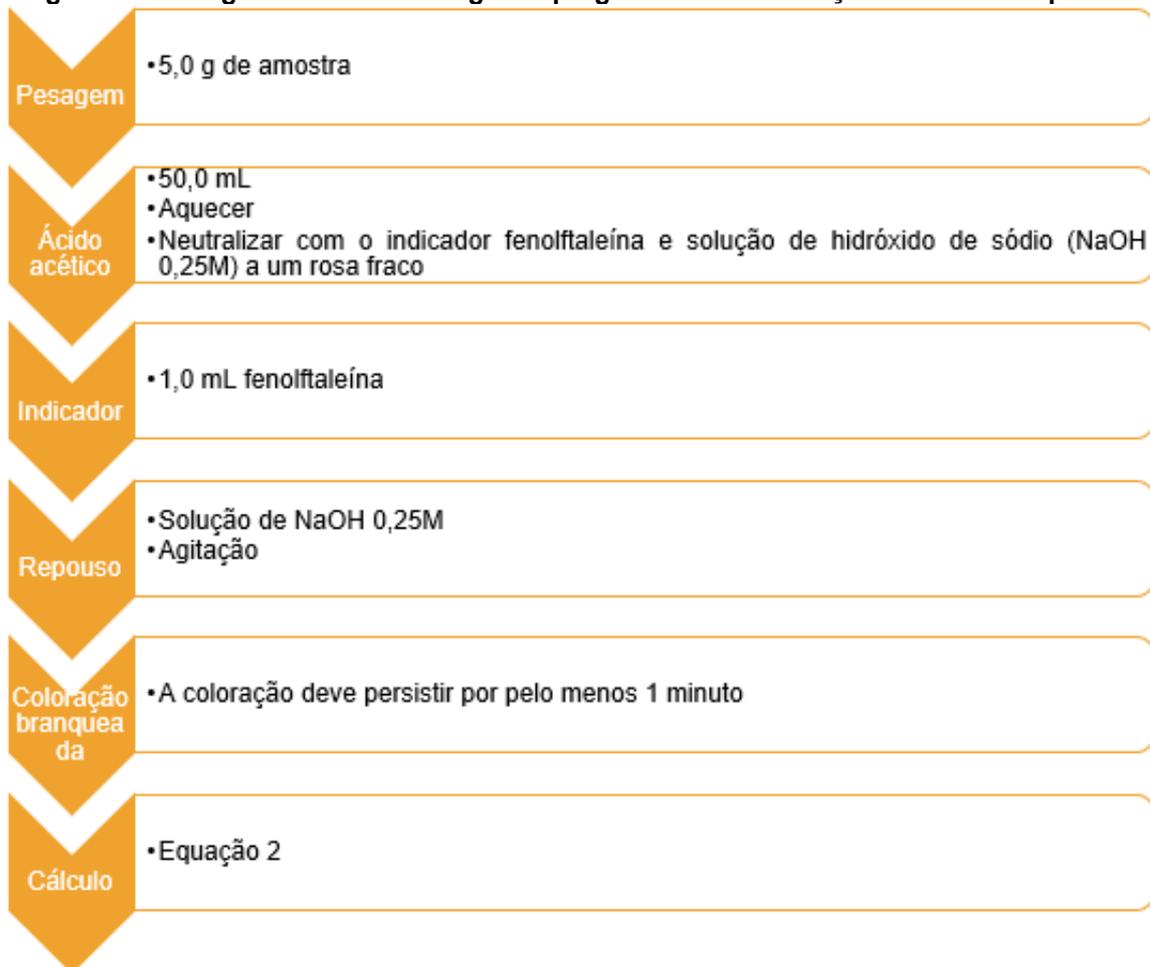
V_b = volume em mL da solução de tiosulfato de sódio $0,01 \text{ mol. L}^{-1}$ gasto na titulação da prova em branco;

M= molaridade da solução de tiosulfato de sódio

f= fator da solução de tiosulfato de sódio;

PA= peso da amostra.

Figura 2 - Fluxograma da metodologia empregada na determinação do índice de peróxido



Fonte: Autoria própria (2023).

3.4 Índice de sabões

3.4.1 Aparelhos e utensílios

- Banho Maria
- Balança analítica com precisão de 0,1 m
- Erlenmeyer de 250 a 500 mL

3.4.2 Reagentes

- Solução de Azul de Bromofenol 0,2%
- Solução de Ácido Clorídrico 0,1 M
- Solução Acetônica

3.5 Determinação de sabões

O fluxograma com a metodologia para determinação de sabões está apresentado na Figura 3. Adicionou-se aproximadamente 100 mL de solução acetônica em Erlenmeyer de 250 mL titulou-se com a solução de ácido clorídrico 0,01 M, até que a coloração se tornasse amarela. Agitando a solução suavemente, lavando as paredes do frasco.

Caso a solução acetônica mudasse a coloração de amarelo para verde, ao entrar em contato com o Erlenmeyer, titulava-se com a solução de ácido clorídrico 0,1M para a obtenção da coloração amarela. A coloração amarela indica que a solução acetônica está neutralizada.

Pesou-se 40g de amostra (Pa) Erlenmeyer, contendo a solução acetônica neutralizada. Agitando-se vigorosamente durante 30 segundo, logo após deixando em repouso até que duas camadas fossem separadas. Se houvesse sabão, a camada superior deveria apresentar coloração verde ou azul. Neste caso, se titularia com solução de ácido clorídrico 0,1 M até que a coloração voltasse à amarela, persistindo por 2 minutos.

A realização do cálculo foi feita a partir da **Equação 3**:

$$S(ppm) = \frac{V \times M \times 304000}{Pa} \quad (3)$$

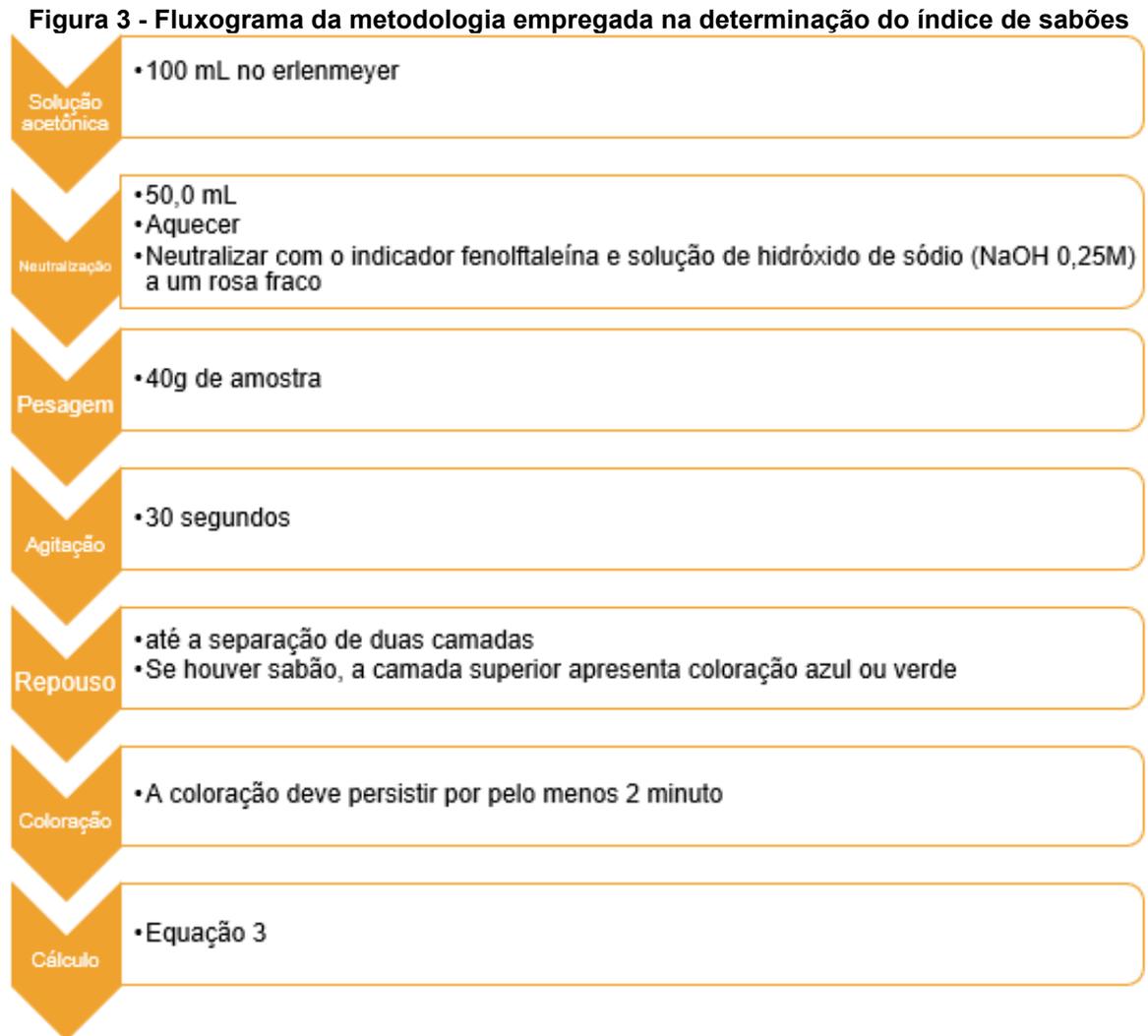
Onde:

V= Volume em mL de solução de ácido clorídrico 0,1M gasto na titulação

M= Molaridade da solução padronizada

Pa= Peso da amostra

S= Quantidade de sabões em ppm.



Fonte: Autoria própria (2023).

3.6 Densidade relativa

3.6.1 Aparelhos e utensílios

- Picnômetro com capacidade de 50 mL, braço lateral, tampa, e termômetro calibrado graduado em divisões de 0,1 °C;
- Balança analítica com precisão de 0,1 mg;

- Béquero de 250 mL.

3.6.2 Determinação da densidade

O fluxograma com a metodologia para determinação da densidade está apresentado na Figura 4. Pesou-se o picnômetro vazio com tampa e o termômetro, anotou-se o peso (M_0). Estando a amostra em temperatura ambiente, transferiu-se aproximadamente 60 mL, para um béquer de 250 mL ou em sua embalagem de origem, encaminhou-se para o banho-maria a 10°C por 3 minutos.

Em seguida, retirou-se o termômetro e adicionou-se a amostra ao picnômetro, colocou-se o termômetro, tomando cuidado para não incluir bolhas de ar.

A amostra em teste estava entre 19,9 e 20,1°C.

Deixou-se a amostra transbordar no picnômetro e foi limpo o excedente da parte superior da saída (na tampa);

Pesou-se o picnômetro com amostra entre 19,9 e 20,1°C, a tampa e o termômetro e anotou-se o peso (M_1)

A massa por unidade de volume, U_v , expressa em $g \cdot mL^{-1}$ ou $kg \cdot L^{-1}$, da gordura ou óleo a 20°C é igual a:

$$U_v = \frac{M_1 - M_0}{V} \quad (4)$$

Onde:

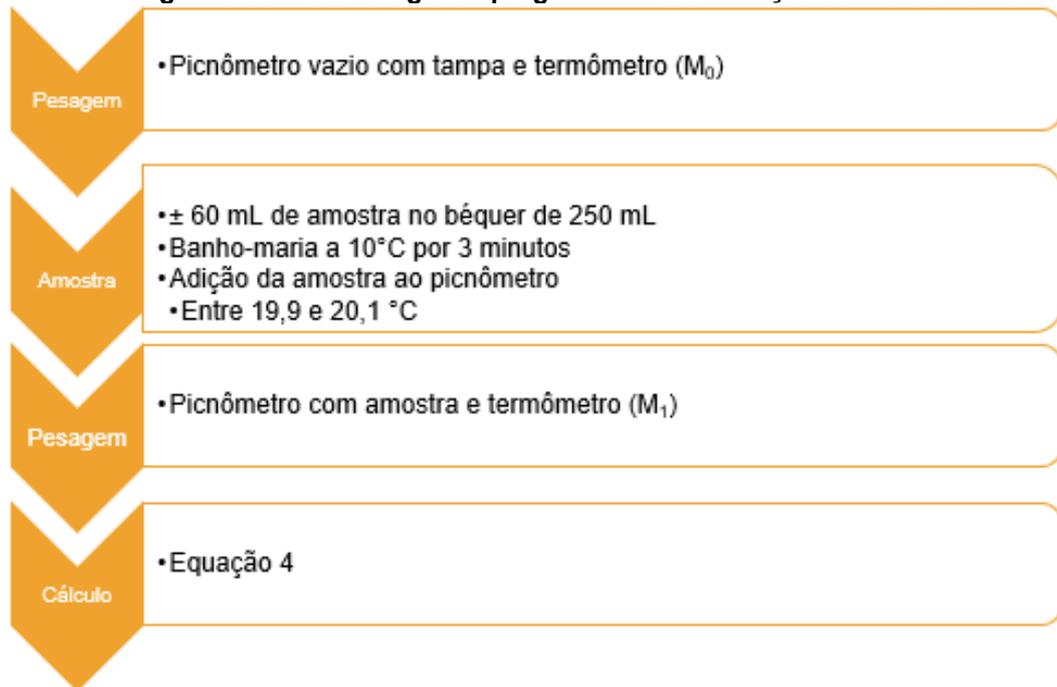
U_v = Densidade

M_1 = Massa do picnômetro preenchido com óleo em gramas

M_0 = Massa do picnômetro vazio em gramas

V = Volume em mL do picnômetro de referência Certificado de Calibração a 20°C.

Figura 4 - Fluxograma da metodologia empregada na determinação do índice de densidade



Fonte: Autoria própria (2023).

3.7 Índice de iodo método de wijs

3.7.1 Aparelhos e utensílios

- Erlenmeyer de 250 mL ou 300 mL com tampa;
- Pipeta de Pasteur;
- Dispensador volumétrico- 5 a 25mL;
- Dispensador volumétrico- 0,5 a 5mL;
- Temporizador;
- Proveta de 100 mL.
- Agitador magnético
- Placa agitadora magnética

3.7.2 Reagentes

- Solução ácido acético - ciclohexano
- Solução Wijs

- Solução iodeto de potássio 10%
- Solução tiosulfato de sódio 0,1 M
- Solução de amido de batata 0,5%

3.7.3 Determinação do índice de iodo

O fluxograma com a metodologia para determinação do índice de iodo está apresentado na Figura 5. A análise de índice de iodo foi realizada conforme AOCS Cd 1-25, onde as medidas foram realizadas em triplicata.

Pesou-se 0,250 g de amostra em frasco Erlenmeyer de 250 mL esmerilado com tampa. Em seguida, com o auxílio de um dispensador de 5 a 25 mL, adicionou-se a solução ácido acético - ciclohexano (1:1) para a dissolver a amostra. Com o auxílio de um dispensador de 5 a 25 mL ajustado em 25 mL, adicionou-se a solução de Wijs. Com o erlenmeyer tampado, homogeneizou-se e foi mantido em ambiente escuro por 1 hora, em temperatura ambiente. Acrescentou-se 20 mL de solução iodeto de Potássio 10 % com auxílio de um dispensador de 5 a 25 mL ajustado e 100 mL de água deionizada. Agitando cuidadosamente com agitador magnético, titulou-se imediatamente com tiosulfato de sódio 0,1 M até que a coloração amarela da amostra quase desapareça. Adicionou-se 1 mL da solução de amido de batata 0,5% com auxílio de dispensador de 5 mL ajustado e prosseguiu-se com a titulação até que a coloração azul/ cinza desaparecer. O cálculo se deu a partir da equação 5 (MORETTO *et al.*, 2002)

$$\text{Índice de iodo} = \frac{(Vb - Va) \times Mr \times 12,69}{Pa} \quad (5)$$

Onde:

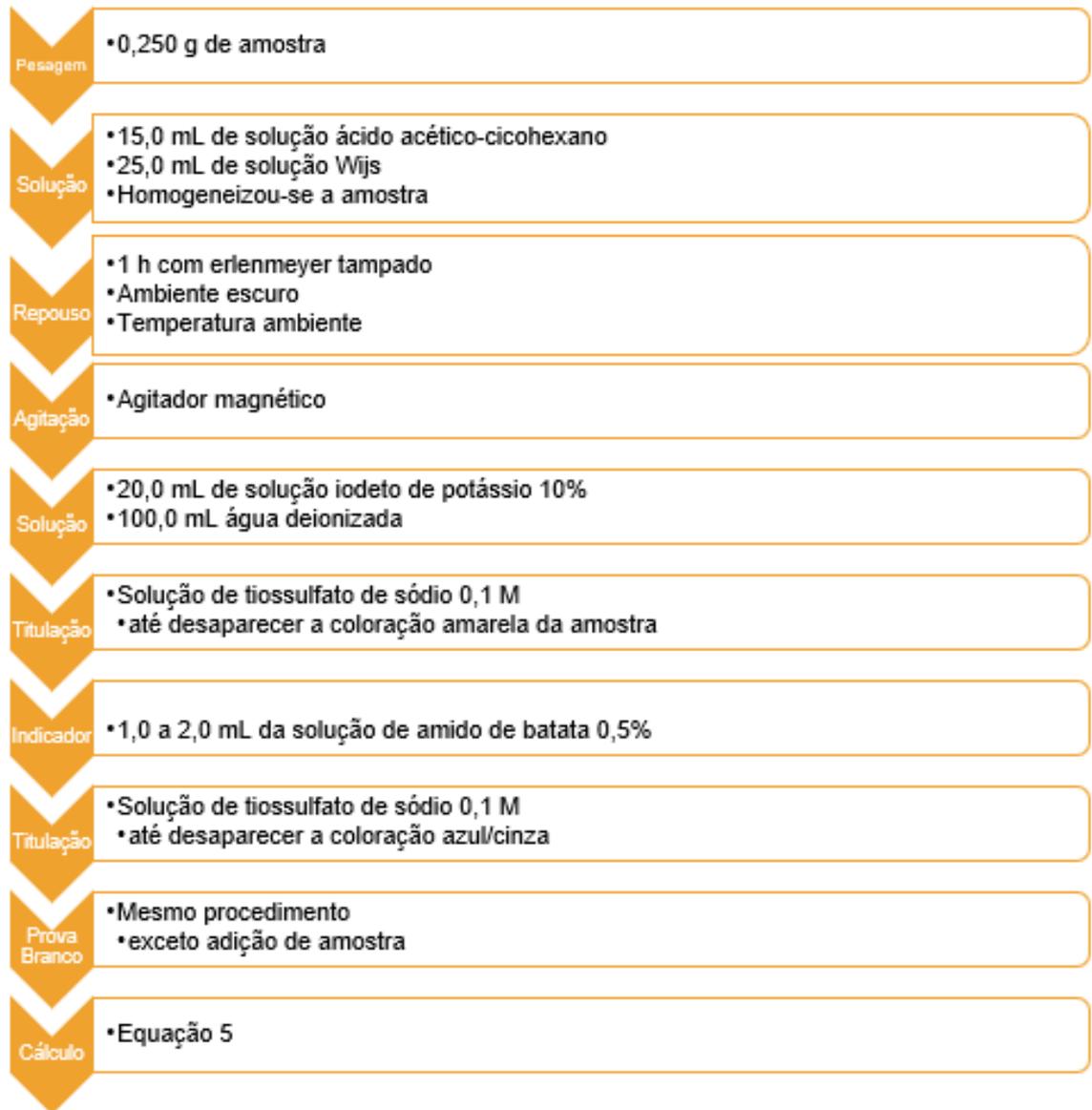
Vb = volume em mL gasto na titulação da prova em branco;

Va = volume em mL gasto na titulação da amostra;

Mr = molaridade real da solução de tiosulfato de sódio;

Pa = peso da amostra, em gramas

Figura 5 - Fluxograma da metodologia empregada na determinação do Índice de Iodo



Fonte: Autoria própria (2023).

3.8 Determinação de umidade e material volátil

3.8.1 Aparelhos e utensílios

- Estufa à 100°C±3°C e 130°C ±3°C
- Dessecador, com dessecante sílica gel
- Balança semi- analítica com precisão de 0,01 g
- Pinça (±20 cm)

- Pincel
- Cápsulas de alumínio com tampa
- Recipiente de alumínio(forma)

3.8.2 Determinação da umidade

O fluxograma com a metodologia para determinação da umidade está apresentado na Figura 6. Com auxílio de uma pinça (± 20 cm) colocou-se a cápsula de alumínio em balança analítica, tarou e pesou-se a amostra ± 5 g de amostra e anotou-se (P_a).

Em seguida tarou-se a balança, e com o auxílio da pinça, retirou-se a cápsula de alumínio com amostra, e anotou-se o peso (P_i) obtido no visor.

A amostra foi encaminhada para a estufa, com temperatura de 130°C , por 30 minutos. Transcorrido o tempo, com auxílio de pinça, retirou-se da estufa, esfriou-se em dessecador até temperatura ambiente, pesou-se e anotou-se (P_f) (AOCS, 2004; KAIJSER *et al.*, 2000). A umidade foi calculada a partir da equação 6.

$$\text{Umidade e Material Volátil} = \frac{P_f - P_i}{P_a} \times 100 \quad (6)$$

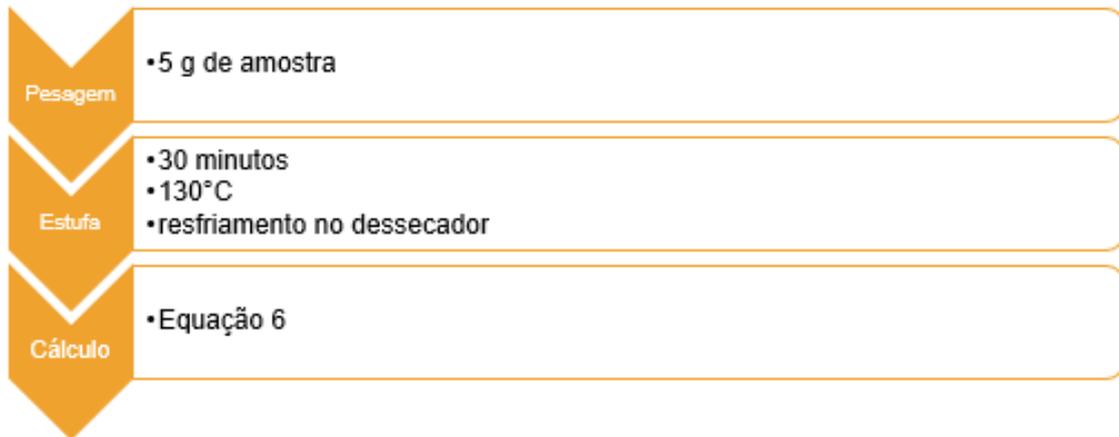
Onde:

PF = peso final da capsula após estufa;

PI = peso inicial da capsula;

PA = peso da amostra

Figura 6 - Fluxograma da metodologia empregada na determinação do teor de umidade e material volátil



Fonte: Autoria própria (2023).

3.9 Impurezas insolúveis em éter

O fluxograma com a metodologia para determinação de impurezas insolúveis em éter está apresentado na Figura 7. Pesou-se 2 g de amostra em béquer de 100 mL (PA) e levou-se a 30 minutos na estufa a 130°C, após resfriado no dessecador, foi pesado papel filtro (PI), a amostra foi adicionada 50 mL de querosene e feita 5 lavagens de 10 mL sendo filtrada eventualmente após a lavagem. Ao final foi acrescentado 15 mL de éter de petróleo e levado para estufa novamente por 30 minutos à 130°C levada para dessecador e aguardada seu resfriamento, pesada novamente obtendo-se (PF). Com os dados obtidos foi determinada a impureza.

$$\text{Impureza insolúvel em éter de petróleo} = \frac{PF-PI}{PA} \quad (7)$$

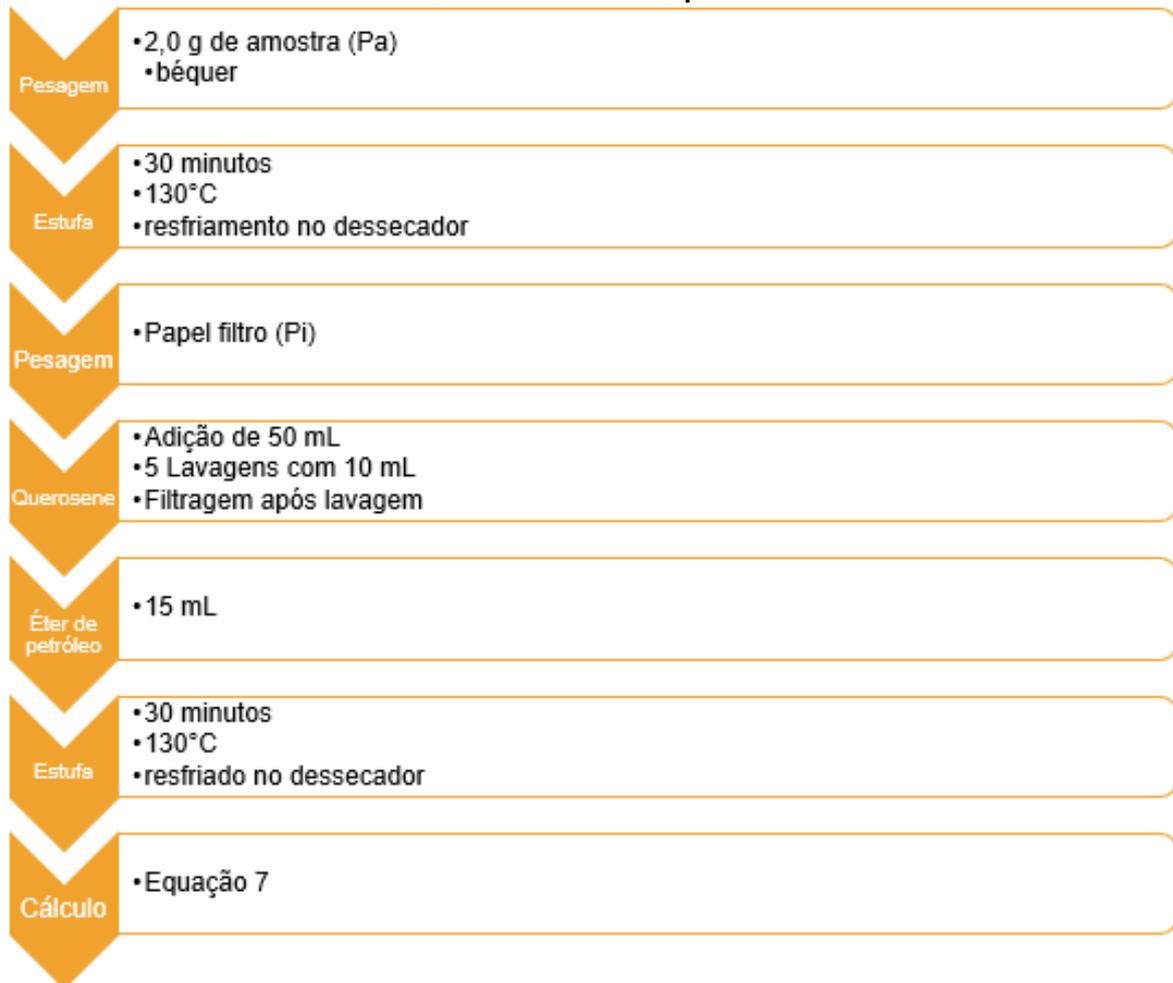
Onde:

PF = peso final do filtro após as lavagens e filtragem;

PI = peso inicial do filtro;

PA = peso da amostra.

Figura 7 - Fluxograma da metodologia empregada na determinação do teor de impurezas insolúveis em éter de petróleo



Fonte: A autoria própria (2023).

3.10 Cor e aspectos

3.10.1 Aparelhos e utensílios

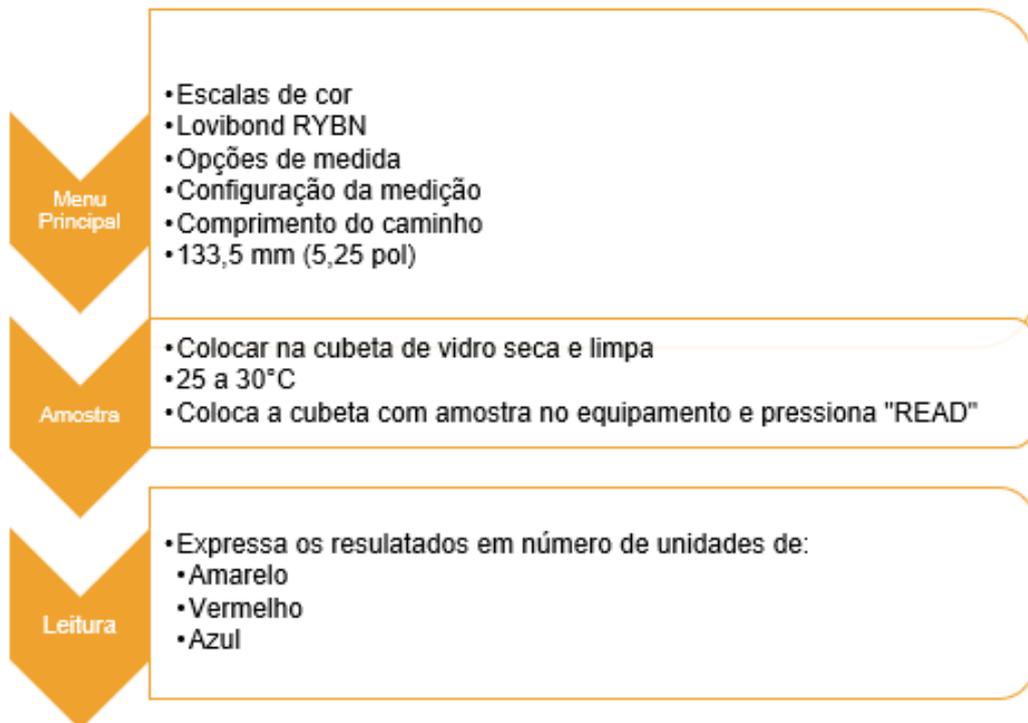
- Célula de vidro (cubeta) de 133,5 mm (5,25 pol) e 25,4 mm (1 pol)
- Colorímetro Lovibond Model PFX 880 e PFX-I
- Papel higiênico macio.

3.10.2 Determinação da cor

O fluxograma com a metodologia para determinação da cor está apresentado na Figura 8. Na tela do Lovibond “Menu Principal” a opção ESCALA DE COR ->

LOVIOBOND RYBN foi selecionada. Em seguida retornou-se ao “Menu Principal” e foi selecionado OPÇÕES DE MEDIDA -> CONFIGURAÇÕES DE MEDIÇÃO -> COMPRIMENTO DO CAMINHO, selecionando o caminho utilizado através do comprimento da cubeta, de 133,5 mm (5,25 pol.). A amostra foi colocada na cubeta, certificando-se que está se encontrava limpa e seca. Colocou-se a cubeta com a amostra no equipamento e pressionou-se “READ”, aguardando o equipamento emitir os resultados para as cores Amarelo, Vermelho e Azul., expressos em números de unidades das cores.

Figura 8 - Fluxograma da metodologia empregada na determinação da cor



Fonte: Autoria própria (2023).

3.10.3 Aspectos

Já para aspectos foi feito acompanhamento visual de sua aparência, cheiro e odor a cada 15 dias, toda vez que as amostras eram submetidas às devidas análises pelo período de 3 meses.

3.11 Ponto de fumaça

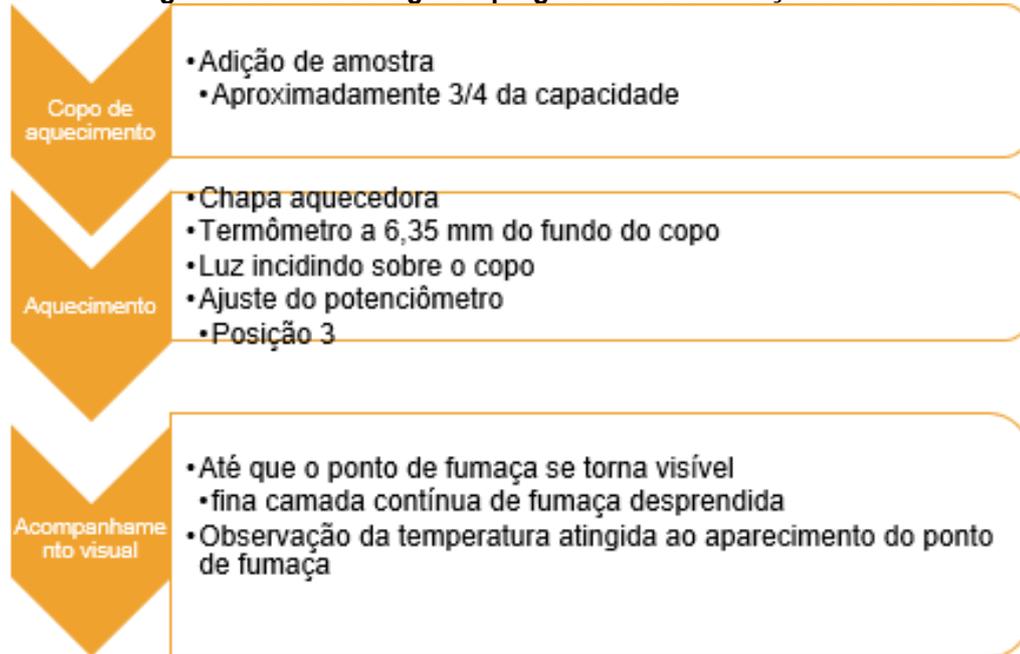
3.11.1 Aparelhos e utensílios

- Termômetro Digital;
- Gabinete: Suporte de placa com fonte de calor, e aquecedor elétrico com controle variável;
- Copo de aquecimento (cobre) 100 mL.

3.11.2 Determinação do ponto de fumaça

O fluxograma com a metodologia para determinação do ponto de fumaça está apresentado na Figura 9. Com o copo de cobre limpo e seco, isento de qualquer substância que pudesse causar fumaça, de forma que houvesse interferência no resultado, adicionou-se aproximadamente $\frac{3}{4}$ da capacidade do copo de aquecimento com o óleo a ser medido, sendo levado, posteriormente ao aquecedor e ajustando o termômetro no suporte de modo que o bulbo ficasse 6,35 mm acima do fundo do copo. A luz foi ligada e o copo ajustado de forma que a luz fosse refletida através do copo de aquecimento com a amostra.

O aquecedor foi ligado girando o potenciômetro para o final da posição 3 (Fim da terceira barra), representando 70% da velocidade de aquecimento. Visualmente, foi feito o acompanhamento até que o ponto de fumaça se tornou visível, quando se desprende uma fina camada contínua de fumaça. Ao observar o ponto de fumaça, observou-se a temperatura atingida pela amostra no termômetro, obtendo assim o resultado da análise (AOCS, 2004).

Figura 9 - Fluxograma da metodologia empregada na determinação do Ponto de Fumaça

Fonte: Autoria própria (2023).

4 RESULTADOS E DISCUSSÕES

Nas Tabelas 1, 2 e 3 podem ser observados os valores obtidos para os parâmetros de identidade [índice de iodo (II), densidade relativa(D)] e qualidade (índice de acidez (IA), índice de sabões (IS), ponto de fumaça (PF), índice de peróxido (IP), impurezas em éter de petróleo (IEP), Aspectos (A) cor e umidade(U)] avaliados quinzenalmente pelo período de três meses dos óleos de soja, milho e canola. Todas as análises foram repetidas a cada quinze dias, durante noventa dias.

Tabela 1- Parâmetros médios de identidade e qualidade avaliados nos óleos de soja estudados pelo período de 90 dias

Análise	Tempo (dias)						
	1	15	30	45	60	75	90
IA	0,061	0,074	0,076	0,077	0,08	0,09	0,1
IS	0	0	0	0	0	0	0
Cor	Am	15	19	23	25	27	30
	Ve	1,5	1,5	1,6	1,6	1,9	2
	Az	0	0	0	0	0	0
IP	0,2	1,85	3,4	4	5,1	6	6,9
II	131,28	128,29	123,83	121,58	119,2	118,6	117,9
PF	227	234	238	240	241	242	243
IEP	0	0	0	0	0	0	0
A	C	C	C	AM	AF	AF	AF
U	0	0	0,01	0,015	0,016	0,02	0,02
D	0,9183 ± 0,007	0,9173 ± 0,007	0,9170 ± 0,007	0,9162 ± 0,007	0,9160 ± 0,007	0,9156 ± 0,007	0,9145 ± 0,007

IA- Índice de Acidez (Koh*g⁻¹); KOH*g⁻¹);

Índice de Peróxido (mEq/kg);

II-Índice de Iodo;

PF- Ponto de Fumaça (°C);

IE-Impurezas em Éter de Petróleo

A- Aspecto; U- Umidade por Karl

Fisher (%);

C- Característico

AM- Amarelo Moderado

AF- Amarelo Forte com odor de oxidado

Fonte: Autoria própria (2023).

Para os índices de acidez das amostras de óleo de soja nos dias 1, 15, 30, 45, 60, 75 e 90 foram obtidos os valores de 0,061; 0,074; 0,076; 0,077; 0,08; 0,09 e 0,1 mg.KOH*g⁻¹, respectivamente, indicando que o óleo está sofrendo quebras em sua cadeia lipídica, liberando seus constituintes principais (ácidos graxos), e conseqüentemente. Não houve presença de sabões, coloração azul e de impurezas

insolúveis em nenhuma das replicatas realizadas. Os valores obtidos para o Índice de Peróxido foram de 0,2; 1,85; 3,4; 4; 5,1; 6 e 6,9 mEq*kg⁻¹ nos dias 1, 15, 30, 45, 60, 75 e 90, respectivamente, indicando presença de hidroperóxidos. Os índices de iodo apresentaram valores de 131,28 mg/KI/g no dia 1, 128,90 mg/KI/g no dia 15, 123,83 mg/KI/g no dia 30, 151,58 mg/KI/g no dia 45, 119,2 mg/KI/g no dia 60, 118 mg/KI/g no dia 75 e 117,9 mg/KI/g no dia 90. Dos dias 1 a 30 as amostras apresentaram aspectos característicos para óleo de soja, evoluindo para coloração amarela moderada no dia 45, e amarela forte com odor de oxidado do dia 60 ao 90. Nos primeiros 15 dias as amostras não apresentaram teor de umidade, com variação posterior de 0,01 a 0,02 desde o dia 30 até o fim da análise, no dia 90. A densidade apresentou variação de valores entre 0,9183 e 0,9145 g*cm⁻³ durante o período das análises.

Tabela 2- Parâmetros médios de identidade e qualidade avaliados nos óleos de canola estudados pelo período de 90 dias

Análise	Tempo em dias							
	0	15	30	45	60	75	90	
IA	0,098	0,11	0,112	0,112	0,114	0,116	0,12	
IS	0	0	0	0	0	0	0	
Cor	Am	8,7	9,8	15	20	20	24	30
	Ve	0,9	1	1,5	1,7	1,8	2	2,5
	Az	0	0	0	0	0	0	0
IP	1,32	6,69	8,63	9,01	12,48	15,6	18,72	
II	121,71	119,83	118,13	117,2	117,01	116,9	116,44	
PF	220	224	228	229	229	232	240	
IE	0	0	0	0	0	0	0	
A	C	C	C	O	O	AF	AF	
U	0	0	0,01	0,011	0,012	0,015	0,016	
D	0,9141 ± 0,007	0,9145 ± 0,007	0,9150 ± 0,007	0,9156 ± 0,007	0,9161 ± 0,007	0,9162 ± 0,007	0,9162 ± 0,007	

IA- Índice de Acidez (Koh*g⁻¹); KOH*g⁻¹;

IP- Índice de Peróxido (mEq/kg);

II-Índice de Iodo (%);

PF- Ponto de Fumaça (°C);

IE-Impurezas em Éter de Petróleo

A- Aspecto; U- Umidade por Karl

Fisher (%);

D-Densidade(g*cm⁻³)

C- Característico

AM- Amarelo Moderado

AF- Amarelo Forte com odor de oxidado

O- Odor oxidado

Fonte: Autoria própria (2023).

Para os índices de acidez das amostras de óleo de canola nos dias 1, 15, 30, 45, 60, 75 e 90 foram obtidos os valores de 0,098; 0,11; 0,112; 0,112; 0,114; 0,116; 0, e 0,12 mg.KOH*g⁻¹, respectivamente, indicando que o óleo está sofrendo quebras em sua cadeia lipídica, liberando seus constituintes principais (ácidos graxos), e conseqüentemente diminuindo sua qualidade. Não houve presença de sabões, coloração azul e de impurezas insolúveis em nenhuma das replicatas realizadas. Os valores obtidos para o Índice de Peróxido foram de 1,32; 6,69; 8,63; 9,01; 12,48; 15,6 e 18,72 mEq*kg⁻¹ nos dias 1, 15, 30, 45, 60, 75 e 90, respectivamente, apresentando oxidação. Os índices de iodo apresentaram valores de 121,71 mg/KI/g no dia 1, 119,83 mg/KI/g no dia 15, 118,13 mg/KI/g no dia 30, 117,2 mg/KI/g no dia 45, 117,01 mg/KI/g no dia 60, 116,9 mg/KI/g no dia 75 e 116,44 mg/KI/g no dia 90. Dos dias 1 a 30 as amostras apresentaram aspectos característicos para óleo de canola, apresentando odor oxidado nos dias 45 e 60, e coloração amarelo forte com odor de oxidado do dia 75 e 90. Nos primeiros 15 dias as amostras não apresentaram teor de umidade, com variação posterior de 0,01 a 0,016 desde o dia 30 até o fim da análise, no dia 90. A densidade apresentou variação de valores entre 0,9141 e 0,9162 g*cm⁻³ durante o período das análises.

Tabela 3- Parâmetros médios de identidade e qualidade avaliados nos óleos de milho estudados pelo período de 90 dias

Análise	Tempo em dias							
	0	15	30	45	60	75	90	
IA	0,138	0,139	0,156	0,158	0,159	0,168	0,17	
IS	0	0	0	0	0	0	0	
Cor	Am	9	14	23	25	26	28	32
	Ve	1,1	1,2	1,6	1,6	1,7	2	2,3
	Az	0	0	0	0	0	0	0
IP	1,2	4,29	5,75	5,9	6,7	7,02	8,6	
II	126,06	124,87	122,74	121	120,32	120,05	120	
PF	219	222	229	229	231	235	239	
IE	0	0	0	0	0	0	0	
A	C	C	C	O	AF	AF	AF	
U	0	0	0,02	0,03	0,03	0,033	0,05	
D	0,9150 ± 0,007	0,9156 ± 0,007	0,9169 ± 0,007	0,9173 ± 0,007	0,9175 ± 0,007	0,9180 ± 0,007	0,9181 ± 0,007	

IA- Índice de acidez (KOH*g⁻¹); IS- Sabões (mg/kg); IP- Índice de Peróxido (mEq/kg); II- Índice de Iodo (%); PF- Ponto de Fumaça (°C); IE- Impurezas em Éter de Petróleo (%); A- Aspecto; U- Umidade por Karl Fisher (%); D- Densidade (g*cm⁻³)
C- Característico; AM- Amarelo Moderado; AF- Amarelo Forte com odor de oxidado; O- Odor oxidado

Fonte: Autoria própria (2023).

Para os índices de acidez das amostras de óleo de milho nos dias 1, 15, 30, 45, 60, 75 e 90 foram obtidos os valores 0,138; 0,139; 0,156; 0,158; 0,159; 0,168 e 0,17 mg.KOH*g⁻¹, respectivamente, indicando que o óleo está sofrendo quebras em sua cadeia lipídica, liberando seus constituintes principais (ácidos graxos), e conseqüentemente. Não houve presença de sabões, coloração azul e de impurezas insolúveis em nenhuma das replicatas realizadas. Os valores obtidos para o Índice de Peróxido foram de 1,2; 4,29; 5,75; 5,9; 6,7; 7,02 e 8,6 mEq*kg⁻¹ nos dias 1, 15, 30, 45, 60, 75 e 90, respectivamente, concluindo que há oxidação. Os índices de iodo apresentaram valores de 126,06 mg/KI/g no dia 1, 124,87 mg/KI/g no dia 15, 122,74 mg/KI/g no dia 30, 121,0 mg/KI/g no dia 45, 120,32 mg/KI/g no dia 60, 120,05 mg/KI/g no dia 75 e 120,0 mg/KI/g no dia 90. Dos dias 1 a 30 as amostras apresentaram aspectos característicos para óleo de milho, no dia 45 o odor de oxidado foi notado, apresentando coloração amarelo forte e odor oxidado no dia 60 em diante. Nos primeiros 15 dias as amostras não apresentaram teor de umidade, com variação posterior de 0,02 a 0,05 desde o dia 30 até o fim da análise, no dia 90. A densidade apresentou variação de valores entre 0,9150 e 0,9181 g*cm⁻³ durante o período das análises.

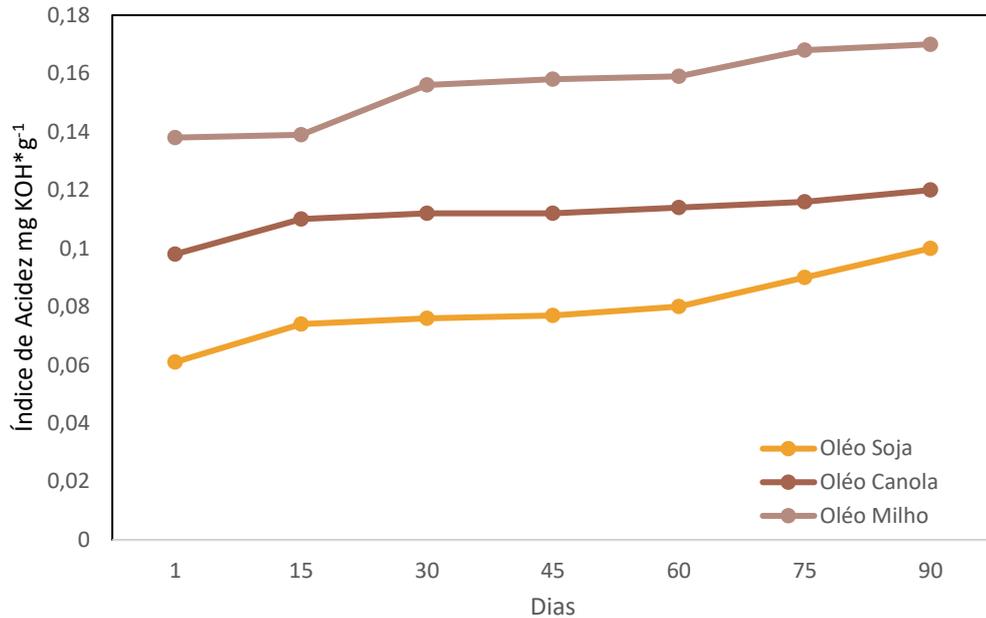
4.1 Índice de acidez

Enquanto o *Codex Alimentarius* (1999) define um valor limite máximo de 0,6 KOH*g⁻¹, os valores estabelecidos como máximo pelo MAPA (2006) são maiores que 0,2 KOH*g⁻¹. De acordo com os valores obtidos neste estudo, para os óleos de canola, soja e milho, em um período de 90 dias de armazenamento, apresentaram valores mínimos de 0,098; 0,061 e 0,138 KOH*g⁻¹; e máximos de 0,12; 0,1 e 0,17 KOH*g⁻¹, respectivamente, permanecendo dentro dos parâmetros de referência durante todo o tempo de estudo

Para Anwar *et al.* (2007) os valores obtidos em 6 meses de armazenamento de óleos de soja foram de 2,9 mg.KOH*g⁻¹ a 1,77 mg.KOH*g⁻¹. Enquanto Carvalho *et al.* (2008) notou um aumento altamente significativo do índice de acidez em óleo de soja, atingindo 0,14 mg KOH*g⁻¹ depois de transcorridos 6 meses de armazenamento.

A figura 10 apresenta os valores do índice de acidez obtida usando óleos de canola, soja e milho em um período de 90 dias de armazenamento.

Figura 10 – Comparação entre óleos referente ao índice de acidez

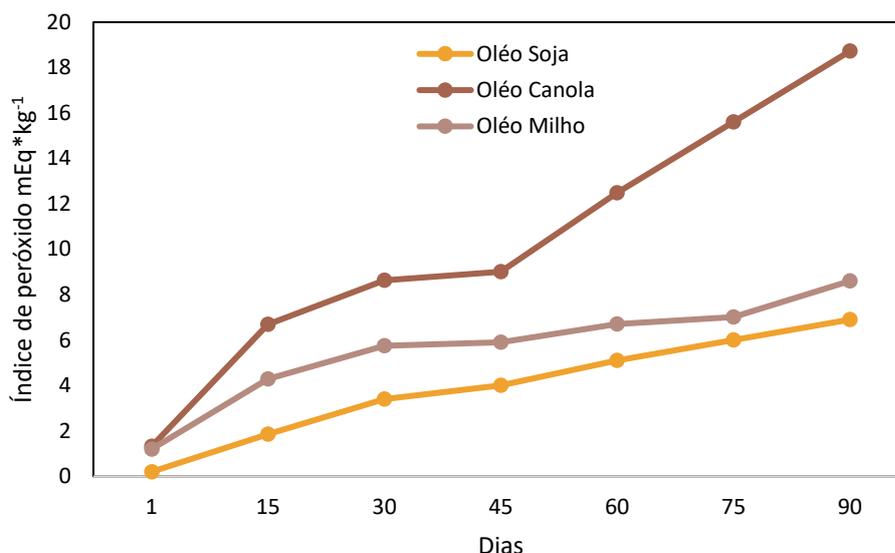


Fonte: Autoria própria (2023).

A figura acima mostra que o óleo de canola apresentou maior variação nos valores de índice de acidez, com 0,039mg KOH*g, seguido do óleo de milho com 0,032 e por fim o óleo de soja, com menor índice de acidez de 0,022. Conforme o passar dos dias, todas as amostras apresentaram aumento significativo, devido às quebras em suas cadeias lipídicas.

4.2 Índice de peróxido

O índice de peróxido é um indicador muito sensível no estado inicial da oxidação, tendo como consequência a destruição das vitaminas lipossolúveis e dos ácidos graxos essenciais, além da formação de subprodutos com sabor-odor forte e desagradável. Sabendo que os peróxidos são os primeiros compostos formados quando uma gordura deteriora, toda gordura oxidada dá resultado positivo nos testes de peróxidos. Esse índice é expresso em miliequivalentes, por kg da amostra. A Figura 11 apresenta as médias dos valores do índice de peróxido obtido usando óleos de canola, milho e soja.

Figura 11 – Comparação entre óleos referente ao índice de peróxido

Fonte: Autoria própria (2023).

Para os três óleos foi observado um aumento do índice de peróxido significativo ao longo do tempo. O óleo de canola apresentou os maiores índices de peróxido, variando de 1,32 a 18,72 mEq*kg⁻¹, por ser mais propício a ocorrer oxidação, por ser mais insaturado, seguido dos óleos de milho e soja, com variações de 1,2 a 8,6 mEq*kg⁻¹ e 0,2 a 6,9 mEq*kg⁻¹, respectivamente.

A partir deste modelo foram estimados os períodos em que cada óleo ultrapassou o limite máximo de 2,5 mEq*kg⁻¹ definido pela legislação brasileira (MAPA, 2006). Os prazos máximos estimados foram de 15 dias para as amostras de óleo de soja, dia 0 para o óleo de canola e de milho, apresentando índices médios de peróxido igual a 1,85; 1,32 e 1,2 mEq*kg⁻¹ respectivamente para os períodos citados. Chegando a 6,9; 18,72 e 8,6; respectivamente, no dia 90 de armazenamento. Segundo o Codex Alimentarius (1999), é estabelecido um máximo de 10 mEq*kg⁻¹ de índice de peróxidos para óleos e gorduras, portanto, neste caso, os óleos de soja e milho estariam dentro do limite após 90 dias de armazenamento.

Warner e Nelsen (1996) em um estudo em parceria com AOCS analisando compostos voláteis e sensoriais de óleos vegetais determinaram uma classificação para os níveis de oxidação de óleos vegetais considerando o índice de peróxido apresentado por eles. Considerando altos os níveis de oxidação entre 16 e 18 mEq*kg⁻¹, moderada oxidação com valores entre 10 e 12 mEq*kg⁻¹ e pouco oxidados para valores entre 3 e 5 mEq*kg⁻¹.

Nieblas, Burgueño e Vásques (2011), notaram que o aumento do índice de peróxido em óleo de milho, armazenado por 122 dias à temperatura ambiente de 2 para 5 mEq*kg⁻¹. Alves *et al.* (2005) e Arruda *et al.* (2006) conseguiram que após 180 dias de armazenamento atingiram índices de 2,4 e 1,7 mEq*kg⁻¹, respectivamente. Carvalho *et al.* (2008) registraram índice de peróxido de $2,5 \pm 0,3$ mEq*kg⁻¹ após 120 dias de armazenamento.

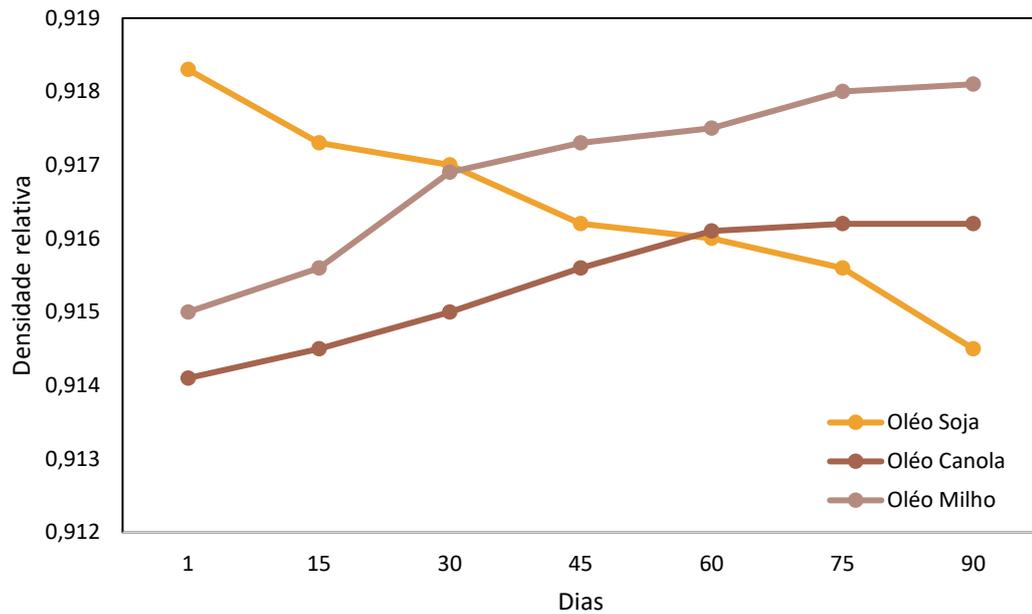
4.3 Sabões

Nesta análise, foi observado que as três amostras se encontram dentro dos parâmetros determinados pela ANVISA, indicando valores iguais a zero em todos os períodos de armazenamento.

4.4 Determinação da densidade relativa

Os valores para as densidades relativas obtidas neste estudo para o óleo de canola variaram de 0,9141 a ,9162; de 0,9150 a 0,9181 para óleo de milho e de 0,919 e de 0,9183 a 0,9145 para óleo de soja (Figura 12). Se enquadrando dentro dos valores estabelecidos pela ANVISA, que estabelece variações de 0,919 a 0,925 para o óleo de soja, 0,914 a 0,920 para o óleo de canola e de 0,917 a 0,925 para o óleo de milho. A Figura 12 apresenta os resultados para densidade relativa.

Figura 12 – Comparação entre óleos referente a densidade relativa

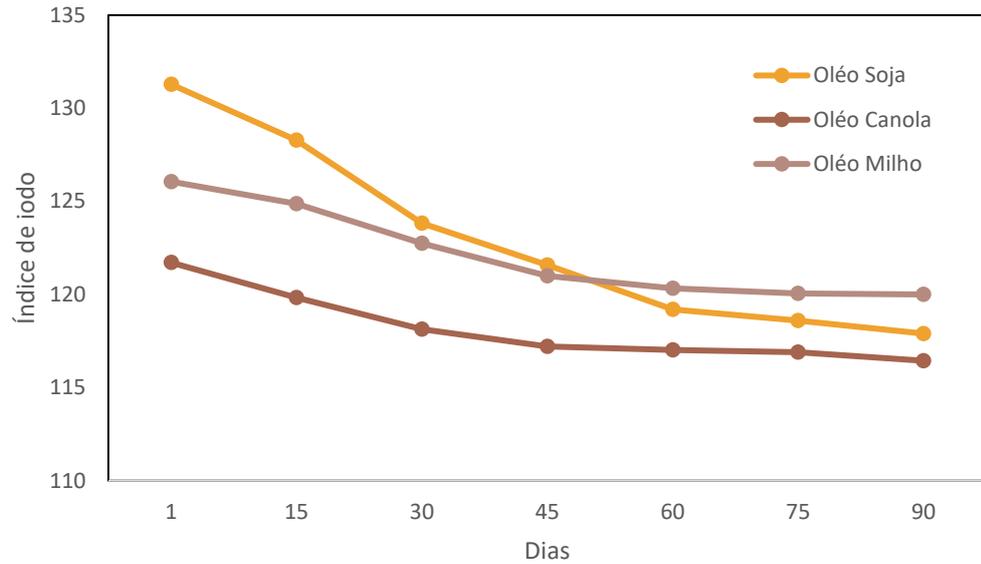


Fonte: Autoria própria (2023).

4.5 Índice de iodo método de Wijs

Os índices de iodo obtidos variaram de 131,28 a 117,9 mg/KI/g para o óleo de soja, de 121,71 a 116,44 mg/KI/g para o óleo de canola e de 126,06 a 120 mg/KI/g para o óleo de milho.

A Figura 13 apresenta os resultados para os índices de iodo dos óleos estudados, apresentando curvas decrescentes para todas as amostras, com maior estabilidade nas amostras de milho e canola do dia 45 em diante.

Figura 13 – Comparação entre óleos referente ao índice de iodo pelo método Wijs

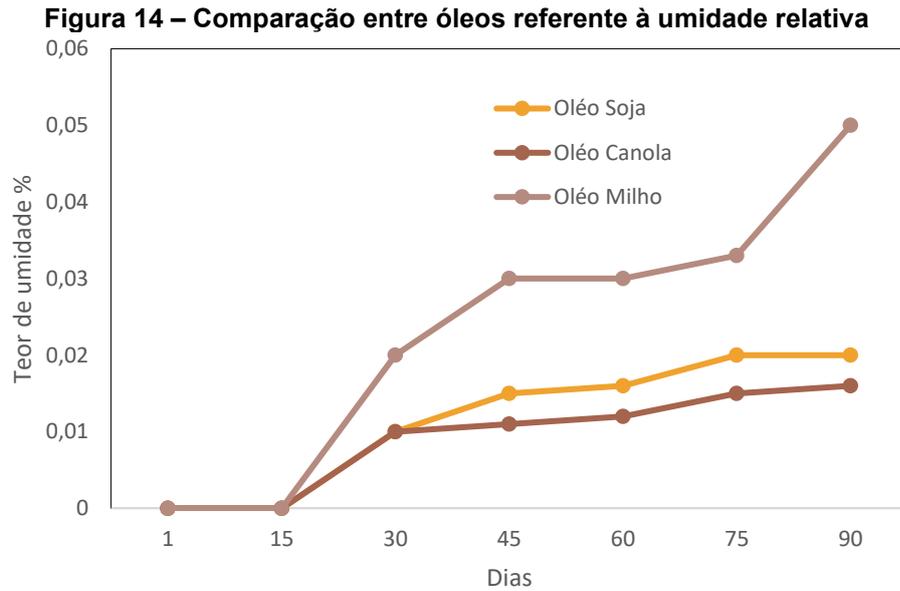
Fonte: Autoria própria (2023).

Nieblas, Burgueño e Vásques (2001) observaram a redução do índice de iodo no óleo de milho e no óleo de soja (de 115 mg/KI/g a 94 mg/KI/g e de 130 mg/KI/g a 80 mg/KI/g, respectivamente) depois de armazenados por 122 dias em temperatura ambiente e protegidos de luz. No estudo de Anwar, Chatha e Hussain (2007) houve significativa redução do índice de iodo em óleo de soja após transcorridos 180 dias de armazenamento em temperatura ambiente e sob luz solar, se fazendo verdadeiros os resultados de índice de iodo para os tipos de óleo analisados, mostrando a perda do grau de insaturação dos óleos com o passar dos dias.

4.6 Determinação de umidade e material volátil

Transcorridos 90 dias de armazenamento o óleo de canola apresentou um teor máximo de umidade de 0,016%, seguido do óleo de soja com 0,02% e 0,05% para o óleo de milho. Seguindo as especificações máximas determinadas pelo MAPA (0,1%) e pelo Codex Alimentarius (0,2%), todas as amostras atenderam aos padrões. A presença de umidade nos óleos é um importante parâmetro, pois pode provar o início da oxidação.

A Figura 14 ilustra a comparação entre os óleos referente ao teor de umidade relativa.



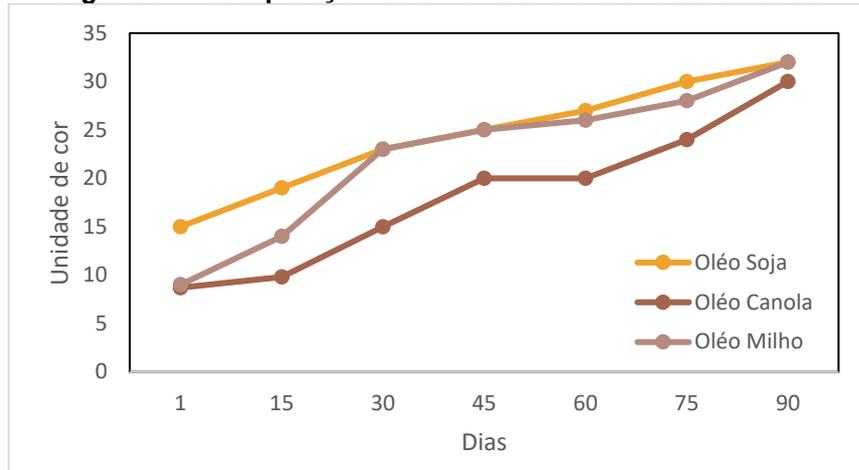
Fonte: Autoria própria (2023).

4.7 Determinação de impurezas insolúveis em éter

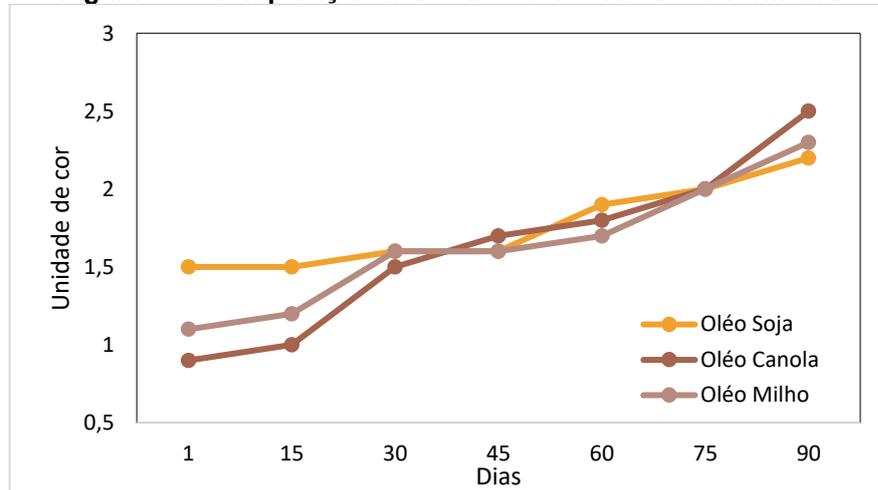
Observou-se que todas as amostras estudadas apresentam valores dentro dos parâmetros determinados pela ANVISA, indicando valores iguais a zero em todos os períodos de armazenamento.

4.8 Determinação de cor e aspectos

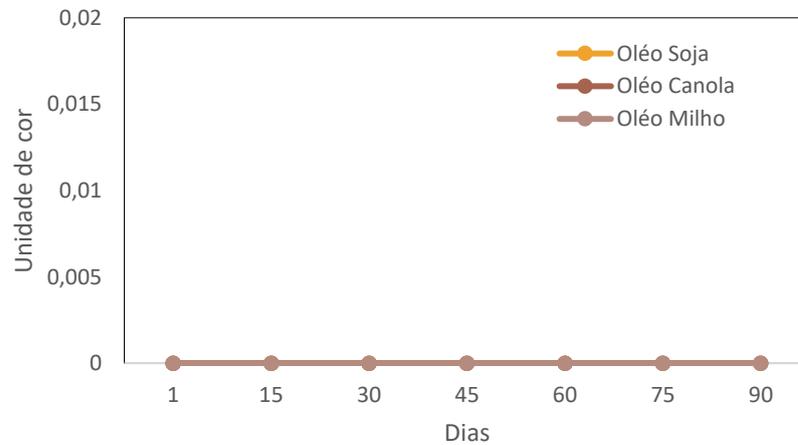
As Figuras 15,16 e 17 apresentam as comparações entre os óleos referentes às cores amarela, vermelha e azul, respectivamente.

Figura 15 – Comparação entre óleos referente à cor amarela

Fonte: Autoria própria (2023).

Figura 16 – Comparação entre óleos referente à cor vermelha

Fonte: Autoria própria (2023).

Figura 17 – Comparação entre óleos referente à cor azul

Fonte: Autoria própria (2023).

De acordo com o MAPA, todos os óleos analisados se apresentaram límpidos e isentos de impurezas no início das análises.

O óleo de soja sofreu alterações nos aspectos a partir do 45º dia de armazenamento, apresentando coloração amarela moderada, e a partir do 60º dia começou a apresentar coloração amarelo forte com odor de oxidado.

O óleo de canola sofreu alterações nos aspectos a partir do 45º dia de armazenamento, apresentando odor oxidado, e a partir do 75º dia começou a apresentar coloração amarelo forte com odor de oxidado.

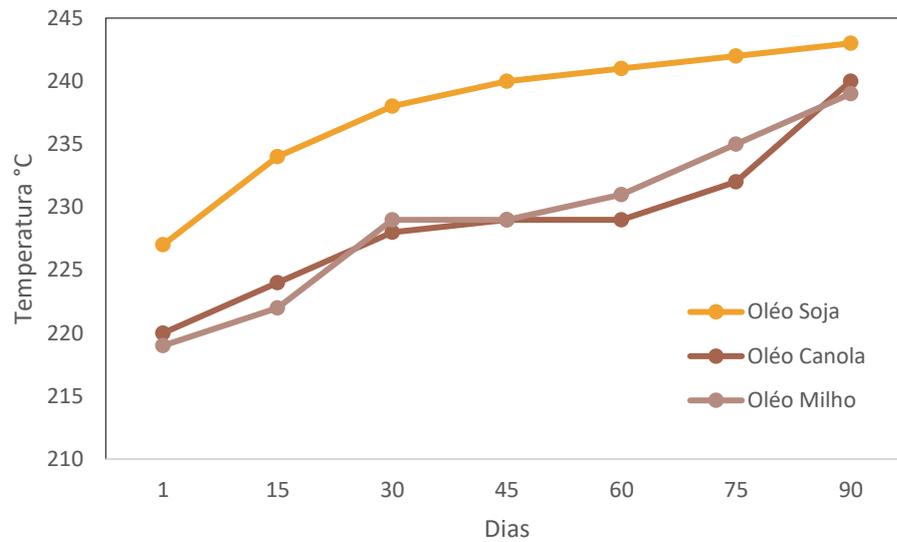
O óleo de milho sofreu alterações nos aspectos a partir do 45º de armazenamento, apresentando odor oxidado, e a partir do 60º dia começou a apresentar coloração amarelo forte com odor de oxidado, assim como no óleo de soja.

Devido à oxidação lipídica, o aumento da coloração amarela era esperado em graus maiores nos últimos dias de análise.

4.9 Ponto de fumaça

De acordo com os resultados obtidos, no início do armazenamento o óleo de canola apresentou para o ponto de fumaça a temperatura de 220°C, 227°C para o óleo de soja e 219°C para o óleo de milho e de 240°C para o óleo de canola, 243°C para o óleo de soja e 239°C para o óleo de milho no fim do período de armazenamento. Para o MAPA, o valor mínimo estabelecido de ponto de fumaça do óleo de soja é de 210°C, enquanto para os óleos de canola e milho, os valores de ponto de fumaça em °C serão definidos em estudos futuros.

A figura 18 faz referência à comparação entre óleos sobre o ponto de fumaça.

Figura 18 – Comparação entre óleos referente ao ponto de fumaça

Fonte: Autoria própria (2023).

Para o óleo de soja em embalagem PET, o ponto de fumaça, depois de 3 meses de armazenamento foi de 180 °C 210°C para Arruda *et al.* (2006) e 210°C para Carvalho *et al.* (2008). Analisando a figura acima, os óleos apresentaram resultados satisfatórios por terem uma faixa de temperatura alta, resultando em uma temperatura mais elevada para a decomposição, sendo suscetível para utilização em frituras com grau de calor mais elevado.

5 CONSIDERAÇÕES FINAIS

Os parâmetros de óleo vegetal refinado de soja, canola e milho, determinados pelos testes de índice de acidez, sabões, iodo, densidade relativa, cor, aspectos, teor de umidade e ponto de fumaça, apresentam valores satisfatórios quando comparados às especificações determinadas pela legislação brasileira, com exceção dos peróxidos e dos aspectos, que apresentaram diferenças significativas durante o período de análises. Comprovando que o óleo de soja é o mais indicado para uso., indicando a qualidade dos óleos avaliados.

Avaliando os resultados obtidos dos parâmetros de qualidade e das análises realizadas, é sugerido que futuramente haja a necessidade de uma reavaliação destes mesmos parâmetros de qualidade na legislação brasileira, não comprometendo, desta forma, com a segurança do consumidor e a qualidade quando se trata da forma geral dos produtos avaliados. , pois quando comparados aos parâmetros internacionais do Codex Alimentarium (1999), com os resultados obtidos houveram alterações significativas para peróxido e aspectos, enquanto os outros parâmetros se mantiveram dentro dos limites desejáveis ao final do período de 90 dias.

Assegura-se que, hoje, estas amostras estariam impróprias para o consumo pois comparando-as com os parâmetros de qualidade dos alimentos legislado apresentaram valores que extrapolam os padrões permitidos para índice de peróxido e aspectos. A redução significativa nos índices de iodo interfere diretamente na qualidade dos óleos. Concluindo que as técnicas utilizadas no presente trabalho são sensíveis para avaliar a qualidade do produto que é ofertado ao consumidor.

REFERÊNCIAS

- ABIOVE – ASSOCIAÇÃO DAS INDÚSTRIAS BRASILEIRAS DE ÓLEOS VEGETAIS. **Informativo Abiove**. Disponível em: <https://abiove.org.br/estatisticas/> Acesso em: 08 março de 2023.
- ALVES, M. A. O.; ARRUDA, C. S.; OGLIARI, P. J.; MEINERT, E. M.; TEIXEIRA, E.; BARRERA-ARELLANO, D.; BLOCK, J. M. Effect of the addition of ultraviolet absorber (tinuvin 234) on the quality of soybean oil packaged in polyethylene terephthalate (PET). **Grasas y Aceites, Sevilla**, v. 56, n.4, p. 245-253, 2005.
- AMERICAN OIL CHEMISYS SOCIETY – AOCS - **Official Methods and Recommended Practices of the American Oil Chemists Society**. Washington, 2004.
- ANVISA. **Resolução RDC nº2481, de 15 de março de 2021**. Disponível em <https://www.gov.br/anvisa/pt-br/centraisdeconteudo/publicacoes/alimentos/perguntas-e-respostas-arquivos/perguntas-e-respostas-sobre-oleos-e-gorduras-vegetais-gepar-120122.pdf> Acesso em 14 de abril. 2023.
- ANWAR, Farooq; CHATHA, Shahzad Ali Shahid; HUSSAIN, Abdullah Ijaz. Assessment of oxidative deterioration of soybean oil at ambient and sunlight storage. **Grasas Y Aceites, Faisalabad**, v. 4, n. 58, p.390-395, out. 2007.
- ARRUDA, C. S.; GARCEZ, W. S.; BARRERA-ARELLANO, D.; BLOCK, J. M. Industrial trial to evaluate the effect of oxygen concentration on overall quality of refined, bleached and desodorized soybean oil in PET bottles. **Journal of the American Oil Chemists' Society**, Champaign, v. 83, n. 9, p. 797-802, 2006
- BARRERA-ARELLANO, Daniel. Estabilidad y utilización de nitrógeno en aceites y grasas. **Grasas y Aceites, Campinas**, v. 49, n. 1, p.55-63, 1998.
- BRASIL. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento – MAPA – **Instrução Normativa nº49, de 22 de dezembro de 2006**. Aprova o Regulamento Técnico de Identidade e Qualidade dos Óleos vegetais Refinados; a Amostragem; os Procedimentos Complementares; e o Roteiro de Classificação de Óleos Vegetais Refinados, Brasília: Diário Oficial da União de 26/12/2006, Seção 1, p.140.
- CARVALHO, S. M.; OGLIARI, P. J.; BARRERA-ARELLANO, D.; BLOCK, J. M. Efeito da adição de tocoferóis naturais sobre a qualidade de óleo de soja refinado e embalado em PET durante a estocagem. **Brazilian Journal of Food Technology, Florianópolis**, v. 11, n. 2, p.134-143, 2008.
- CODEX ALIMENTARIUS COMMISSION. Food Standards Programme. Codex Alimentarius for edible fats and oils. **CODEX – STAN 210 Rome**: FAO/WHO, 1999, v.11, p.3-9
- DEGÁSPARI, C.H.; WASZCZYNSKYJ, N. Propriedades antioxidantes de compostos fenólicos. **Visão Acadêmica**, v.5, n.1, p.33-40, 2004.
- DOMENE, SMA. **Técnica dietética**. Rio de Janeiro: Guanabara Koogan, 2014.

EMPRESA BRASILEIRA DE PESQUISA AGROPECUÁRIA- **EMBRAPA milho e sorgo**. Disponível em: www.embrapa.br/unidades-de-pesquisa-e-de-servicos/unidades-de-pesquisa-de-produtos/cnpms/ Acesso em: 20 maio de 2023(b).

EMPRESA BRASILEIRA DE PESQUISA AGROPECUÁRIA- **EMBRAPA trigo**. Disponível em: www.embrapa.br/trigo Acesso em: 20 maio de 2023(a).

FARHOOSH, R.; EINAFSHAR, S.; SHARAYEI, P. The effect of commercial refining steps on the rancidity measures of soybean and canola oils. **Food Chemistry, Mashhad**, n. 115, p.933-938, 08 jan. 2009.

FUENTES. P. H. A. **Avaliação da Qualidade de óleos de soja, canola, milho e girassol durante o armazenamento**. Florianópolis, 2011. Disponível em: <http://repositorio.ufsc.br/xmlui/handle/123456789/95494> . Acesso: 14 de abril. 2023.

GUNSTONE, Frank D. Oils and fats: sources and constituents. **The chemistry of oils and fats: sources, composition, properties and uses**. Oxford: Blackwell Publishing Ltd. p.1-35. 2004

GUNSTONE, Frank D. Vegetable Oils. In: SHAHIDI, Fereidoon. *Bailey's Industrial Oil & Fat Products: Edible Oil & Fat Products Chemistry, Properties & Health Effects*. 6. ed. New Jersey: **Wiley Interscience**, v.1. Cap. 6, p. 213-268. 2005.

GUNSTONE, Frank D. The chemical nature of lipids. *Oils and fats in the food industry*. Chichester: **John Wiley & Sons**. p.1-11. 2008

GUNSTONE, Frank D. Production and trade of vegetable oils. *Vegetable oils in food technology: Composition, properties and uses*. **Wiley-Blackwell**, 2 ed., p. 1- 24, 2011.

HAMMOND, E. G.; JOHNSON, L.A.; SU, C.; WANG, T.; WHITE, P.J. Soybean Oil. In: SHAHIDI, F. *Bailey's Industrial Oil and Fat Products: Edible Oils*. 6.ed. v.2. Cap. 13. EUA: Wiley-interscience, 2005.

INSTITUTO ADOLFO LUTZ. **Métodos Físico-Químicos para análises de alimentos**. São Paulo: Instituto Adolfo Lutz, 2008.

KAIJSER, A., DUTTA, P., SAVAGE, G. Oxidative stability and lipid composition of macadamia nuts grown in New Zealand. **Food Chemistry**, v. 71, p. 67 – 70, 2000.

MAPA. **Instrução Normativa nº 49, de 22 de dezembro de 2006**. Regulamento técnico de identidade e qualidade de óleos vegetais refinados. Disponível em: <http://sistemasweb.agricultura.gov.br/sislegis/action/detalhaAto.do?method=visualizarAtoPortalMapa&chave=643062246>. Acesso em 14 abril. 2023.

MOREAU, Robert A. Corn Oil. In: SHAHIDI, Fereidoon. *Bailey's Industrial Oil & Fat Products: Edible Oil & Fat Products Chemistry, Properties & Health Effects*. 6. ed. New Jersey: **Wiley Interscience**, v.2. Cap. 4, p. 149-172, 2005.

MORETTO, E.; FETT, R.; GONZAGA, L.; KUSKOSKI, E. **Introdução à ciência de alimentos**. Florianópolis, SC: Ed. da UFSC. p. 255, 2002.

MORETTO, E., FETT, R. **Tecnologia de Óleos e Gorduras Vegetais**. São Paulo: Varela. p.150. 31, 1998.

NIEBLAS, M. O.; BURGUEÑO, M.R.; VÁZQUEZ-MORENO, L. Evaluación oxidativa de las mezclas de aceites de leguminosas del Desierto de Sonora con aceites de maíz y soja durante su almacenamiento. **Grasas Y Aceites, Sonora**, v. 52, n. 6, p.355-362, 2001.

O'BRIEN, R.D., FARR, W.C., WAN, P.J. Introduction to fats and oils technology. 2.ed. Champaign: **AOCS Press**, 2000.

PRZYBYLSKI, R.; MAG, T.; ESKIN, N.A.M.; MCDONALD, B.E. Canola Oil. In: SHAHIDI, Fereidoon *et al.* **Bailey's Industrial Oil and Fat Products**. 6. ed. Wiley: **Hoboken**. V. 2.Cap. 2, p. 61-122. 2005.

RIBEIRO, E.C.S., Marques, T. C., Bastos, G. L. R., dos Santos, A. C. C., Sabaa-Srur, A. U. O., Crocchia, **Análise físico-química do óleo e da torta de linhaça marrom (*Linum usitatissimum* L)**. C. XXV Congresso Brasileiro de Ciência e Tecnologia de alimentos. 2016

SHAHIDI, F.; ZHONG, Y. Lipid Oxidation: Measurement Methods. In: SHAHIDI, Fereidoon. **Bailey's Industrial Oil and Fat Products**. 6. ed., v.1, Newfoundland: John Wiley & Sons. Cap. 8, p. 357-386, 2005.

TAWFIK, M. S.; HUYGHEBAERT, A. Interaction of packaging materials and vegetable oils: oil stability. **Food Chemistry**, Ghent, n. 64, p.451-459, 1999.

VICARI, J. S. O. **Qualidade de óleo de soja refinado embalado em PET (Polietileno Tereftalato) armazenado na presença e ausência de luz**. Dissertação (Mestrado em Biotecnologia) p. 87. Campo Grande - MS. Universidade Católica Dom Bosco. 2013. Disponível em: <https://www.embrapa.br/busca-de-publicacoes/-/publicacao/960103/qualidade-de-oleo-de-soja-refinado-embalado-em-pet-polietileno-tereftalato-armazenado-na-presenca-e-ausencia-de-luz>. Acesso em 14 de abril. 2023.

WARNER, K.; NELSEN, T. AOCS Collaborative Study on Sensory and Volatile Compound Analyses of Vegetable Oils. **Journal Of The American Oil Chemists' Society**, **Illinois**, v. 73, n. 2, p.157-166, 1996.