



Programa de Pós-Graduação
em Tecnologia de Alimentos

UNIVERSIDADE TECNOLÓGICA FEDERAL DO PARANÁ
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM TECNOLOGIA DE ALIMENTOS

GABRIELLA CORSINI VICENTE

**EFEITOS DA TEMPERATURA E DO TEMPO NAS
PROPRIEDADES FÍSICO-QUÍMICAS E NA COMPOSIÇÃO DE
ÁCIDOS GRAXOS DA BANHA NA ETAPA DE SECAGEM**

FRANCISCO BELTRÃO
2023

GABRIELLA CORSINI VICENTE

**EFEITOS DA TEMPERATURA E DO TEMPO NAS PROPRIEDADES
FÍSICO-QUÍMICAS E NA COMPOSIÇÃO DE ÁCIDOS GRAXOS DA
BANHA NA ETAPA DE SECAGEM**

**TEMPERATURE AND TIME EFFECTS ON THE PHYSICOCHEMICAL
PROPERTIES AND IN THE COMPOSITION OF FATTY ACIDS ON
LARD DRYING STAGE**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Tecnologia de Alimentos da Universidade Tecnológica Federal do Paraná, como requisito parcial à obtenção do título de Mestre em Tecnologia de Alimentos.

Área de Concentração: Tecnologia de Alimentos

Linha de Pesquisa: Tecnologia de Produtos de Origem Animal

Orientador: Prof. Dr. Cláudio Roberto Novello

Coorientadora: Profa. Dra. Naimara Vieira do Prado

FRANCISCO BELTRÃO
2023



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

Esta licença permite que outros remixem, adaptem e criem a partir do trabalho para fins não comerciais, desde que atribuam o devido crédito e que licenciem as novas criações sob termos idênticos.

Conteúdos elaborados por terceiros, citados e referenciados nesta obra não são cobertos pela licença.



Ministério da Educação
Universidade Tecnológica Federal do Paraná
Campus Londrina



GABRIELLA CORSINI VICENTE

**EFEITOS DA TEMPERATURA E DO TEMPO NAS PROPRIEDADES FÍSICO-QUÍMICAS E NA
COMPOSIÇÃO DE ÁCIDOS GRAXOS DA BANHA NA ETAPA DE SECAGEM**

Trabalho de pesquisa de mestrado apresentado como requisito para obtenção do título de Mestre Em Tecnologia De Alimentos da Universidade Tecnológica Federal do Paraná (UTFPR). Área de concentração: Tecnologia De Alimentos.

Data de aprovação: 15 de Setembro de 2023

Claudio Roberto Novello, - Universidade Tecnológica Federal do Paraná

Alexandre Da Trindade Alfaro, - Universidade Tecnológica Federal do Paraná

Me. Petterson Vinicius Pramiu, Mestrado - Universidade Estadual do Oeste do Paraná (Unioeste)

Documento gerado pelo Sistema Acadêmico da UTFPR a partir dos dados da Ata de Defesa em 18/09/2023.

Dedico esta dissertação a minha família que sempre me apoiou em cada fase da minha vida e também aos meus professores pela orientação e apoio durante a elaboração desta pesquisa.

AGRADECIMENTOS

Agradeço imensamente aos meus pais, Tatiany e André, e aos meus irmãos, Ana Júlia e João Pedro, pela confiança em mim e incentivo para seguir em frente.

Agradeço as minhas avós Vera e Clarissa pelo apoio em todas as situações e trazendo sempre uma palavra de conforto.

Agradeço ao meu marido Marcelo, que acima de tudo é um grande amigo, sempre presente nos momentos difíceis com uma palavra de incentivo e auxiliando no que fosse possível para facilitar a nossa vida nesta fase.

Agradeço aos meus sogros Maria e Leonel por todo o apoio e também por acreditarem que eu chegaria ao final desta etapa.

Ao meu orientador prof. Claudio que apesar da intensa rotina de sua vida acadêmica aceitou me orientar nesta pesquisa. As suas valiosas indicações fizeram toda a diferença.

A minha coorientadora Naimara pela grande atenção dispensada que se tornou essencial para que a pesquisa fosse concluída, sempre de forma positiva e me incentivando a continuar.

A minha prof. Ivane pelo tempo que pudemos compartilhar juntas e a todas as orientações que tornaram a pesquisa mais rica.

That you can get what you want or you can just get old
(JOEL, B., 1977)

RESUMO

VICENTE, Gabriella Corsini. **EFEITOS DA TEMPERATURA E DO TEMPO NAS PROPRIEDADES FÍSICO-QUÍMICAS E NA COMPOSIÇÃO DE ÁCIDOS GRAXOS DA BANHA NA ETAPA DE SECAGEM.** 74 f. Projeto de Pesquisa (Mestrado Profissional em Tecnologia de Alimentos) - Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Francisco Beltrão, 2023.

A qualidade da banha suína depende de muitos fatores desde a raça do suíno do qual obteve-se as matérias-primas e dieta destes, porém, a etapa mais significativa é o seu processamento industrial. A etapa de secagem da banha suína consiste na aplicação de temperatura por determinado tempo com objetivo de reduzir o teor de umidade na sua composição, porém este processo deve ser controlado para não haver alterações nas propriedades físico-químicas do material, composição de ácidos graxos e principalmente, não ocorrer a degradação do produto. No presente estudo aplicou-se um delineamento composto central 3^2 , com os fatores temperatura com níveis 130, 155 e 180 °C e tempo, com níveis 1, 5 e 9 horas na banha de porco, com três repetições no ponto central. Foram analisadas as respostas: índice de peróxidos, índice de kreis, compostos polares, cor (por espectrofotometria e por colorimetria) e composição de ácidos graxos por cromatografia em fase gasosa. Após a execução dos experimentos e análise das amostras, aplicou-se análise de variância (ANOVA), a metodologia de superfícies de respostas (MSR) e análise de componentes principais (ACP) nos dados obtidos. Para as respostas índice de peróxidos, análise de cor, compostos polares e índice de kreis o modelo linear-quadrático apresentou-se altamente significativo. Observou-se que houveram aumentos significativos dos valores obtidos para todas as variáveis resposta analisadas com o aumento do tempo e temperatura aplicados na etapa de secagem. Para análise de cor por colorimetria observou-se que a amostra se tornou mais amarelada e escura com o aumento do tempo e temperatura. Caracterizou-se onze ácidos graxos com cadeia carbônica de C14 a C23 por cromatografia em fase gasosa. O ácido linoleico foi o que apresentou a maior redução significativa (3,87%) entre os tratamentos 1 (1 h a 120 °C) e 6 (9 h a 180 °C). Observou-se uma redução de 18,30% na concentração total dos ácidos graxos nestes tratamentos, mostrando-se a relação direta da degradação com o aumento da temperatura em relação ao tempo. A ACP indicou que os ácidos graxos saturados de cadeia carbônica curta C14, C16 e C17, tenderam a aumentar a concentração no tratamento com os tempo e temperaturas mais elevadas. Por outro lado, C18:2n6c e C21, C22 e C23, que representam os AG de maior cadeia carbônica saturada, com exceção do C18:2n6c, tenderam ao aumento de concentração em tratamentos com menor temperatura e tempo do modelo. Desta forma, com o auxílio da metodologia de superfícies de resposta (MSR), concluiu-se que a temperatura foi o fator que mais impactou na variação das concentrações dos ácidos graxos estudados, além de que, também, foi o fator mais relevante e que contribuiu com o aumento da oxidação das amostras, evidenciado pelas análises físico-químicas realizadas.

Palavras-chave: Coprodutos. Planejamento Fatorial. Ácidos graxos. Degradação.

ABSTRACT

VICENTE, Gabriella Corsini. **TEMPERATURE AND TIME EFFECTS ON THE PHYSICOCHEMICAL PROPERTIES AND IN THE COMPOSITION OF FATTY ACIDS ON LARD DRYING STAGE.** 74 p. Research Project (Professional Master's Degree in Food Technology) - Federal Technological University of Paraná, Francisco Beltrão, 2023.

The quality of lard depends on many factors, from the breed of pig from which the raw materials were obtained and their diet, however, the most significant step is its industrial processing. The lard drying stage consists of applying temperature for a certain time in order to reduce the moisture content in its composition, but this process must be controlled so that there are no changes in the physicochemical properties of the material, composition of fatty acids and mainly, the degradation of the product does not occur. Based on the above, the present study applied a 3^2 factorial design with triplicates at the central point and the methodology of response surfaces to evaluate the effects of temperature and time on the physicochemical properties (peroxide index, kreis index, color – spectrophotometry and colorimetry, polar compounds) and on the fatty acid composition of lard on the drying stage, with the applied temperatures being 130, 155 and 180 °C and the applied times being 1, 5 and 9 hours. After carrying out the experiments under the proposed conditions and analyzing the samples, statistical tools were applied to evaluate the data obtained, with analysis of variance (ANOVA), where linear and linear-quadratic models were tested, p-value analysis, coefficient of determination R^2 , Pareto plots of interactions, response surfaces and contour plots. For the answers peroxide index, color analysis, polar compounds and kreis index, the linear-quadratic model was highly significant and with normal distribution of residues. An R^2 between 97.19% and 99.99% and a p-value between $9.96 \cdot 10^{-12}$ and $1.5 \cdot 10^{-2}$ were obtained. It was observed that there was an increase in the values obtained for all response variables analyzed with the increase in time and temperature applied in the drying stage. For color analysis by colorimetry, it was observed that the sample became more yellowish and darker with increasing time and temperature. Eleven fatty acids with carbon chains from C14 to C23 were characterized by gas chromatography. Linoleic acid showed the greatest significant reduction (3.87%) between treatments 1 (1 h at 120 °C) and 6 (9 h at 180 °C). There was a reduction of 18.30% in the total concentration of fatty acids in these treatments, showing the direct relationship of degradation with the increase in temperature in relation to time. The analysis of the CPs indicated that the saturated fatty acids of short carbonic chain C14, C16 and C17, tended to increase the concentration in the treatment with the time and higher temperatures. On the other hand, C18:2n6c and C21, C22 and C23, which represent the FA with the highest saturated carbon chain, with the exception of C18:2n6c, tended to increase in concentration in treatments with lower temperature and model time. Based on this, using the response surface methodology (MSR), it was concluded that temperature was the factor that most impacted the variation in the concentrations of the fatty acids studied, in addition to being the most relevant factor that contributed to the increase of the oxidation of the samples, evidenced by the physical-chemical analyzes carried out.

Key-words: By-products. Factorial design. Fatty acids. Degradation.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 – Produção de Carne Suína no Mundo em 2020	18
Figura 2 – Estimativa do consumo mundial de carne em kg/per capita.....	19
Figura 3 – Estrutura do triacilglicerol e exemplos	22
Figura 4 – Esquema da oxidação lipídica	26
Figura 5 – Esquema simplificado do sistema CIE L^*C^*h	29
Figura 6 – Módulo para secagem da banha suína	33
Figura 7 – Superfície de resposta ajustada para índice de peróxidos x tempo x temperatura	41
Figura 8 – Superfície de resposta ajustada para compostos polares x tempo x temperatura	43
Figura 9 – Superfície de resposta ajustada para índice de kreis x tempo x temperatura	45
Figura 10 – Superfície de resposta ajustada para cor x tempo x temperatura	47
Figura 11 – Cromatograma do perfil de ácidos graxos presentes nas amostras obtidas dos tratamentos do planejamento experimental	50
Figura 12 – Cromatograma aproximado de ácido graxo C23 presente no perfil de ácidos graxos das amostras obtidas e a representação de todos os tratamentos realizados	50
Figura 13 – Gráfico de escores de CP1 x CP2 referente aos ácidos graxos.....	53
Figura 14 – Superfície de resposta ajustada do AGS C17	55
Figura 15 – Superfície de resposta ajustada do AGI C18:2n6c.....	56

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Composição química típica da banha suína.....	24
Tabela 2 – Planejamento Experimental 3^2 para secagem da banha suína.....	34
Tabela 3 – Valor médio das variáveis resposta do planejamento experimental.....	39
Tabela 4 – Valor médio dos resultados obtidos da análise de cor por colorimetria Composição química típica da banha suína.....	48
Tabela 5 – Composição de AG em porcentagem relativa da banha nos diversos tratamentos	52

LISTA DE QUADROS

Quadro 1 – Padrão de qualidade da banha suína.....	24
---	----

LISTAS DE ABREVIATURAS E SIGLAS

ABNT	Associação Brasileira de Normas Técnicas
ABPA	Associação Brasileira de Proteína Animal
ABRA	Associação Brasileira de Reciclagem Animal
ACP	Análise de componentes principais
AG	Ácidos graxos
AGCC	Ácidos graxos de cadeia curta
AGCL	Ácidos graxos de cadeia longa
AGI	Ácidos graxos insaturados
AGMI	Ácidos graxos monoinsaturados
AGPI	Ácidos graxos poli-insaturados
AGS	Ácidos graxos saturados
AGSCC	Ácidos graxos saturados de cadeia curta
AGSCL	Ácidos graxos saturados de cadeia longa
AOCS	American Oil Chemists' Society
CG	Cromatografia gasosa
CP	Componentes principais
EMAG	Ésteres metílicos de ácidos graxos
IAL	Instituto Adolfo Lutz
IBGE	Instituto Brasileiro de Geografia e Estatística
ISO	<i>International Organization for Standardization</i>
MAPA	Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento
MSR	Metodologia de superfície de respostas

RIISPOA Regulamento de Inspeção Industrial e Sanitária de Produtos de Origem Animal

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	15
2 OBJETIVOS	17
2.1 OBJETIVO GERAL	17
2.2 OBJETIVO ESPECÍFICO	17
3 REFERENCIAL TEÓRICO	18
3.1 PRODUÇÃO DE CARNE SUÍNA MUNDIAL E COPRODUTOS.....	18
3.1.1 Processo de obtenção da gordura suína	20
3.2 ÓLEOS E GORDURAS	21
3.2.1 Banha suína.....	22
3.2.1.1 Composição química, nutricional e características de qualidade.....	23
3.3 OXIDAÇÃO E DEGRADAÇÃO	25
3.3.1 Impacto da degradação térmica nas gorduras.....	27
3.4 ANÁLISES DE QUALIDADE DE GORDURAS	28
3.4.1 Índice de Peróxidos	28
3.4.2 Cor	28
3.4.3 Rancidez	30
3.4.4 Compostos Polares.....	30
3.4.6 Perfil por Cromatografia Gasosa	31
4 MATERIAL E MÉTODOS	32
4.1 MATERIAL	32
4.2 MÉTODOS	32
4.2.1 Experimentos e Planejamento Fatorial	33
4.2.2 Análises	34
4.2.2.1 Índice de Peróxidos	34
4.2.2.2 Cor	35
4.2.2.2.1 Cor por Espectrofotometria.....	35
4.2.2.2.2 Cor por Colorimetria.....	36
4.2.2.3 Índice de Kreis (Rancidez).....	36
4.2.2.4 Compostos Polares.....	36
4.2.2.5 Análise Cromatográfica CG	37
4.3 ESTATÍSTICA.....	38
5 RESULTADOS E DISCUSSÕES	39
6 CONCLUSÃO	57
REFERÊNCIAS	58
APÊNDICE 1 – GRÁFICO DE CONTORNO DO ÍNDICE DE PERÓXIDOS	65
APÊNDICE 2 – ANÁLISE DE VARIÂNCIA PARA ÍNDICE DE PERÓXIDOS	66
APÊNDICE 3 – GRÁFICO DE CONTORNO PARA A RESPOSTA COR	67
APÊNDICE 4 – ANÁLISE DE VARIÂNCIA PARA A RESPOSTA COR	68
APÊNDICE 5 – GRÁFICO DE CONTORNO DOS COMPOSTOS POLARES	69
APÊNDICE 6 – ANÁLISE DE VARIÂNCIA DOS COMPOSTOS POLARES	70
APÊNDICE 7 – GRÁFICO DE CONTORNO DO ÍNDICE DE KREIS	71
APÊNDICE 8 – ANÁLISE DE VARIÂNCIA PARA ÍNDICE DE KREIS	72
APÊNDICE 9 – ANÁLISE DE VARIÂNCIA PARA C17	73
APÊNDICE 10 – ANÁLISE DE VARIÂNCIA PARA C18:2n6	74

1 INTRODUÇÃO

A produção de carne suína possui uma significativa importância mundial, devido ao aumento no consumo e por ser uma opção mais acessível frente as demais proteínas de origem animal. Sabe-se que o processo de produção de carne suína, além de gerar produtos como cortes *in natura*, também gera uma quantidade considerável de coprodutos que podem ser aproveitados, trazendo ganhos econômicos para a cadeia em questão, além de contribuírem positivamente do ponto de vista ambiental quando aproveitados (LUDKE; SANTOS FILHO; BERTOL, 2017).

A gordura comestível de suínos, também conhecida como banha suína, é considerada um coproduto obtido a partir de tecidos adiposos frescos de suíno que não foram aproveitados no processo de obtenção da carne suína, ou seja, utiliza-se cortes e derivados cárneos comestíveis permitidos para uso na alimentação humana, obtidos seguindo as boas práticas de fabricação e a legislação vigente. Este coproduto é largamente utilizado no preparo de alimentos e em pratos específicos, agregando valor ao alimento final em aspectos tecnológicos como textura, cor e sabor. Para melhorar a aplicabilidade da banha suína, esta passa por um processo de modificação a partir do aquecimento úmido e seco e da lavagem do material (EZEKANNAGHA; UDE; ONUKWULI, 2017; MARIKKAR; YANTY, 2013; RIISPOA, 2017).

A banha suína é composta por uma série de ácidos graxos, que varia essencialmente com a dieta dos suínos, sendo os ácidos graxos mais comuns ácido palmítico (C16:0) e o ácido oleico (C18:1), sendo respectivamente um ácido saturado e um insaturado. É uma fonte rica em colesterol e não possui antioxidantes quando encontra-se na sua forma pura, possibilitando o uso de antioxidantes naturais ou sintéticos (CODEX ALIMENTARIUS, 2021; GUSTONE, 2008; WASZKIEWICZ-ROBAK et al., 2015; YAN et al., 2020).

Para elaboração da banha suína deve-se ter cuidados importantes desde a seleção da matéria-prima a ser utilizada, até o processo final de beneficiamento. O processo de obtenção da banha suína deve ser realizado sob condições controladas de tempo e temperatura em todas as etapas para evitar degradação e, especialmente na etapa de secagem, onde retira-se a umidade do material através da fervura. Estes processos trazem aceitabilidade da banha suína no mercado, reduzindo o desperdício e permitindo o aproveitamento de tecidos que não seriam utilizados, ainda que fossem comestíveis (JIANG et al., 2013; ZHUANG et al., 2022).

O processo de refino e secagem da banha são as etapas mais importantes do processo, visto que conferem um sabor agradável ao produto além da coloração característica. Porém, o processo deve estar devidamente ajustado para não haver a geração de produtos de oxidação decorrentes de processos de hidrólise e oxidação da gordura. Neste processo térmico de refino poderá haver a formação de radicais livres, responsáveis pelas reações de oxidação em cadeia formando compostos como peróxidos, aldeídos, cetonas, entre outros, conferindo assim alteração no odor e aspecto da gordura, impactando diretamente na sua qualidade nutricional e sensorial (ZHUANG et al., 2022).

Quando se trata de processos industriais que envolvem reações químicas, frequentemente surgem as demandas de modificação de parâmetros e, de acordo com a complexidade da indústria, esta alteração pode levar um tempo longo para ser avaliada e implementada devido a experimentação, alto custo de análises, equipamentos e reagentes. Desta forma, para reduzir o custo aplicado e o tempo dedicado às experimentações, usualmente aplica-se os planejamentos experimentais fatoriais otimizados, como o delineamento composto central (DCC), o qual combina níveis dos fatores em questão para determinar as suas influências sobre as variáveis respostas, além de avaliar as interações entre os fatores e, também aplica-se a metodologia de superfícies de resposta (MSR) para identificar os valores e áreas desejáveis de máximos ou mínimos de uma variável resposta de interesse (MONTGOMERY, 2012).

Baseado nisso, o objetivo deste estudo foi avaliar os efeitos do tempo e temperatura nas características físico-químicas e na composição de ácidos graxos da gordura suína comestível (banha suína) no processo de secagem, visando contribuir com a padronização do processo industrial obtendo um produto final com as características desejadas.

2 OBJETIVOS

2.1 OBJETIVO GERAL

Avaliar os efeitos do tempo e temperatura nas características físico-químicas e na composição de ácidos graxos da gordura suína comestível (banha suína) no processo de secagem.

2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

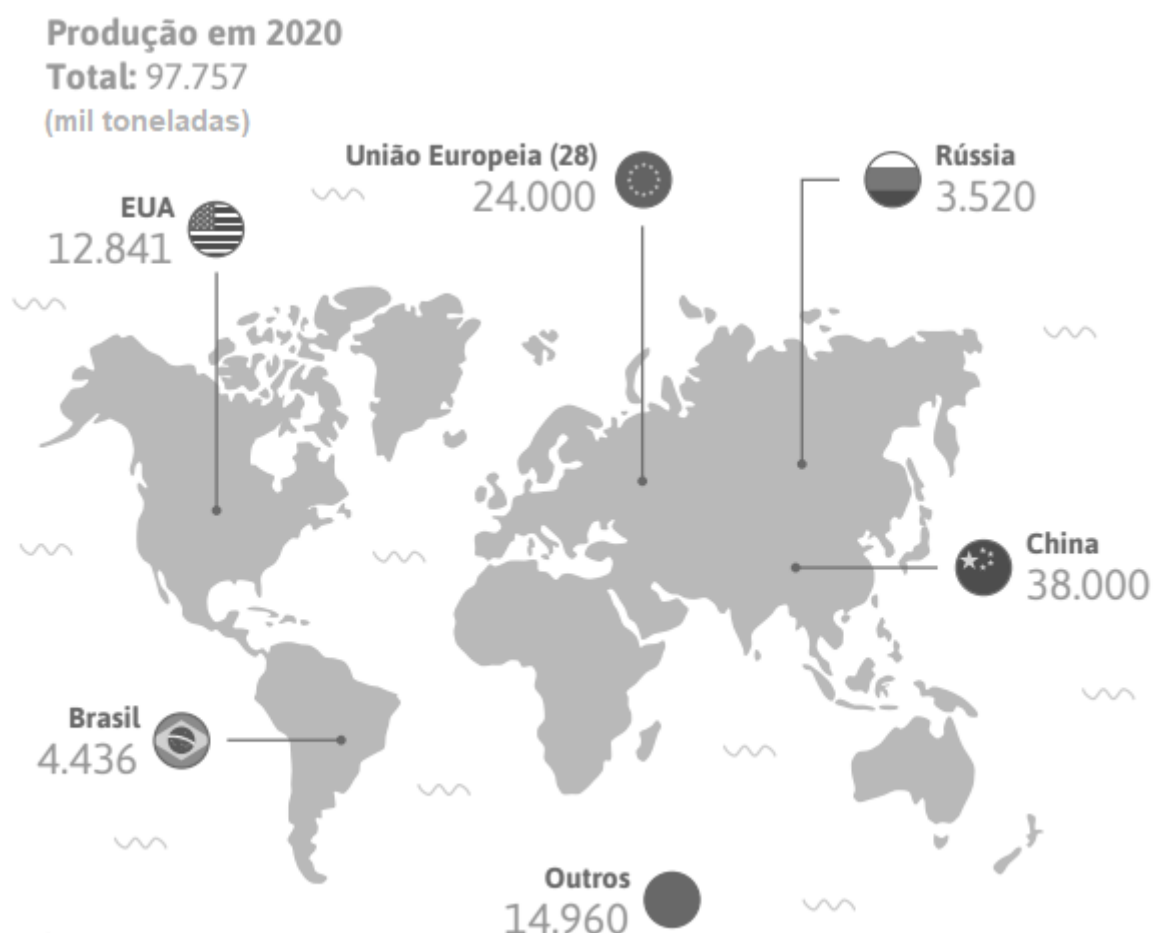
- Analisar as propriedades físico-químicas da banha suína antes da secagem por meio de testes de índice de peróxidos, índice de kreis, compostos polares e cor;
- Avaliar a influência de três níveis de temperatura e tempo, a partir de um delineamento composto central (DCC) 3^2 , nas propriedades físico-químicas da banha suína após secagem, por meio de análises do índice de peróxidos, índice de kreis, compostos polares e cor;
- Determinar e comparar o perfil de ácidos graxos nas amostras obtidas por meio de cromatografia gasosa;
- Obter as superfícies de respostas para as variáveis respostas índice de peróxidos, índice de kreis, compostos polares, cor (espectrofotometria) e análise de ácidos graxos.

3 REFERENCIAL TEÓRICO

3.1 PRODUÇÃO DE CARNE SUÍNA MUNDIAL E COPRODUTOS

No ano de 2020, o Brasil contribuiu com aproximadamente 4,54% da produção mundial de carne suína, correspondendo a 4,436 milhões de toneladas, consolidando-se como o quarto maior produtor (Figura 1). Estes dados mostram a relevância da suinocultura brasileira no panorama mundial, sendo que 23% da produção no Brasil é destinada à exportação para países como China, Hong Kong, Singapura, Chile, Vietnã, entre outros. No panorama nacional, no 4º trimestre de 2020, o estado de Santa Catarina liderou o ranking de produção com 28,5% do total, seguido pelo Paraná, com 20% e, Rio Grande do Sul, com 16,7% (ABPA, 2021; IBGE, 2020).

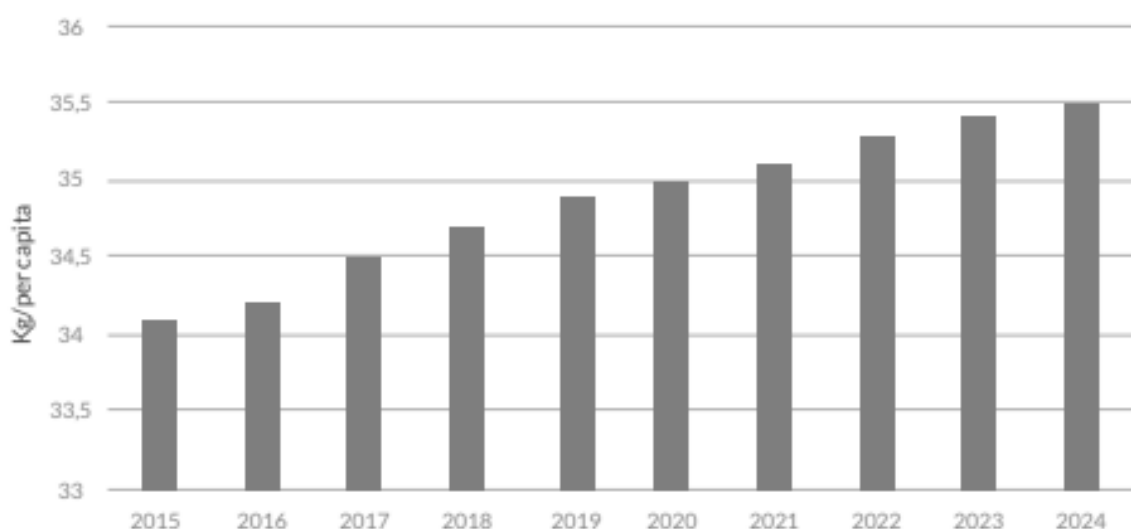
Figura 1 – Produção de carne suína no mundo em 2020.



Fonte: Adaptado de ABPA (2021).

O consumo de carne no mundo vem aumentando significativamente, sendo que este padrão também se aplica a carne suína. Este crescimento está atrelado aos países em desenvolvimento, onde o consumo, nos anos de 1995 a 2015, teve um acréscimo de mais de 80%. O mercado da carne possui um potencial de crescimento alto para os próximos anos (Figura 2), onde o consumo global de carne em kg/per capita terá atingido um crescimento de 4,7% no ano de 2024 comparado a 2014 (IBGE, 2020; EMBRAPA; 2015).

Figura 2 – Estimativa do consumo mundial de carne em kg/per capita.



Fonte: EMBRAPA (2023).

Durante o processamento dos suínos em frigoríficos, cerca de 70% do peso do animal vivo é aproveitado na forma de carne desossada e vísceras comestíveis, porém, o restante que equivale a 30% é considerado coprodutos, o qual pode ser aproveitado no desenvolvimento de outros produtos para agregar valor na cadeia produtiva (CARVALHO et al., 2020; PACHECO, 2006).

De maneira análoga ao citado, o processamento de suínos em frigoríficos gera diversos coprodutos, os quais são produzidos secundariamente ao processo principal e possuem aproveitamento econômico. Estes coprodutos podem ser gorduras, vísceras, cerdas, sangue, carne e ossos, podendo ser matérias-primas comestíveis ou não comestíveis (HICKS; VERBEEK, 2016).

Estes coprodutos de origem animal quando devidamente processados podem ser utilizados como matéria-prima para produção de gorduras comestíveis e não comestíveis e, farinhas de alto valor nutricional, que podem ser consideradas

fontes de minerais, aminoácidos e vitaminas tanto para alimentação humana, no caso da banha suína e, para alimentação animal, no caso da farinha de carne e ossos e resíduo gorduroso (HICKS; VERBEEK, 2016).

3.1.1 Processo de obtenção da gordura suína

A gordura suína, também conhecida como banha suína, assim como as demais gorduras obtidas a partir de tecidos de origem animal, são obtidas através de um processo chamado de renderização, do inglês *rendering*, que consiste em três operações: extração, refino e estabilização (CARVALHO et al, 2020; GUNSTONE, 2008; JOHNSON, 2008).

A banha suína é obtida totalmente de tecidos comestíveis de suíno, tendo um rendimento no processo de 70 a 95%, sendo que os métodos mais comuns para sua obtenção são a renderização seca ou úmida (CARVALHO et al, 2020; JOHNSON, 2008).

No início do processo, a matéria-prima utilizada é moída em pequenos pedaços para facilitar o processo de aquecimento. Após, é enviada para digestores, podendo estes serem contínuos ou não contínuos (batelada). Em seguida, aplica-se calor no digestor, podendo ser vapor na camisa do equipamento (renderização via seca) ou diretamente no interior do digestor (renderização via úmida) que possui agitação por pás no seu interior. Assim, ocorre a quebra das células e liberação da gordura na sua forma líquida. O processo de renderização por via úmida é considerado mais rápido, visto que há aplicação de calor, gerando pressão no interior do digestor e menor controle de temperatura do que comparado ao processo de renderização via seca (CARVALHO et al, 2020; JOHNSON, 2008).

Após a etapa de aplicação do calor, no caso da renderização via úmida a água depositada no fundo do equipamento é drenada e separa-se apenas a gordura de interesse. No processo de renderização via seca, apenas realiza-se a separação através de percolação (JOHNSON, 2008). Em seguida, o material sólido em ambos os processos é prensado, pois possui cerca de 6 a 10% de gordura residual. A gordura é enviada para tanques onde passa por decantação, lavagem e secagem/centrifugação e a porção sólida é moída e encaminhada para produção de farinhas comestíveis e/ou farinha de carne e ossos (não comestível) (JOHNSON, 2008).

3.2 ÓLEOS E GORDURAS

Os óleos e gorduras são substâncias insolúveis ou ligeiramente solúveis em água que podem ser obtidas de matrizes vegetais como soja, milho e girassol, do processo de produção de carne animal como bovinos, suínos ou aves e através de matrizes microbianas como *Escherichia coli* e *Saccharomyces cerevisiae*. Estes óleos e gorduras obtidos de diversas fontes são largamente aplicados na alimentação humana, alimentação animal – *pet food* ou animais de criação, produção de combustíveis, cosméticos, entre outras aplicações (AHMAD; AHSAN, 2020; GUNSTONE, 2008; MORETTO; FETT, 1998; TRAN et al., 2017).

Óleos e gorduras também são denominados lipídios e são formados por ácidos graxos insaturados e/ou saturados, acilglicerois, fosfolipídios, esteróis e carboidratos, o que implica diretamente no seu estado físico em temperatura ambiente. Usualmente encontra-se óleos na forma líquida e gorduras na forma sólida e semissólida, entretanto, existem exceções como o óleo de coco que se apresenta na forma semissólida em temperatura ambiente. Estas diferenças são decorrentes das estruturas e proporções das cadeias de ácidos graxos que estão presentes nas moléculas de triacilglicerídeos, tamanho da cadeia de carbonos, posição e conformação das ligações. Os triacilglicerídeos são os lipídios mais comuns em alimentos. Os óleos obtidos de fonte vegetais geralmente são poli-insaturados e as gorduras de origem animal são consideradas saturadas (OGORI, 2020; RIBEIRO; SERAVALLI, 2007; TRAN et al., 2017).

A Figura 3 apresenta a estrutura geral do triacilglicerol, que é composta por uma molécula de glicerol ligada a três moléculas de ácidos graxos esterificados, identificados como substituintes (R, R', R''). Os substituintes podem ser formados por cadeias diferentes entre si, assim como apresentado na Figura 3.

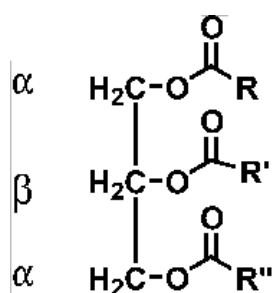
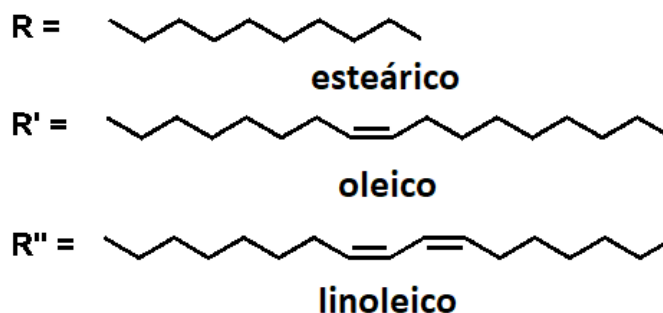


Figura 3 – Estrutura do triacilglicerol e exemplos.

onde, por exemplo, a combinação dos substituintes do ácido graxo podem ser



Fonte: Adaptado de Mckenzie e Koch (2004, p. 351)

Os lipídios são comumente classificados em três grandes grupos: lipídios simples, lipídios complexos e precursores e derivados de lipídios. Os lipídios simples são caracterizados pela presença do grupo éster de ácido graxo com presença de diversas moléculas de álcoois e contemplam os subgrupos gorduras, definido pelo grupo éster de ácido graxo com glicerol. Já os lipídios complexos são caracterizados pela presença de ésteres de ácidos contendo álcoois ácido graxos e outros grupos como bases nitrogenadas, carboidratos, grupos sulfonados, entre outros. Por fim, os precursores e derivados de lipídios englobam os ácidos graxos, glicerol, esteróis, aldeídos graxos e corpos cetônicos, entre outros (SANTANA et al., 2017).

3.2.1 Banha Suína

A banha suína tem por definição regulatória, de acordo com o Regulamento de Inspeção Industrial e Sanitária de Produtos de Origem Animal – RIISPOA (2017), decreto N° 9.013, de 29 de março de 2017, artigo 314, que é um produto obtido através da fusão de tecidos adiposos frescos de suídeos, na qual podem ser adicionados ou não aditivos e coadjuvantes de tecnologia, como exemplos os antioxidantes e anti-salmonella.

O RIISPOA (2017) também descreve no artigo 197, inciso 7° que podem ser aproveitados e utilizados no processo de produção de banha suína os tecidos adiposos provenientes de carcaças com infecções intensas, pois esta é produzida através da fusão em altas temperaturas o que elimina a contaminação, porém deve-se condenar as demais partes da carcaça.

A banha suína é um alimento comestível largamente aplicável na alimentação humana por conta de seu sabor e propriedades funcionais. É muito utilizada para produção de pães, biscoitos, bolos, entre outros, pois confere textura e auxilia na emulsão durante o processo produtivo dos itens. Além disso, também possui aplicação na indústria de combustíveis como biodiesel (EZEKANNAGHA; UDE; ONUKWULI, 2017; MARIKKAR; YANTY, 2013).

No processamento industrial, obtêm-se em média 8 kg de banha por suíno abatido, desta forma, sabe-se que anualmente obtêm-se no Brasil em média 450 toneladas de banha suína que é destinada tanto para mercado interno quanto exportação (EMBRAPA, 2023).

3.2.1.1 Composição química, nutricional e características de qualidade

A banha suína é composta por uma série de ácidos graxos, que varia essencialmente com a dieta dos suínos e se comparada com óleos vegetais, as gorduras animais no geral são ricas em colesterol e naturalmente deficientes em antioxidantes, desta forma podem ser utilizados antioxidantes naturais ou sintéticos para conservação do produto, sendo alguns exemplos o extrato de alecrim e o antioxidante BHA e BHT. Do ponto de vista nutricional, a banha suína é geralmente associada a alguns aspectos de saúde como a resistência insulínica, inflamação e aumento do risco de obesidade. É mundialmente comumente consumida, representando cerca de 30% do total de calorias ingeridas diariamente por um adulto (GUNSTONE, 2008; WASZKIEWICZ-ROBAK et al., 2015; YAN et al., 2020).

A Tabela 1 apresenta a composição típica da banha suína, onde é possível comparar os padrões descritos no *Codex Alimentarius* e os obtidos em diversos estudos. Pode-se inferir que a maior quantidade de ácidos presentes na banha suína são o ácido palmítico (C16:0) e o ácido oleico (C18:1). O ácido palmítico é um ácido saturado, ou seja, possui apenas ligações simples e é composto por uma cadeia de 16 carbonos. Já o ácido oleico é um ácido insaturado com 18 carbonos em sua cadeia e uma ligação dupla cis no carbono C-9. É possível comparar também a variação da composição de ácidos graxos presentes na banha suína obtida de diferentes raças de suínos (AZIR et al. 2017; CODEX ALIMENTARIUS, 2021; FADZILLAH et al., 2016; GUSTONE, 2008; MIKLOS et al., 2015; MILLMAN et al., 2019; ROHMAN et al., 2012; SERRA et al., 2014; SILVA et al., 2011).

Tabela 1 – Composição química típica da banha suína.

Referências	C14:0 (%)	C16:0 (%)	C16:1 (%)	C:18:0 (%)	C:18:1 (%)	C18:2 (%)	Demais ác. Graxos (%)
Azir et al. (2017)	-	22,55	1,22	0,36	19,29	32,41	-
<i>Codex Alimentarius</i> (2021)	1,0-2,5	20-30	2,0-4,0	8-22	35-55	4-12	<10,2
Fadzillah et al. (2016)	1,11±0,02	23,37±0,22	1,50±0,02	13,26±0,18	40,15±0,31	17,29±0,09	-
Gustone (2008)	1,4	24,9	2,8	14,1	43,1	10,7	-
Miklos et al. (2015)	1,5	28,6	-	18,1	39,7	9,9	2,28
Millman et al. (2019)	-	14,4	-	6,9	27,4	-	-
Rohman et al. (2012)	1,30 ± 0,03	20,66 ± 0,024	1,98 ± 0,01	10,91 ± 0,12	39,13 ± 0,09	19,56 ± 0,04	4,02 ± 0,14
Serra et al. (2014)	1,19	18,86	2,45	8,64	41,15	7,33	2,81
Serra et al. (2014)	1,38	21,16	1,41	13,13	34,04	8,37	2,27
Silva et al. (2011)	1,5±0,2	24,9±1,1	2,2±0,11	12,2±0,2	39,0±0,7	15,7±0,2	4,4±0,2
Yan et al. (2020)	1,49	28,80	1,52	20,50	33,71	10,90	-

Legenda: (-) Literatura não dispôs da informação.

Fonte: Autoria própria (2023).

A banha suína para estar adequada ao seu uso pretendido, além de apresentar a composição essencial conforme apresentado anteriormente, esta deve possuir também um padrão de qualidade mínimo conforme apresentado no *Codex Alimentarius* (2021) e exposto no Quadro 1, que traz os padrões de coloração, textura, odor, acidez e índice de peróxidos.

Quadro 1 – Padrão de qualidade da banha suína.

Característica	Padrão
Coloração	Branco (quando sólido)
Textura	Creoso
Odor	Isento
Acidez	1,3 mg KOH/g
Índice de Peróxidos	5 meq/kg

Fonte: Adaptado de *Codex Alimentarius* (2021).

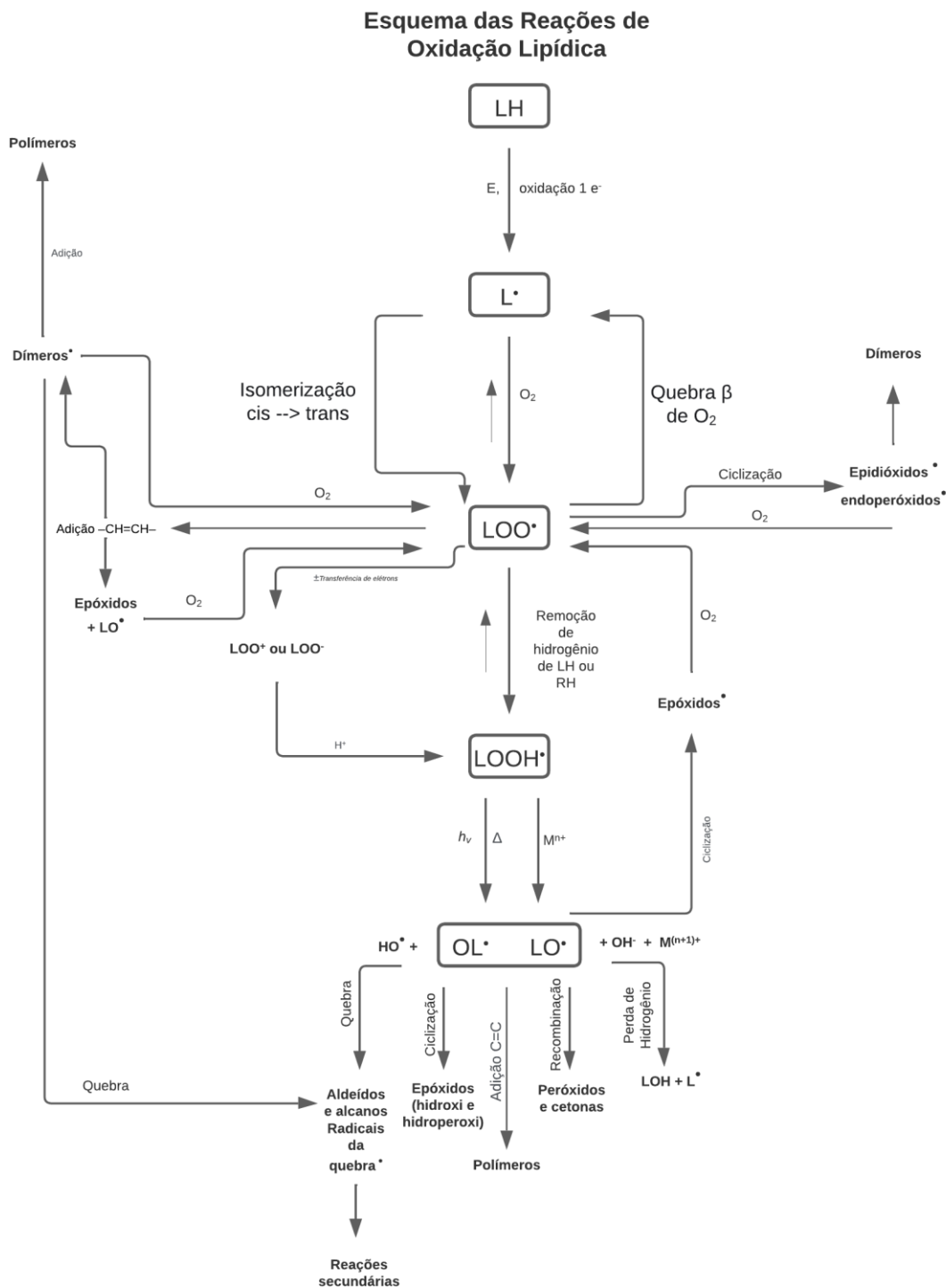
3.3 OXIDAÇÃO E DEGRADAÇÃO

Uma das maiores preocupações nas indústrias de alimentos está relacionado a oxidação de óleos e gorduras, pois acarretam em perda de qualidade e *shelf-life* dos produtos. Existem três tipos principais de oxidação: auto oxidação, foto-oxidação e oxidação enzimática, sendo a mais comum a auto oxidação (HU; JACOBSEN, 2016; NASERI et al., 2018).

A auto oxidação é caracterizada por uma reação em cadeia que inicia com a formação de hidroperóxidos e é dividida em três etapas: iniciação, propagação e terminação. A primeira etapa de iniciação pode ser catalisada pela presença de iniciadores como metais, luz, radicais livres e/ou temperatura, assim os ácidos graxos reagem com o oxigênio presente no ambiente e formam o primeiro radical livre de peróxido, pela perda de hidrogênio da molécula. Este radical livre reage com outro ácido graxo e formando o hidroperóxido que é considerado um produto primário na reação de oxidação e não impacta sensorialmente no produto, porém não é estável. Desta forma, os hidroperóxidos formados nas reações em cadeia podem reagir e produzir aldeídos, álcoois, cetonas, ácidos orgânicos, entre outros compostos químicos que impactam negativamente no produto, podendo atribuir o odor e sabor indesejável de oxidação (HU; JACOBSEN, 2016).

Além das reações básicas de oxidação de lipídios podem ocorrer reações paralelas e em taxas competitivas com as usuais. A Figura 4 traz um esquema destas reações de oxidação que podem ocorrer em paralelo as reações tradicionais, apresentando ao centro da figura as reações principais envolvendo os radicais peróxidos formados pela perda de hidrogênio, formação de hidroperóxidos e reações de terminação com formação de outros compostos químicos. Outras reações que competem com a reação principal são representadas no esquema como: quebra da ligação β do oxigênio, adição de ligações duplas, rearranjo da molécula, entre outras. Estas reações geram novos radicais livres durante o processo de oxidação e sua proporção com a reação principal é determinada pela presença de ligações duplas nos lipídios em questão, presença de solventes, temperatura, além de reações que podem ocorrer devido à presença de antioxidantes e proteínas considerados doadores de hidrogênio.

Figura 4 – Esquema da oxidação lipídica.



Fonte: Adaptado de Schaich (2020, p. 5)

3.3.1 Impacto da degradação térmica nas gorduras

O uso de temperatura para preparo de alimentos é extremamente comum na dieta da população, assim como no processamento industrial do produto e, no caso da banha suína, esta passa por aquecimento com corrente de vapor que leva à fervura da gordura, sendo que o material pode chegar a temperaturas na faixa de 100 a 200 °C (ZHUANG et al., 2022).

Estes processos de refino e secagem da banha suína são as etapas mais importantes do processo visto que conferem um sabor agradável ao produto além da coloração característica. Porém, caso este processo não esteja devidamente ajustado e padronizado poderá haver a geração de produtos de oxidação decorrentes de processos de hidrólise e oxidação da gordura, visto que está exposta ao oxigênio e a presença de água sob altas temperaturas (ZHUANG et al., 2022).

Neste processo térmico poderá haver a formação de radicais livres que reagem formando outros compostos como peróxidos, aldeídos, cetonas, entre outros, que quando são consumidos podem apresentar efeitos negativos na saúde humana (ZHUANG et al., 2022).

Os fatores que afetam a oxidação de gorduras estão sendo estudados e o que apresentou maior relevância em estudos já realizados foi a temperatura. Um estudo recente mostrou que houve aumento significativo nos produtos de oxidação da manteiga quando se eleva a temperatura. Com relação ao tempo de aplicação da temperatura, os produtos de oxidação mantiveram-se constantes (JIANG et al., 2013; ZHUANG et al., 2022).

Outro estudo relativo a banha suína aplicou temperaturas de 100 a 200 °C e verificou a influência com relação aos produtos de oxidação. Pode-se inferir através de resultados de composição através de cromatografia gasosa e espectrometria de massas que para evitar o aumento de compostos relacionados a oxidação da gordura, deve-se evitar temperaturas altas, além de que o aumento destas substâncias indesejáveis traz proporcionalmente a redução dos ácidos graxos naturalmente presentes na gordura em questão, visto que estes são degradados (ZHUANG et al., 2022).

3.4 ANÁLISES DE QUALIDADE DE GORDURAS

As gorduras, de uma forma geral, podem sofrer a ação de diversos fatores que são capazes de reduzir o seu conteúdo energético, alterar suas características físico-químicas e sua composição. Por conta disso, faz-se necessário aplicar um rigoroso controle de qualidade para as gorduras utilizadas em formulações, com objetivo de determinar a composição e aplicabilidade destas (VERUSSA, 2015).

Com base no exposto anteriormente e no apresentado pelo *Codex Alimentarius* (2021), são comumente analisados os parâmetros de índice de peróxidos, cor, rancidez, compostos polares e composição da gordura.

3.4.1 Índice de Peróxidos

O índice de peróxidos (IP), do inglês *peroxide value* (PV), é um indicador da qualidade de óleos e gorduras, que apresenta o estado de oxidação primário de um material através da quantidade de peróxidos e hidroperóxidos presentes, os quais estão relacionados a deterioração do sabor e odor do produto, indicando que este está rancificado (DUNFORD, 2016).

Este método determina a quantidade de substâncias presentes na amostra que oxidam o iodeto de potássio, através da titulação do iodo produzido pela reação dos peróxidos e hidroperóxidos com o iodeto de potássio adicionado como agente redutor (CHRISTIE; HAN, 2010).

A determinação do IP é uma das análises mais comuns aplicáveis a óleos e gorduras, sendo obtido em miliequivalentes de peróxidos por 1000g de amostra. O padrão para óleos e gorduras frescos é menor de 1 meq/kg e valores acima de 5 meq/kg indicam deterioração destes (NASERI et al., 2018).

3.4.2 Cor

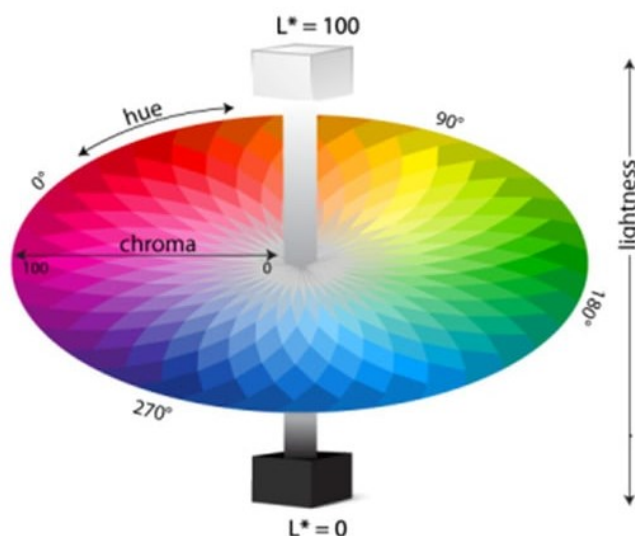
A análise de cor é comumente utilizada nas indústrias de alimentos para verificar a conformidade do processo de formulação e preparo do alimento, além de verificar se o produto se apresenta dentro do padrão especificado de qualidade. Usualmente as cores das amostras são avaliadas pelo olho humano frente a um padrão já existente, porém deve-se ter em mente que o condutor da análise deve ter

a percepção e experiência com relação ao que se está avaliando. Desta forma, é considerado um método de baixo custo e ágil, porém que pode apresentar resultados inexatos, visto as diferenças entre analistas e suas respectivas percepções. Desta forma, para resultados fidedignos pode-se aplicar os métodos baseados em escalas padronizadas de cores e que utilizem equipamentos adequados para avaliação equivalente em todas as amostras (FAIRCHILD, 2013; HADI et al., 2021).

Os sistemas de escalas padronizadas de cores mais comuns são os elaborados pela The Commission Internationale de l'Eclairage (CIE), no qual baseia-se em três coordenadas para identificação da cor no espaço. O modelo CIE L^*C^*h é baseado em coordenadas cilíndricas, ou seja, busca mapear a coloração da amostra em no espaço de três dimensões, onde L^* é definido como luminosidade, variando em uma escala de zero que corresponde ao preto e 100 que corresponde ao branco, C^* é definido como cromaticidade, o qual valores mais baixos estão no centro, correspondente a cores mais cinzas, enquanto valores mais altos correspondem a cores mais puras e saturadas. Por fim, o h é definido como matiz ou tonalidade, que varia em torno do equador do círculo, apresentando em zero graus a coloração vermelha e movendo-se no sentido anti-horário tem-se amarelo, verde e azul (DELGADO-GONZÁLEZ et al., 2018; HADI et al., 2021).

A Figura 5 apresenta o esquema simplificado do mapeamento de cores no sistema CIE L^*C^*h , onde L equivale a luminosidade, do inglês *Lightness*; C equivale a cromaticidade, do inglês *Chroma*; e por fim, h equivale a tom, do inglês *Hue*.

Figura 5 – Esquema simplificado do sistema CIE L^*C^*h .



Fonte: Adaptado de DIMITROVA et al. (2022, p. 4).

As análises de cor podem ser executadas com auxílio de equipamentos chamados colorímetros. Estes equipamentos geralmente emitem um feixe de luz sobre a amostra quando acionados e medem o que é refletido por esta. Os instrumentos são comumente equipados com uma fonte de luz, um detector e filtros. As medições realizadas com estes equipamentos são aplicáveis para amostras simples, não sendo aplicáveis para multicamadas e são menos precisas do que as análises via espectrofotometria, visto o envelhecimento dos filtros dos instrumentos (DIMITROVA et al., 2022; HEIMER; SCHMIDLIN; STAWARCZYK, 2017; RAGAIN, 2016).

3.4.3 Rancidez

A análise de rancidez de gorduras serve para detectar alterações de odor e/ou sabor decorrentes do processo de rancidez oxidativa, causada pela ação do oxigênio atmosférico, ou rancidez cetônica, causada pela ação de microrganismos. É um teste colorimétrico que aponta a positividade ou negatividade para rancidez na amostra em questão, sendo que quando há presença de substâncias rançosas a amostra tende para a coloração vermelha e, para quantificação é comumente utilizado a espectrofotometria na região UV-Vis (IAL, 2008).

Este teste é importante para verificar em qual estágio de oxidação encontra-se a amostra, visto que os reagentes como floroglucinol irão interagir com os aldeídos resultantes do processo de oxidação secundário, apresentando assim a devida coloração avermelhada (IAL, 2008).

3.4.4 Compostos Polares

A análise de compostos polares em óleos e gorduras é um indicador da qualidade, principalmente em amostras que passaram por aquecimento, visto as reações de polimerização que podem ocorrer neste processo. Estes compostos polares consistem em triacilglicerídeos diméricos formados através do processo de polimerização térmica dos triacilglicerídeos, ácidos graxos livres, mono e diacilglicerídeos formados por clivagem hidrolítica. Sabe-se que estes compostos são encontrados nos produtos comerciais refinados, porém para garantir a qualidade e

shelf-life do produto, o ideal é que a quantidade de compostos polares seja pequena, além de que estes serão naturalmente formados no processo de aquecimento durante o uso, desta forma, excessivas quantidades de compostos polares aceleram a deterioração de óleos e gorduras (DUNFORD, 2016; WANG et al., 2018).

A forma mais comum para determinação da quantidade de compostos polares em óleos e gorduras é através da separação em coluna cromatográfica, usualmente com sílica, utilizando solventes polares e não polares, e pesagem, assim pode-se determinar a massa de ambas as frações presentes na amostra (WANG et al., 2018).

3.4.6 Perfil por Cromatografia Gasosa

A técnica de cromatografia gasosa é uma das mais utilizadas para separação, identificação e quantificação de lipídios. Esta técnica consiste na vaporização dos compostos em uma mistura e o movimento destes através da coluna, sendo carregados por uma corrente gasosa sob pressão. A partir do tempo de retenção dos compostos na coluna é possível identificá-los e compará-los com padrões. Este tempo é detectado pelo sistema na forma de voltagem, gerando picos através do tempo e formando o cromatograma. O tempo de retenção está relacionado diretamente com a interação do composto com o solvente e com o material da coluna cromatográfica. É possível também quantificar os compostos presente na amostra em questão com base na área dos picos (HÜBSCHMANN, 2015).

Por conta da diversidade de ácidos graxos que variam o comprimento da cadeia carbônica, o número de ligações duplas, a configuração das ligações duplas, posição do ácido graxo na molécula de glicerol e a quantidade de ácidos graxos insaturados e saturados presentes na amostra é preciso identificá-los, pois são fatores que podem influenciar na digestibilidade e energia absorvida quando consumido, e também no processo produtivo e de armazenamento deste material (LARA et al., 2005).

A determinação do perfil de ácidos graxos geralmente é obtida pela técnica de cromatografia gasosa, assim é possível realizar a separação cromatográfica e determinar quais compostos são identificados via tempos de retenção (CHRISTIE, 1994).

4 MATERIAL E MÉTODOS

Trata-se de uma pesquisa de caráter aplicado e exploratório, aplicando-se uma metodologia experimental e laboratorial, na qual busca obter dados da etapa de secagem da banha suína em laboratório, que forneçam informações sobre a correlação das variáveis independentes com as variáveis resposta, a fim de avaliar os efeitos da temperatura e tempo nas propriedades físico-químicas e na composição de ácidos graxos do material em questão.

4.1 MATERIAL

Coletou-se a gordura suína utilizada na realização deste estudo no setor de refinaria em uma agroindústria de produção de carne suína da região oeste do estado do Paraná, no mês de setembro de 2022. Realizou-se a amostragem logo após a etapa de lavagem da gordura e armazenou-se em frascos plásticos herméticos em refrigerador em temperatura de 5 °C, até o momento da secagem em laboratório.

Para as análises, utilizou-se reagentes PA adquiridos em comércios especializados.

4.2 MÉTODOS

O estudo refere-se a uma pesquisa experimental aplicada a partir de um planejamento experimental fatorial otimizado, delineamento composto central, que segundo Montgomery (2012), consiste em reconhecer e definir um problema, escolher as variáveis de influência e as de resposta, delinear e executar os experimentos, e por fim, analisar os resultados estatisticamente e elaborar as conclusões pertinentes.

O módulo para secagem da banha suína apresentado na Figura 6 é um tanque de aço inox circular com 27,5 cm de diâmetro e 15 cm de profundidade dotado de aquecimento por resistência elétrica com controle de temperatura proporcional integral derivativo (PID). Adaptou-se o equipamento em escala laboratorial para a realização desta etapa no FabLab da UTFPR – Francisco Beltrão a partir de um equipamento comercial.

Figura 6 – Módulo para secagem da banha suína.



Fonte: Autoria própria (2023).

4.2.1 Experimentos e Planejamento Fatorial

Realizou-se a avaliação da secagem da banha suína a partir de um delineamento composto central, 3^2 com três repetições no ponto central, totalizando 11 experimentos, onde as temperaturas utilizadas foram 130, 155 e 180 °C, e os tempos utilizados foram 1, 5 e 9 horas. Em cada experimento utilizou-se 1 kg de banha suína em temperatura ambiente ($25\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$).

Conduziu-se os experimentos de forma contínua, ou seja, definiu-se a temperatura a ser avaliada e coletou-se as amostras nos tempos pré-determinados.

Tabela 2 – Planejamento Experimental 3^2 para secagem da banha suína.

Experimentos	Variáveis Codificadas		Variáveis Reais	
	X ₁	X ₂	Temperatura (°C)	Tempo (horas)
1	-1	-1	130	1
2	-1	0	130	5
3	-1	+1	130	9
4	+1	-1	180	1
5	+1	0	180	5
6	+1	+1	180	9
7	0	-1	155	1
8	0	+1	155	9
9	0	0	155	5
10	0	0	155	5
11	0	0	155	5

Fonte: Autoria própria (2023).

Após a execução dos experimentos, realizou-se as coletas de cada amostra de banha suína e imediatamente executou-se as análises propostas

A partir do planejamento experimental proposto, avaliou-se as seguintes respostas: IP (índice de peróxidos, meq_{peróxidos}/g_{amostra}), RA (rancidez, abs/g), CP (compostos polares, %), CE (cor, abs), CC (cor, sem unidade) e CG (Cromatografia em Fase Gasosa, UA).

4.2.2 Análises

Após execução do planejamento experimental, coletou-se as amostras e realizou-se as análises em duplicata.

4.2.2.1 Índice de Peróxidos

Avaliou-se o índice de peróxidos considerando-se o método Cd 8-53 descrito no The American Oil Chemists' Society (AOCS, 1997). Pesou-se 5 g da amostra em um frasco de 250 mL, adicionou-se 30 mL da solução 3:2 ácido acético glacial-

clorofórmio e agitou-se até a dissolução da amostras. Após, adicionou-se 0,5 mL da solução saturada de iodeto de potássio. Manteve-se a solução em repouso por um min, agitou-se ao menos três vezes durante o período e após adicionou-se imediatamente 30 mL de água destilada. Adicionou-se 0,5 mL do indicador de amido 1%, preparado previamente sob aquecimento. Após, titulou-se a solução sob agitação com uma solução 0,01 M de tiosulfato de sódio gota a gota até a cor azul desaparecer.

Para obtenção do índice de peróxidos em meq de peróxidos x 1000g⁻¹ da amostra, aplicou-se a Equação 1.

$$IP = \frac{(S-B) * M * 1000}{m} \quad (\text{Eq. 1})$$

Em que: IP = índice de peróxidos (meq_{peróxidos}/g_{amostra});
 S = volume do titulante (mL);
 B = volume do titulante no branco (mL);
 M = molaridade da solução do tiosulfato de sódio (mol/L);
 m = massa da amostra (g).

4.2.2.2 Cor

Realizou-se as análises de cor por dois métodos: espectrofotometria e colorimetria.

4.2.2.2.1 Cor por Espectrofotometria

Realizou-se a análise de cor por espectrofotometria baseando-se no método descrito por Chandrasekara e Shahidi (2011), no qual pesou-se 0,25 g de amostra e diluiu-se em 5 mL de clorofórmio. Preparou-se o branco apenas com clorofórmio. Realizou-se a leitura da solução contendo a amostra e do branco em espectrofotômetro *UV-VIS* (Perkin Elmer-Lambda XLS) a 420 nm. Os resultados foram expressos em unidades de absorbância.

4.2.2.2.2 Cor por Colorimetria

Realizou-se a análise de cor em colorímetro (Konica Minolta - Chroma Meter CR-400/410) no qual obteve-se as coordenadas L^* - luminosidade, C^* - cromaticidade e h - tom, conforme descrito por Kondekar e Bodhe (2018) a partir de uma amostra de 0,5 g sob temperatura ambiente (25 ± 2 °C), sendo realizada a leitura em duplicata.

4.2.2.3 Índice de Kreis (Rancidez)

As análises da rancidez das amostras foram realizadas a partir do método de Kreis descrito por Vaghela, Chaudhary e Mehta (2018). Pesou-se 0,2 g da amostra em tubo de ensaio e adicionou-se 3 mL de clorofórmio para dissolução. Após, adicionou-se 6 mL do reagente A (30% de ácido tricloroacético em ácido acético glacial), 1 mL do reagente B (1% de floroglucinol em ácido acético glacial) e agitou-se o tubo. Manteve-se o tubo em repouso por 15 min a 37 °C e resfriado por 3 min. Preparou-se o branco contendo a amostra e adicionou-se 6 mL do reagente A. Realizou-se a leitura em espectrofotômetro *UV-Vis* (Perkin Elmer - Lambda XLS) a 540 nm.

O resultado foi calculado utilizando-se a Equação 2:

$$RA = \frac{d}{m} \quad (\text{Eq. 2})$$

Em que: RA = rancidez da amostra (abs/g);

d = densidade óptica (abs);

m = massa da amostra (g).

4.2.2.4 Compostos Polares

Realizou-se a análise de compostos polares a partir do método descrito por Dobarganes, Velasco e Dieffenbacher (2000), no qual introduziu-se um pedaço de algodão na parte inferior da coluna cromatográfica de 1 cm de diâmetro, adicionou-se 5 mL do solvente éter de petróleo e éter dietílico na proporção 90/10 (v/v) (solvente 1) e removeu-se o ar pressionando-se o algodão. Após, preparou-se uma solução de 5

g de sílica gel 0,063-0,200 mm em 10 mL do solvente 1, adicionou-se na coluna e retirou-se o solvente até o nível da sílica pelo dreno. Em seguida, adicionou-se 1 g de areia purificada. Na sequência, pesou-se 1 g de amostra, diluiu-se em 8 mL do solvente 1 e adicionou-se 5 mL da amostra diluída na coluna cromatográfica. Realizou-se a eluição de 60 mL do solvente 1 na velocidade de 1,5 mL/min em béquer previamente seco e pesado. Posteriormente, realizou-se a eluição de 50 mL do solvente éter dietílico (solvente 2) na velocidade de 1,5 mL/min em béquer previamente seco e pesado. Realizou-se a evaporação dos solventes em estufa a 60 °C e após, pesou-se os béqueres.

4.2.2.5 Análise Cromatográfica por CG

A análise do perfil de ácidos graxos da banha suína foi realizada em duas etapas, sendo a preparação dos ésteres metílicos por meio de ácidos graxos e a análise cromatográfica destes.

Foi realizada a derivatização das amostras obtidas por reação de metilação dos ácidos graxos conforme método 5509 proposto pela *International Organization for Standardization* (ISO, 1978). Pesou-se aproximadamente 0,1 g de gordura em um tubo, adicionou-se 2 mL de *n*-heptano e agitou-se. Em seguida, adicionou-se 2 mL de solução de KOH 2,0 mol/L em metanol e agitou-se por 20 s. Após separação das fases, coletou-se sobrenadante para posterior análise no cromatógrafo a gás.

A análise cromatográfica foi realizada utilizando-se a técnica de cromatografia em fase gasosa para separar os ésteres metílicos de ácidos graxos (EMAG) com um cromatógrafo em fase gasosa (Shimadzu -GC 2010) equipado com injetor Split/splitless (Shimadzu - AOC 20i e detector de ionização por chama e coluna capilar de sílica fundida (Supelco - F.S.CA.SP-2560), medindo 100 m x 0,25 mm x 20 µm de fase estacionária. O modo de injeção utilizado foi *Splitless*, onde foi configurada a temperatura do injetor a 260 °C, a temperatura inicial da coluna de 140 °C nos primeiros 5 min, aumentando-se 2,4 °C por min até atingir 240 °C por 17 min, com vazão do gás de arraste (hélio 5.0) de 1,21 mL/min, e a operação do detector de ionização de 260 °C utilizando ar sintético e hidrogênio sendo o tempo total de corrida de 60 min.

A identificação dos ácidos graxos foi realizada por comparação do tempo de retenção do mix de padrões analíticos da Sigma Aldrich identificado como 18919-1 AMP, o qual apresenta 37 padrões de metil ésteres de ácidos graxos.

4.3 ESTATÍSTICA

Empregou-se a análise de variância (ANOVA) para as variáveis de caracterização (índice de peróxidos, cor por espectrofotometria, cor por colorímetro, índice de Kreis, compostos polares), seguidas do teste de Tukey. O nível de significância foi de 5% para todos os experimentos.

Para o tratamento dos dados e aplicação da metodologia de superfícies de resposta utilizou-se o software STATISTICA 14, no qual baseou-se na análise de variância (ANOVA) para o modelo linear e linear quadrático. Testou-se ambos os modelos em todas as variáveis resposta e escolheu-se o melhor ajuste para cada uma. Avaliou-se também a distribuição dos resíduos, gráficos de Pareto, coeficientes de determinação R^2 , falta de ajuste para ambos os modelos, superfícies de resposta e gráficos de contorno. Removeu-se da análise os efeitos não significativos (p -valor < 95%).

Para as variáveis respostas de caracterização e para o perfil de ácidos graxos foram realizadas as análises multivariadas de Componentes Principais (ACP) para avaliar a relação entre as variáveis respostas e os níveis de temperatura e tempo. Para a ACP foram utilizados os pacotes FactoMineR (HUSSON et al., 2008) e factoextra (KASSAMBARA; MUNDT, 2020). A partir da matriz de correlação foram obtidos os autovalores e autovetores e a combinação linear dos parâmetros avaliados. Os resultados foram expressos pelo gráfico bidimensional (biplot).

As análises estatísticas foram realizadas com auxílio do software R (R Core Team, 2022).

5 RESULTADOS E DISCUSSÕES

Para elaboração do delineamento experimental, fez-se um mapeamento da etapa de secagem pelo período de 12 h nas temperaturas propostas e avaliou-se os resultados obtidos de cada variável resposta. Observou-se que houve grande variação nos resultados das variáveis respostas nas temperaturas 130 °C e 180 °C e nos tempos 1h e 9h, desta forma, definiu-se com base nisso o tempo intermediário de 5h e temperatura intermediária de 155 °C.

Os resultados experimentais obtidos a partir do planejamento experimental composto central 3² proposto para a etapa de secagem da banha suína estão apresentados na Tabela 3. Estão descritas as médias observadas, desvios padrões e os resultados do teste de Tukey para as variáveis resposta para os experimentos do modelo. Além destes, apresenta-se também os dados obtidos na amostra de controle negativo, sem tratamento.

Tabela 3 – Valor médio das variáveis resposta do planejamento experimental.

Tratam.	Temp. (°C)	Tempo (h)	Variáveis Resposta			
			Índice de Peróxidos (meq/kg)	Cor (Abs)	Compostos Polares (%)	Índice de Kreis (Abs/g)
1	130	1	9,34 ± 0,43 ^e	0,224 ± 0,002 ^e	1,23 ± 0,02 ^e	2,57 ± 0,01 ^f
2	130	5	21,99 ± 0,43 ^d	0,226 ± 0,003 ^e	3,85 ± 0,04 ^{de}	9,70 ± 0,00 ^c
3	130	9	38,86 ± 0,43 ^b	0,233 ± 0,004 ^e	5,48 ± 0,03 ^{cd}	14,69 ± 0,01 ^a
4	180	1	19,88 ± 0,85 ^d	0,332 ± 0,002 ^b	2,39 ± 0,01 ^{de}	6,87 ± 0,00 ^d
5	180	5	7,53 ± 2,13 ^{ef}	0,335 ± 0,006 ^b	14,37 ± 0,03 ^b	4,15 ± 0,05 ^e
6	180	9	5,12 ± 0,43 ^f	0,350 ± 0,004 ^a	20,67 ± 0,28 ^a	2,08 ± 0,01 ^g
7	155	1	30,72 ± 0,85 ^c	0,233 ± 0,002 ^e	2,71 ± 0,01 ^{de}	2,57 ± 0,00 ^f
8	155	9	56,33 ± 1,28 ^a	0,277 ± 0,003 ^c	15,51 ± 0,03 ^b	11,02 ± 0,00 ^b
9	155	5	53,01 ± 1,21 ^a	0,261 ± 0,004 ^d	7,54 ± 1,60 ^c	9,73 ± 0,03 ^c
Controle			5,72 ± 0,43	0,216 ± 0,001	0,30 ± 0,00	0,08 ± 0,00

Análises realizadas em duplicata.

Médias com a mesma letra na mesma coluna não apresentam diferença estatística ($p > 0,05$) no teste de Tukey.

Fonte: Autoria própria (2023).

Os valores brutos calculados para as respostas IP, Cor, CP e IK foram tratados empregando-se a metodologia de superfície resposta (MSR) pelo modelo de

composto central, para os fatores temperatura e tempo e discutidos nas seções subsequentes.

5.1 Análise do índice de peróxidos via MSR

Verificou-se dentre os modelos testados o que representou mais adequadamente os dados obtidos para o índice de peróxidos foi o modelo linear quadrático, com maior coeficiente de determinação R^2 e falta de ajuste não significativa.

A partir da análise de variância e do modelo ajustado para a variável resposta, pode-se afirmar que o modelo preditivo linear quadrático se apresentou altamente significativo ($p < 0,05$) (Apêndice 2). Nota-se ainda que os resultados da análise do erro corroboram com os coeficientes de determinação R^2 e R^2_{aj} de 99,70% e 99,58%, respectivamente. O modelo não apresentou falta de ajuste significativa e a análise gráfica dos resíduos resultou em distribuição normal. Desta forma, é possível afirmar que o modelo linear quadrático em questão é capaz de descrever o comportamento do índice de peróxidos sob as condições de tempo e temperatura propostos.

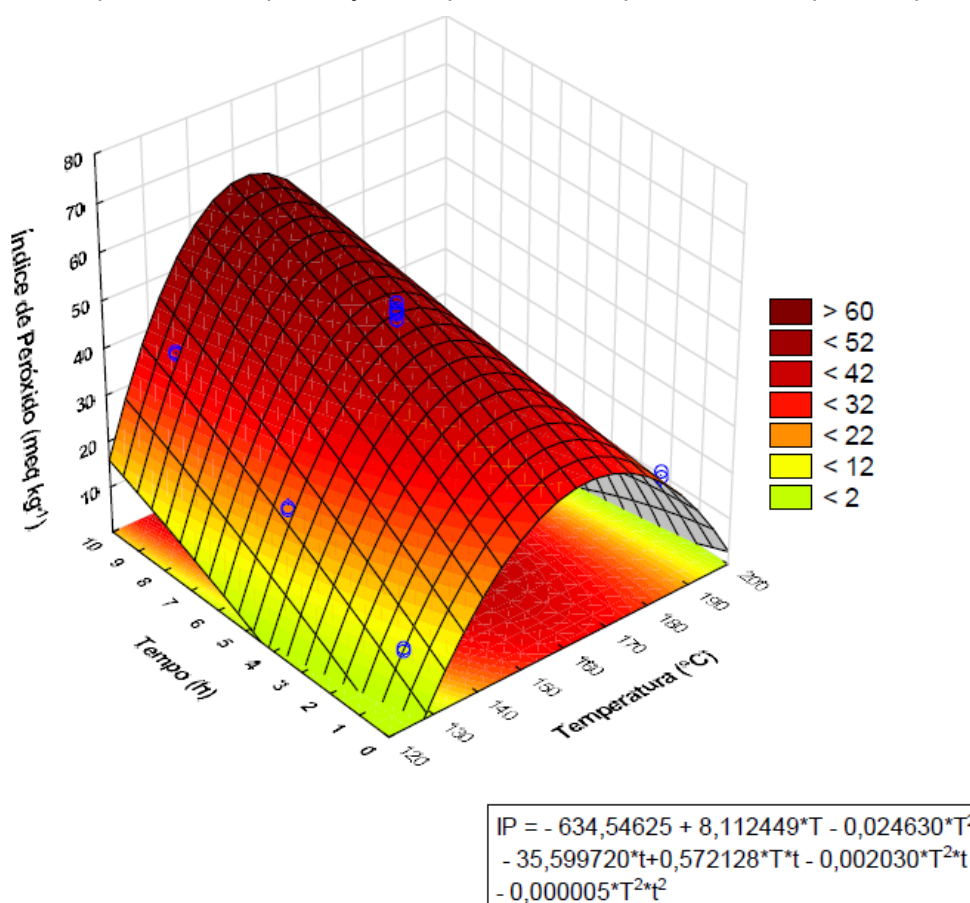
A seguir obteve-se a respectiva equação do modelo proposto. Pela análise dos coeficientes da equação do modelo (Figura 7) pode-se verificar que para a variável resposta IP, a temperatura (T) desempenhou um efeito positivo para a resposta, ao contrário do tempo (t), que contribuiu negativamente para a resposta. Os efeitos combinados de temperatura e tempo ($T*t$) contribuíram positivamente para o índice de peróxidos e, os efeitos quadráticos (T^2 , T^2*t e T^2*t^2) sugerem o comportamento da superfície de resposta apresentada (Figura 9), onde os efeitos destes coeficientes foram negativos e representam a parábola com concavidade para baixo.

Os valores mais desejáveis para o índice de peróxidos é a condição de ponto mínimo. É possível observar na Figura 7 que as regiões que apresentam os menores índices de peróxidos são as de temperatura e tempo de secagem inferiores. Nota-se também que a temperatura influenciou mais na variação do teor de IP do que o tempo em para esta resposta.

Este comportamento é o esperado e também descrito na literatura, pois as reações em cadeia que formam os peróxidos são facilitadas quando há aumento de temperatura. Desta forma, temperaturas mais baixas apresentam menores índices de peróxidos e, com relação as temperaturas altas, estes resultados são previstos em

razão de que os peróxidos são compostos intermediários e instáveis nas reações em cadeia. Assim, são facilmente decompostos e formam outros compostos químicos como aldeídos, cetonas e epóxidos, entre outros, que são mais estáveis. Porém, isto não significa que a amostra não está oxidada e, para confirmação é preciso realizar outras análises complementares (KALEEM et al., 2015; LI et al., 2022; NDUKA et al., 2021).

Figura 7 – Superfície de resposta ajustada para índice de peróxidos x tempo x temperatura.



Fonte: Autoria própria (2023).

5.2 Análise dos compostos polares via MSR

Verificou-se dentre os modelos testados o que representou mais adequadamente os dados obtidos foi o modelo linear quadrático, com maior coeficiente de determinação R^2 e falta de ajuste não significativa. Os efeitos da temperatura e tempo quadrático, combinação tempo quadrático e temperatura linear e combinação temperatura quadrática e tempo linear não foram significativos nesta análise, portanto foram removidos sem alteração significativa do ajuste.

A partir da análise de variância e do modelo ajustado para a variável resposta, pode-se afirmar que o modelo preditivo linear quadrático se apresentou altamente significativo ($p < 0,05$) (Apêndice 6). Nota-se ainda que os resultados da análise do erro corroboram com os resultados para os coeficientes de determinação R^2 e R^2_{aj} (97,19% e 96,53%, respectivamente). O modelo não apresentou falta de ajuste significativa e a análise gráfica dos resíduos resultou em distribuição normal. Desta forma, é possível afirmar que o modelo linear quadrático em questão é capaz de descrever o comportamento da análise de compostos polares sob as condições de tempo e temperatura propostos.

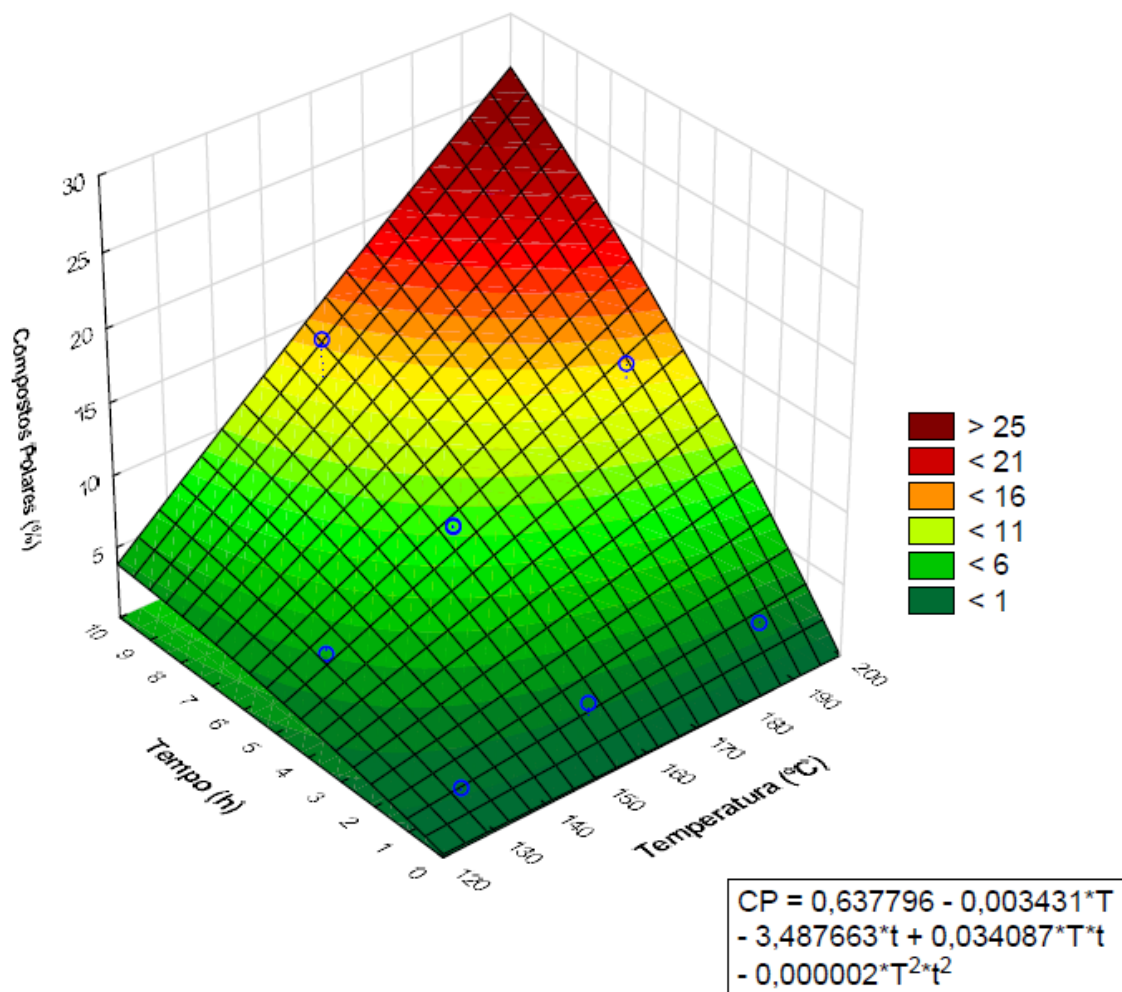
A seguir, obteve-se a respectiva equação do modelo proposto. Pela análise dos coeficientes da equação do modelo, pode-se verificar que para a variável resposta CP, a temperatura (T) desempenhou um efeito negativo para a resposta, assim como o tempo (t). Os efeitos combinados de temperatura e tempo lineares ($T*t$) contribuíram positivamente para o aumento da concentração de compostos polares, porém o efeito combinado e T^2*t^2 contribuiu negativamente, em pequena proporção se comparado aos demais fatores. Os efeitos quadráticos citados acima sugerem o comportamento da superfície de resposta apresentada (Figura 8), os quais caracterizam uma semi parábola com concavidade para cima, podendo-se afirmar que o valor mais desejável para compostos polares, no caso da banha suína, é a condição de ponto mínimo.

A Figura 8 apresenta a superfície de resposta obtida através da equação do modelo proposto. É possível que a região que apresenta as maiores concentrações (%) de compostos polares são as relativas aos tratamentos com tempo e temperatura elevadas, comparadas as demais condições. Notadamente a temperatura é o fator mais influente na variação de concentração de compostos polares nos parâmetros do modelo. Este comportamento é o esperado pois a temperatura é um fator degradante da gordura, o que desestabiliza e quebra as ligações dos compostos, podendo facilitar a formação de compostos polares. Uma vez produzido um composto polar, dependendo de sua estrutura e estabilidade, este pode ser um fator desencadeante de uma sequência de reações químicas que podem aumentar a porcentagem destes compostos na amostra analisada.

O comportamento descrito é similar ao obtido por Xu et al. (2019), o qual estudou a cinética de formação dos compostos polares especificamente em óleos de fritura, sendo analisados de 0 a 250 minutos em temperaturas entre 150 a 200 °C, porém com matrizes vegetais como óleo de algodão, óleo de palma, entre outros. Com

base no descrito nesta pesquisa, é possível verificar que o aumento na quantidade total de compostos polares está intimamente correlacionado ao aumento do tempo e temperatura de exposição da gordura, além de ser considerado um indicador de deterioração de gorduras (XU et al., 2019).

Figura 8 – Superfície de resposta ajustada para compostos polares x tempo x temperatura.



Fonte: Autoria própria (2023).

5.3 Análise do índice de Kreis via MSR

A partir dos dados brutos obtidos nos experimentos propostos (Tabela 3), realizou-se análise de variância dos modelos linear e linear quadrático para a variável resposta índice de kreis sendo que, o mais representativo foi o linear quadrático, com maior coeficiente de determinação R^2 e falta de ajuste não significativa. Todos os efeitos avaliados foram significativos nesta análise, portanto foram mantidos no ajuste.

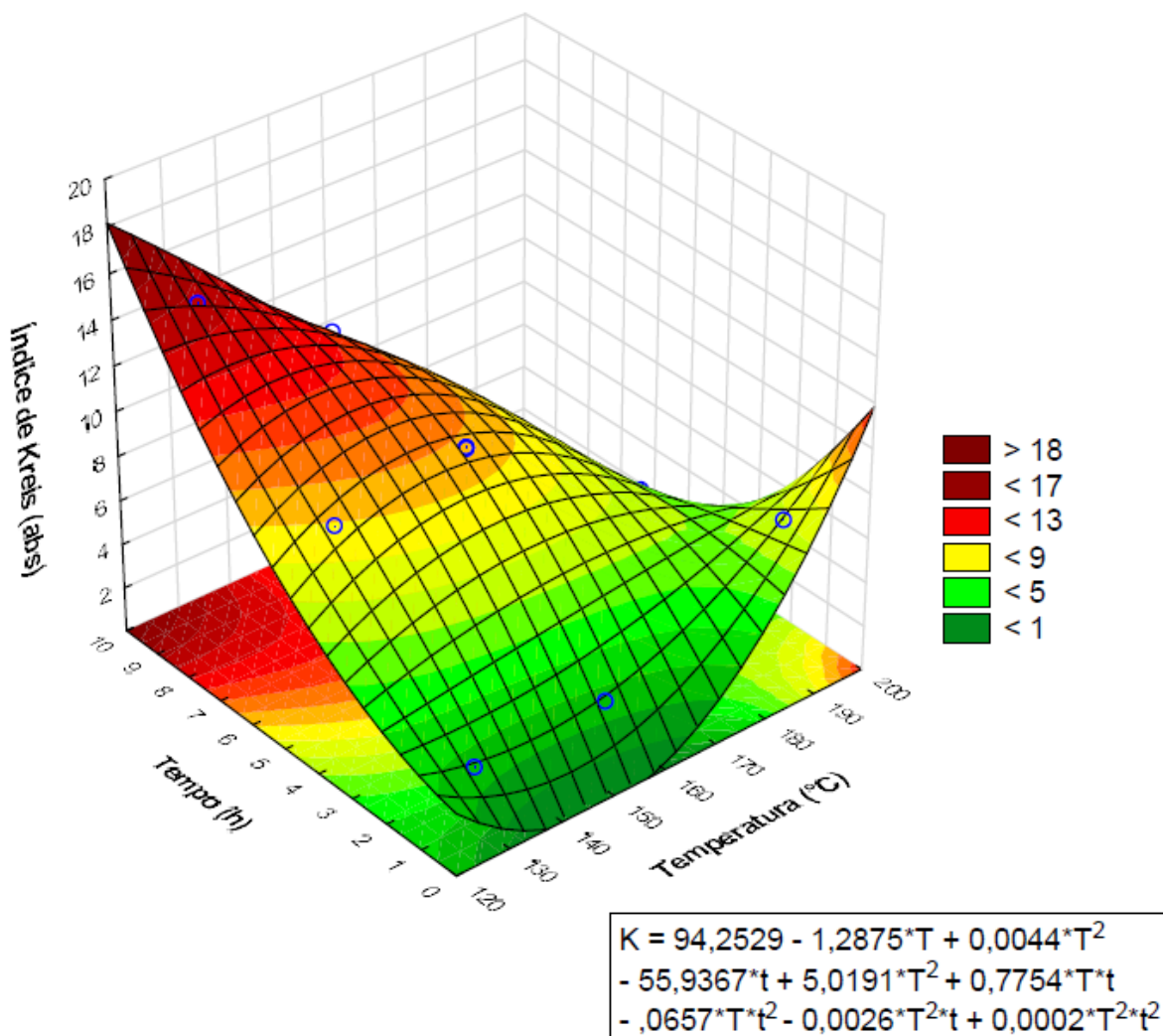
A partir da análise de variância, pode-se afirmar que o modelo se apresentou altamente significativo ($p < 0,05$) (Apêndice 8). Nota-se ainda que os resultados da análise do erro corroboram com os resultados para os coeficientes de determinação R^2 e R^2_{aj} (99,98% e 99,99%, respectivamente). O modelo não apresentou falta de ajuste significativa e a análise gráfica dos resíduos resultou em distribuição normal.

A seguir, obteve-se a respectiva equação do modelo proposto. Pela análise dos coeficientes da equação do modelo (Figura 9), pode-se verificar que para a variável resposta K, a temperatura (T) desempenhou um efeito negativo para a resposta, assim como o tempo (t). Os efeitos T^2 , t^2 e combinados de temperatura e tempo ($T*t$ e T^2*t^2) contribuíram positivamente para o aumento do índice de kreis, porém o efeito do combinado $T*t^2$ e T^2*t contribuíram negativamente, em pequena proporção se comparado aos demais fatores. Os efeitos quadráticos citados acima sugerem o comportamento da superfície de resposta apresentada (Figura 12), os quais caracterizam uma semi parábola com concavidade para cima, podendo-se afirmar que o valor mais desejável para índice de kreis, no caso da banha suína, é a condição de ponto mínimo situada na região de tempos mínimos e temperaturas baixas e/ou intermediárias.

A Figura 9 apresenta a superfície de resposta obtida através da equação do modelo proposto. É possível que a região que apresenta os maiores valores para índice de kreis são referentes aos tratamentos com tempo elevado e temperaturas baixas, se comparada as demais condições. Para esta resposta, o tempo influenciou mais a variação do índice de Kreis em tratamentos com valores baixos de temperatura.

Este comportamento é o esperado, pois as reações em cadeia, assim como para a variável resposta índice de peróxidos, são facilitadas quando há aumento de temperatura. A análise de índice de kreis tem como principal objetivo a determinação da rancidez secundária, ou seja, a formação dos compostos como os aldeídos e cetonas, que causam os *off odors* e *off flavors*, sendo uma análise extremamente sensível. Desta forma, quando se aplica temperaturas mais altas e/ ou maiores tempos de exposição, a tendência é que ocorra a formação destes compostos e conseqüentemente, o aumento do índice de kreis (MEHTA et al., 2018).

Figura 9 – Superfície de resposta ajustada para índice de kreis x tempo x temperatura.



Fonte: Autoria própria (2023).

5.4 Análise de cor por espectrofotometria via MSR

De forma análoga as demais respostas, a partir dos dados brutos obtidos nos experimentos propostos de acordo com a Tabela 3, verificou-se dentre os modelos testados o que representou mais adequadamente os dados obtidos foi o modelo linear quadrático, com maior coeficiente de determinação R^2 e falta de ajuste não significativa.

A partir da análise de variância e do modelo ajustado para a variável resposta, pode-se afirmar que o modelo preditivo linear quadrático se apresentou altamente significativo ($p < 0,05$) (Apêndice 4). Nota-se ainda que os resultados da análise do erro corroboram com os resultados para os coeficientes de determinação R^2 e R^2_{aj} (99,49% e 99,33%, respectivamente). O modelo não apresentou falta de ajuste

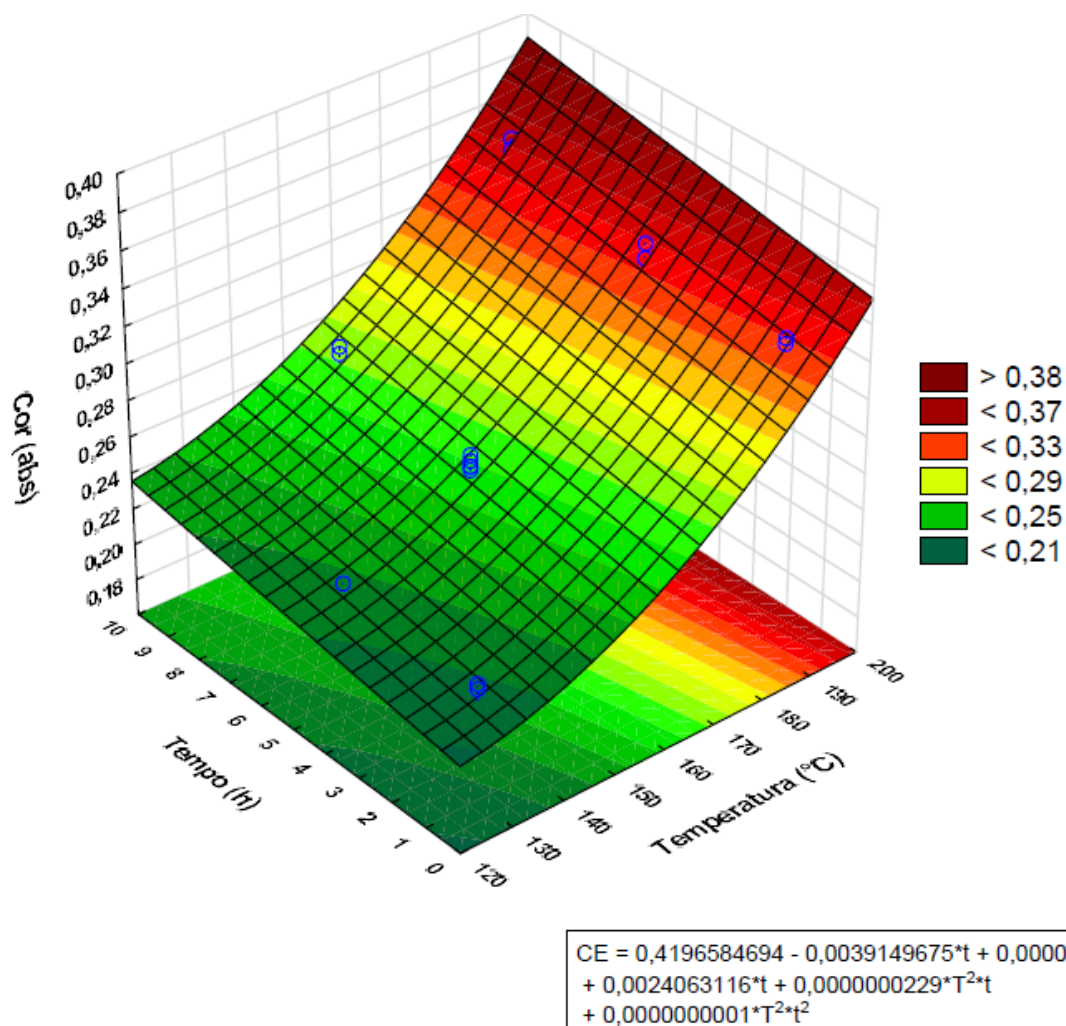
significativa e a análise gráfica dos resíduos resultou em distribuição normal. Desta forma, é possível afirmar que o modelo linear quadrático em questão é capaz de descrever o comportamento da análise de cor sob as condições de tempo e temperatura propostos.

A seguir, obteve-se a respectiva equação do modelo proposto. Pela análise dos coeficientes da equação do modelo (Figura 10), pode-se verificar que para a variável resposta C, a temperatura (T e T^2) desempenhou um efeito positivo para a resposta, assim como o tempo (t). Os efeitos combinados de temperatura e tempo (T^2*t) contribuíram positivamente para o aumento da cor, porém o efeito combinado e T^2*t^2 contribuiu negativamente, em pequena proporção se comparado aos demais fatores. Os efeitos quadráticos citados acima sugerem o comportamento da superfície de resposta apresentada (Figura 10), os quais caracterizam uma semi parábola com concavidade para cima, podendo-se afirmar que o valor mais desejável para cor, no caso da banha suína, é a condição de ponto mínimo.

A Figura 10 apresenta a superfície de resposta obtida através da equação do modelo proposto. É possível que as regiões que apresentam os menores valores para a análise de cor são as de menores temperaturas e tempos e, as regiões que apresentam maiores valores na análise de cor são as com temperaturas altas em todos os tempos de secagem. Para esta resposta, o fator temperatura foi mais influente do que o tempo em toda a região estudada.

A coloração ideal da banha geralmente é especificada frente a análise sensorial do avaliador como branca quando sólida e é considerada um indicador de qualidade do processo, visto que quando não há controle do tempo e temperatura o produto poderá apresentar coloração amarelada e escurecida, tendendo a valores maiores de absorvância pois no comprimento de onda de 420 nm a cor complementar transmitida tende ao amarelo (HARRIS, 2010; SKOOG et al., 2009).

Figura 10 – Superfície de resposta ajustada para cor x tempo x temperatura.



Fonte: Autoria própria (2023).

5.5 Cor por colorimetria

Os resultados obtidos na análise de cor por colorimetria são apresentados na Tabela 4.

O valor de L^* (*lightness*) indica a luminosidade da amostra. É medida de 0 a 100, sendo que valores mais próximos de zero indicam menor luminosidade da amostra analisada, ou seja, com maior tendência a cor preta, assim como os valores mais próximos de 100 indicam que a amostra tende mais ao branco (PATHARE; OPARA, 2013). Os valores de luminosidade encontrados mostraram que há diferença estatística apenas entre os tratamentos 4 e 7, ambos com temperatura mínima e coincidem com os maiores valores de L^* , ou seja, as amostras tenderam ao branco.

Tabela 4 – Valores médios dos resultados da análise de cor por colorimetria.

Tratamento	Temp. (°C)	Tempo (h)	Variáveis Obtidas		
			L*	C*	h
1	130	1	66,62 ± 0,64 ^b	9,02 ± 0,01 ^c	101,82 ± 0,01 ^e
2	130	5	66,85 ± 0,01 ^b	7,80 ± 0,22 ^c	108,80 ± 0,39 ^d
3	130	9	64,39 ± 0,44 ^b	12,18 ± 0,78 ^b	116,86 ± 0,07 ^c
4	180	1	73,48 ± 0,08 ^a	7,65 ± 0,18 ^c	109,52 ± 0,43 ^d
5	180	5	67,72 ± 0,06 ^b	9,46 ± 0,43 ^c	128,60 ± 0,41 ^b
6	180	9	65,69 ± 0,19 ^b	18,78 ± 0,67 ^a	137,69 ± 0,41 ^a
7	155	1	68,60 ± 0,51 ^{ab}	8,39 ± 0,18 ^c	105,09 ± 0,02 ^e
8	155	9	65,35 ± 0,30 ^b	17,93 ± 0,06 ^a	127,30 ± 0,32 ^b
9	155	5	64,30 ± 0,04 ^b	9,41 ± 0,19 ^c	109,12 ± 0,02 ^d
Controle			60,25 ± 0,05	5,38 ± 0,03	98,28 ± 0,05

Análises realizadas em duplicata. L* – luminosidade; C* – índice de saturação; h – ângulo de tonalidade.

Médias com a mesma letra na mesma coluna não apresentam diferença estatística ($p > 0,05$) no teste de Tukey.

Fonte: Autoria própria (2023).

O valor de C* (*chroma*) é um índice de saturação das cores, determinando diferentes cromaticidades. Quanto mais próximo de zero, menor será a intensidade ou a saturação da cor (PATHARE; OPARA, 2013). Os valores obtidos para o índice de saturação (C*) do presente estudo mostraram apenas o tratamento 3 (9 h a 130 °C) apresentou diferença estatística dos demais tratamentos aplicados, ou seja, a aplicação de temperaturas baixas, porém com alto tempo pode apresentar aumento na coordenada C*, tornando a coloração produto mais intensa e saturada.

O valor de h (*hue angle*) é o ângulo de tonalidade. Seu valor inicia-se no eixo +a e é dado em graus. Quanto mais próximo de 0° maior a tonalidade de vermelho, quanto mais próximo de 90° maior a tonalidade de amarelo (PATHARE; OPARA, 2013). Os valores obtidos do ângulo de tonalidade (h) do presente estudo mostraram que apenas o tratamento 6 (9 h a 180 °C) apresenta diferença estatística dos demais tratamentos aplicados, ou seja, a aplicação de temperatura altas e com tempos altos pode apresentar aumento na coordenada h.

Desta forma, com base nos resultados obtidos, há indícios de que com o aumento do tempo e da temperatura, que configura a situação mais crítica no processo, a banha suína tende a adquirir uma cor escurecida pois há redução da luminosidade de 66,62 ± 0,64 na condição mais branda (experimento 1) para 65,69 ± 0,19 na condição mais crítica (experimento 6).

Com relação ao índice de saturação, a amostra tende a apresentar-se mais saturada e com coloração mais intensa, tendo alteração de $9,02 \pm 0,01$ (experimento 1) para $18,78 \pm 0,67$ (experimento 6).

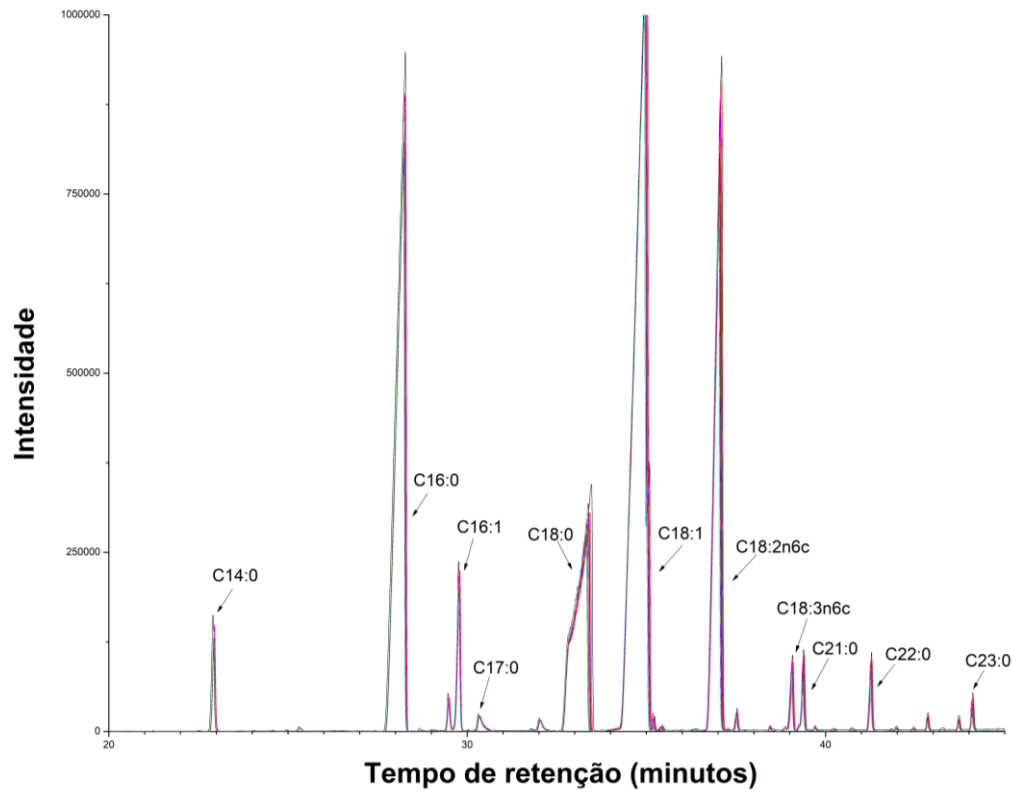
Já para o ângulo de tonalidade, com o aumento de tempo e temperatura houve aumento, o que tende a tornar a amostra amarelada, sendo que houve aumento do valor h de $101,82 \pm 0,01$ (experimento 1) para $137,69 \pm 0,41$ (experimento 6).

Estes resultados observados para índice de saturação e ângulo de tonalidade foram compatíveis com os obtidos por Barbut e Youssef (2016), no qual constataram o mesmo comportamento com o aumento da temperatura na gordura bovina, aplicando temperaturas de 40 a 90 °C em uma taxa de aquecimento de 1 °C/min. Porém, para luminosidade observou-se o comportamento contrário, sendo correlação positiva com o aumento da temperatura. Isto pode ser decorrente das diferenças na composição da gordura animal em questão, além dos parâmetros do processo aplicados que diferem do estudo em questão.

5.6 Cromatografia em fase gasosa (CG)

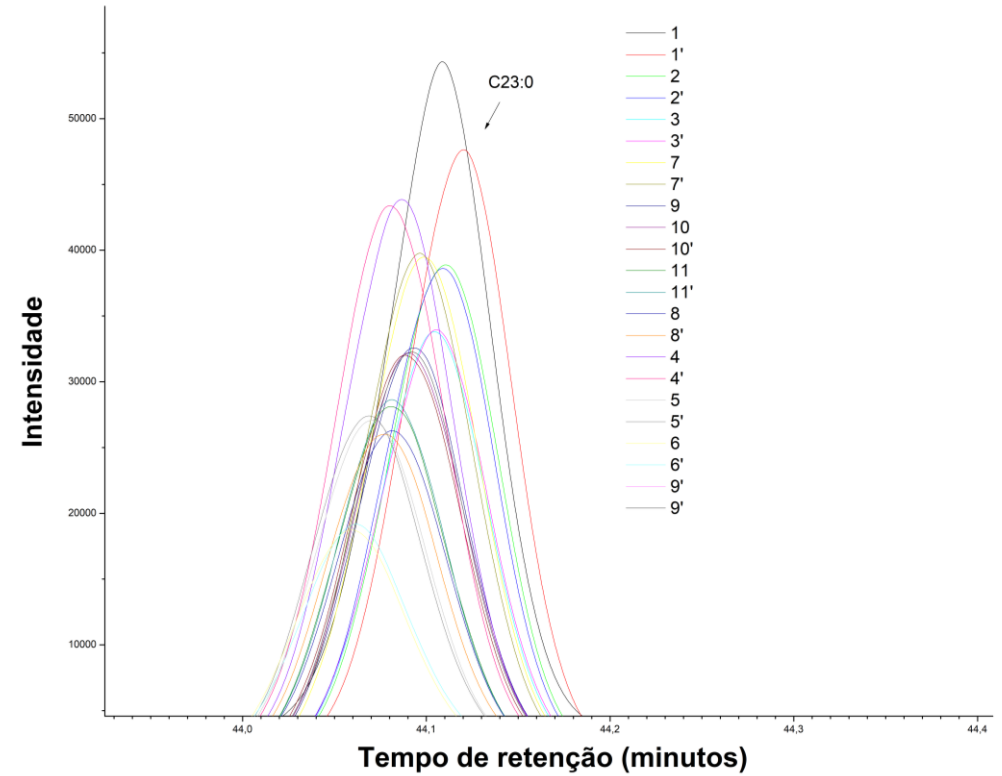
Submeteu-se as amostras obtidas a partir do planejamento experimental a análise de CG. Na Figura 11 são apresentados os cromatogramas com a indicação dos picos nos quais foram identificados os ácidos graxos por semelhança de tempo de retenção por comparação com o cromatograma da mistura de padrões comercial. Foi possível identificar onze ácidos graxos (AG) dentre os picos majoritários, com cadeia carbônica de C14 a C23. Na Figura 12 apresenta-se um dos picos, do ácido graxo C23, de forma aproximada para visualização da representação de todos os cromatogramas das amostras obtidas nos tratamentos aplicados em duplicata. Na Tabela 5 estão descritas as médias com seus respectivos desvios observadas para a composição (%) dos AGs presentes.

Figura 11 – Cromatograma do perfil de ácidos graxos presentes nas amostras obtidas dos tratamentos do planejamento experimental.



Fonte: Autoria própria (2023).

Figura 12 – Cromatograma aproximado de ácido graxo C23 presente no perfil de ácidos graxos das amostras obtidas e a representação de todos os tratamentos realizados.



Fonte: Autoria própria (2023).

Com o processo de aquecimento de óleos e gorduras além das mudanças físicas, alterações químicas podem ser observadas nos ácidos graxos (AG). O grau de insaturação dos óleos e gorduras é considerado um dos fatores mais importantes na análise química devido a distinta reatividade dos AG insaturados (AGI), que são mais suscetíveis a oxidação. Geralmente, a oxidação é maior em AGI com maior número de insaturações. Como as gorduras possuem alta concentração de AG saturados (AGS), são menos suscetíveis a degradação do que os óleos (DEL RÉ; JORGE, 2006; CORSINI; JORGE, 2008). As proporções percentuais dos AG mudam durante o processo de oxidação dependendo da composição destes. Portanto, a composição dos AG é importante para se estudar o grau de oxidação de óleos e gorduras (KIM et al., 2013).

De acordo com os dados apresentando na Tabela 5, os AGI C16:1, C18, C18:1 e o AG poli-insaturado (AGPI) C18:3n6, que apresentam cadeia com número de carbonos intermediários (médios) comparados aos demais, não mostraram mudança significativa na concentração em relação aos diferentes tratamentos indicando estabilidade térmica dentro dos parâmetros analisados. Já os AG com cadeias mais longas (AGCL) e mais curtas (AGCC) relativamente, apresentaram diferença significativa na concentração percentual. Para os AGS totais não houve diferença significativa entre os tratamentos enquanto que para os AGI alguns tratamentos apresentaram diferença significativa, similares aos resultados encontrados por Zhuang et al. (2020). Entretanto, comparando-se os resultados para os AGI individualmente, apenas o AGPI C18:2n6c (ácido linoleico) apresentou uma redução significativa de 3,87% entre o tratamento 1 (1 h a 130 °C) e o tratamento 6 (9 h a 180 °C) em sua concentração relativa, sendo o maior valor entre os AG. Também, feita a mesma comparação nos tratamentos 1 e 6, observou-se uma redução de 18,30% na concentração total de AG totais, indicando que houve degradação dos AG com o aumento da temperatura em relação ao tempo.

Em estudo utilizando-se banha com aquecimento de 180 °C por 16 h, com amostras sendo coletadas em intervalos de 1 h e posterior análise por CG, Kim et al. (2013) obtiveram decréscimo significativo tanto nos AGs saturados quanto nos insaturados no decorrer do experimento. Para o ácido linoleico, também observaram decréscimo significativo na concentração, de forma semelhante ao observado deste estudo.

Tabela 5 – Composição de AG em porcentagem relativa da banha nos diversos tratamentos.

AG	1	2	3	4	5	6	7	8	9
C14	1,11 ± 0,02 ^{ab}	1,13 ± 0,00 ^{ac}	1,16 ± 0,00 ^{de}	1,11 ± 0,00 ^{ab}	1,15 ± 0,00 ^{cd}	1,19 ± 0,00 ^e	1,10 ± 0,00 ^b	1,16 ± 0,00 ^{cd}	1,13 ± 0,01 ^a
C16	22,64 ± 0,45 ^a	23,19 ± 0,01 ^{abc}	23,00 ± 0,01 ^{abc}	22,70 ± 0,00 ^{ab}	23,49 ± 0,02 ^{bcd}	24,15 ± 0,03 ^d	21,81 ± 0,01 ^e	23,63 ± 0,01 ^{cd}	23,07 ± 0,29 ^{abc}
C16:1	1,85 ± 0,04	1,87 ± 0,01	1,91 ± 0,00	1,88 ± 0,00	1,87 ± 0,00	1,88 ± 0,00	1,88 ± 0,00	1,90 ± 0,00	1,86 ± 0,04
C17	0,35 ± 0,01 ^c	0,36 ± 0,00 ^{ab}	0,36 ± 0,00 ^a	0,36 ± 0,00 ^{ab}	0,37 ± 0,00 ^{ad}	0,37 ± 0,00 ^e	0,35 ± 0,00 ^{bc}	0,37 ± 0,00 ^{de}	0,36 ± 0,00 ^a
C18	12,27 ± 0,08	12,59 ± 0,01	12,31 ± 0,02	12,18 ± 0,01	12,10 ± 1,31	12,52 ± 1,15	11,87 ± 0,01	12,66 ± 0,00	12,82 ± 0,58
C18:1	38,53 ± 1,66	38,70 ± 0,88	40,15 ± 0,06	39,81 ± 0,01	39,92 ± 0,01	40,14 ± 0,00	39,88 ± 0,03	40,17 ± 0,06	39,30 ± 0,74
C18:2n6c	17,18 ± 0,39 ^a	16,63 ± 0,01 ^a	15,95 ± 0,02 ^c	16,97 ± 0,00 ^a	14,88 ± 0,00 ^b	13,31 ± 0,00 ^d	17,08 ± 0,01 ^a	14,75 ± 0,00 ^b	15,66 ± 0,20 ^c
C18:3n6	0,77 ± 0,02	0,77 ± 0,00	0,79 ± 0,00	0,80 ± 0,00	0,80 ± 0,00	0,80 ± 0,00	0,80 ± 0,00	0,80 ± 0,00	0,78 ± 0,02
C21	0,84 ± 0,02 ^{ab}	0,78 ± 0,00 ^a	0,71 ± 0,00 ^d	0,81 ± 0,00 ^{ab}	0,60 ± 0,00 ^c	0,47 ± 0,00 ^e	0,83 ± 0,00 ^{ab}	0,58 ± 0,00 ^c	0,68 ± 0,02 ^d
C22	0,74 ± 0,02 ^{bc}	0,71 ± 0,00 ^{ab}	0,68 ± 0,00 ^a	0,75 ± 0,00 ^{bc}	0,66 ± 0,00 ^a	0,59 ± 0,00 ^d	0,76 ± 0,00 ^c	0,66 ± 0,00 ^a	0,68 ± 0,02 ^a
C23	0,31 ± 0,00 ^a	0,27 ± 0,00 ^e	0,24 ± 0,00 ^c	0,31 ± 0,00 ^a	0,21 ± 0,00 ^b	0,15 ± 0,00 ^d	0,32 ± 0,00 ^a	0,20 ± 0,00 ^b	0,24 ± 0,01 ^c
N.I.	3,44 ± 1,64	2,95 ± 0,95	3,01 ± 0,86	2,61 ± 0,29	2,74 ± 0,11	2,49 ± 0,23	2,34 ± 0,01	2,70 ± 0,50	3,96 ± 1,29
Saturados	38,24 ± 0,47	38,47 ± 0,80	39,02 ± 0,02	38,73 ± 0,40	38,46 ± 0,03	38,35 ± 0,19	38,21 ± 0,00	38,85 ± 0,90	38,57 ± 1,30
Insaturados	58,33 ± 2,11 ^{ab}	58,58 ± 1,75 ^{ab}	57,97 ± 0,87 ^{ab}	58,67 ± 0,11 ^a	58,80 ± 0,08 ^{ab}	59,16 ± 0,42 ^b	59,45 ± 0,01 ^a	58,45 ± 1,40 ^{ab}	57,47 ± 0,01 ^{ab}
Total (UA)	704 ± 51 ^c	634,68 ± 95 ^{abc}	640,99 ± 51 ^{abc}	655,7 ± 74 ^{bc}	606,18 ± 83 ^{ab}	575,49 ± 60 ^{ab}	576,14 ± 91 ^{ab}	588,33 ± 87 ^{ab}	581,96 ± 29 ^a

Análises realizadas em duplicata.

N.I. - Não identificados. UA - Unidade de área.

Médias seguidas de mesma letra nas linhas não diferem entre si pelo teste de Tukey ($p > 0,05$).

C14:0 – ac. mirístico;

C16:0 – ac. Palmítico;

C16:1 – ac. palmitoléico;

C17:0 – ac. heptadecanoico;

C18:0 – ac. esteárico;

C18:2n6c – ac. linoléico;

C18:3n6 – ac. γ -linolênico);

C21 – ac. heneicosanoico;

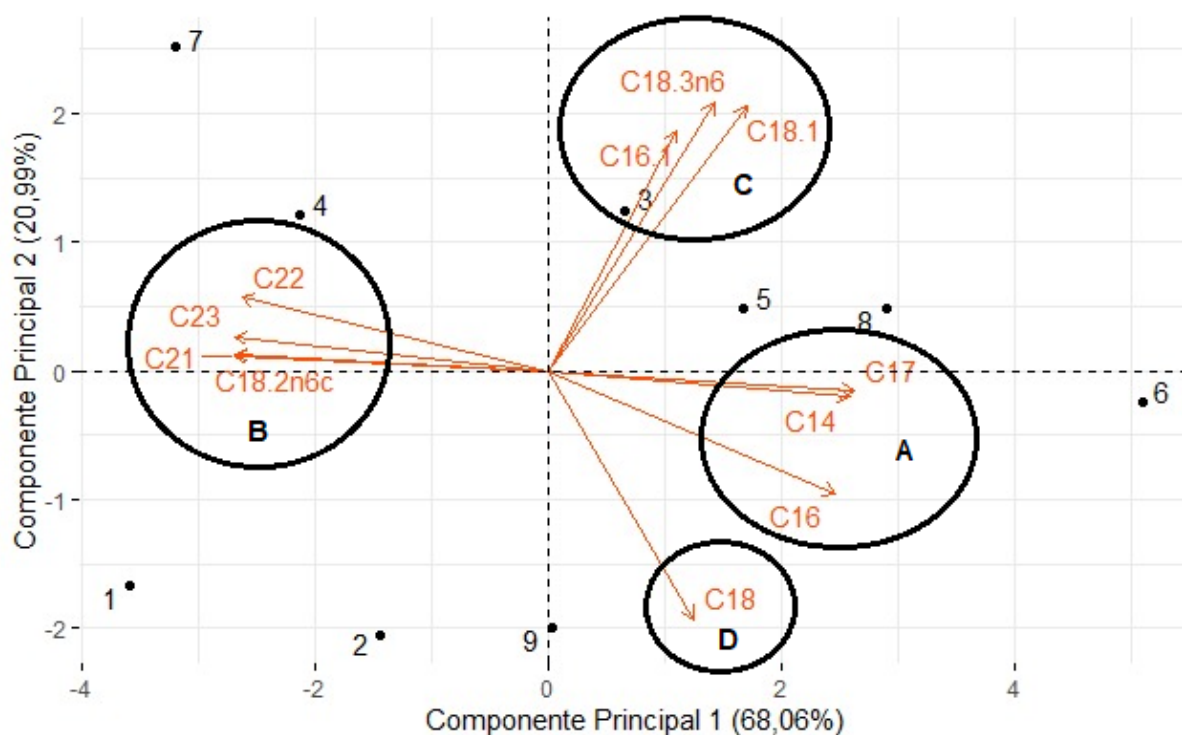
C22:0 – ac. behênico;

C23:0 – ac. tricosanoico.

Fonte: Autoria própria (2023).

Para se analisar a influência do tempo e da temperatura na composição dos ácidos graxos da banha suína pela análise de CG entre os 11 tratamentos aplicados, a análise multivariada de componentes principais (ACP) foi empregada em conjunto com a MSR, quando necessário. Na ACP a separação dos grupos descritores ocorre em função das semelhanças e/ou diferenças existentes entre eles. O número de descritores pode ser redimensionado em componentes principais que explicam a variabilidade dos dados. A ACP foi aplicada nos dados do modelo e os componentes principais 1 e 2 explicaram 89,05% da variância dos dados (Figura 13).

Figura 13 – Gráfico de escores de CP1 x CP2 referente aos ácidos graxos.



Fonte: Autoria própria (2023).

O conjunto de dados mostrou a formação de quatro grupos que sofreram a influência do tempo e da temperatura de forma similar. Os grupos formados são caracterizados principalmente pela semelhança no número de carbonos e pela presença ou ausência de insaturações nas cadeias carbônicas dos AG.

Analisando-se o gráfico de escores (Figura 13), o tratamento 6, que é caracterizado pelos maiores valores de temperatura e tempo (9 h a 180 °C) do modelo, obteve os maiores scores positivos para o CP1, que representa 68,06% da variância.

Já o tratamento 1 (1 h a 130 °C), que é caracterizado por valores inferiores de temperatura e tempo, obteve o maior score negativo em CP1. Este comportamento era o esperado, pelo fato de serem tratamentos antagônicos.

O grupo A, que contém os AGSCC C14, C16 e C17, que são os com menor cadeia carbônica saturada, tiveram correlação positiva no CP1, relacionados com o tratamento 6, ou seja, aumentaram a concentração no tratamento com os tempos e temperaturas mais elevadas do modelo. Por outro lado, o grupo B, que contém os AGPI C18:2n6c e AGSCL C21, C22 e C23, que representam os AG de maior cadeia carbônica saturada, com exceção do AGPI C18:2n6c (ácido linoleico), que apresenta duas insaturações, apresentaram correlação negativa no CP1, ou ainda, tiveram aumento de concentração relacionado com os tratamentos 4 e 7, sendo que o tratamento 4 é o de menor tempo e maior temperatura do modelo. Para CP2, tanto o grupo A, quanto o grupo B obtiveram a mesma correlação. Conclui-se também, que os AG dos grupos A e B foram os principais responsáveis pela variação de concentração no modelo, relacionados aos tratamentos 6, 1 e 7.

Zhuang et al. (2020) estudaram o efeito do aquecimento de banha a 100, 120, 150, 180, e 200 °C por 30 min e posterior análise por CG. Os resultados mostraram aumento de concentração relativa para os AGS C14, C16 e C18 em relação ao aumento da temperatura. Para o AGPI C18:2 também obtiveram decréscimo significativo na concentração relativa. A concentração de C18:1 não sofreu alteração. Estes resultados estão em concordância com os obtidos neste estudo.

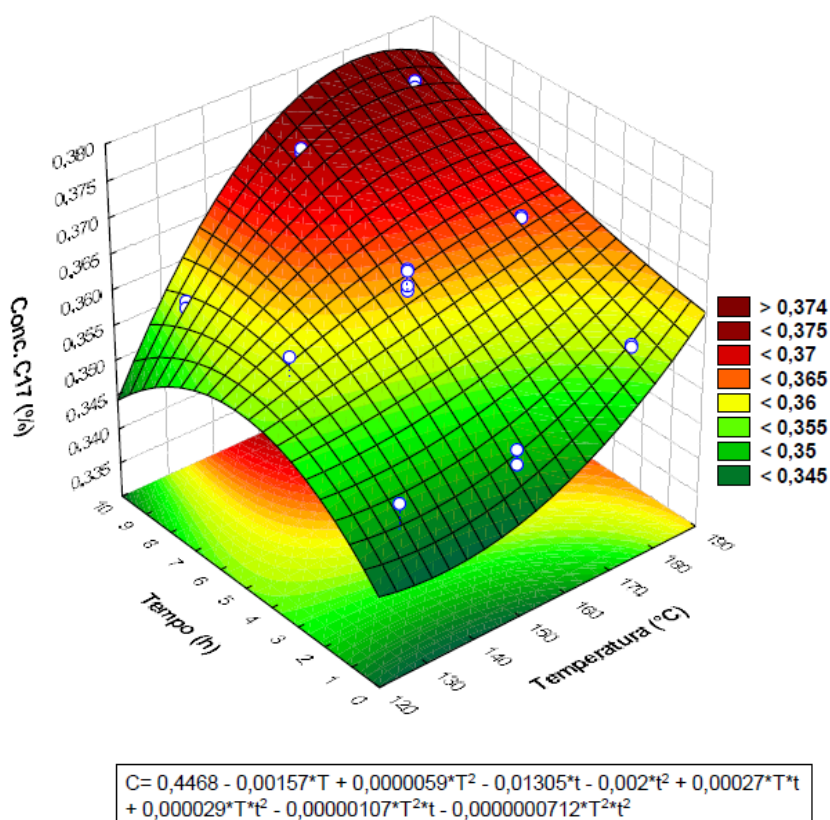
Para se visualizar o comportamento destes AG em relação ao tempo x temperatura, escolheu-se um AG de cada grupo, C17 para A e C18:2n6 para B, para serem avaliados pela MSR.

Os resultados apresentados na Tabela 5 para C17 e C18:2n6 foram submetidos a análise de regressão. Tanto para C17 quanto para C18:2n6, o modelo mais representativo foi o linear quadrático. Os coeficientes de determinação R^2 obtidos foram 0,9527 e 0,9857, respectivamente, desta forma indicam que os modelos são capazes de explicar a variabilidade apresentada pelas respostas (Apêndices 9 e 10). As superfícies de resposta e as equações dos modelos são apresentadas nas Figuras 13 e 14.

Nota-se que a concentração relativa do AGS C17 é mais amplamente influenciada pela temperatura do que pelo tempo. O fator tempo vai se tornando mais

influyente com a elevação da temperatura e vice-versa, indicando um sinergismo positivo destes fatores na concentração de C17.

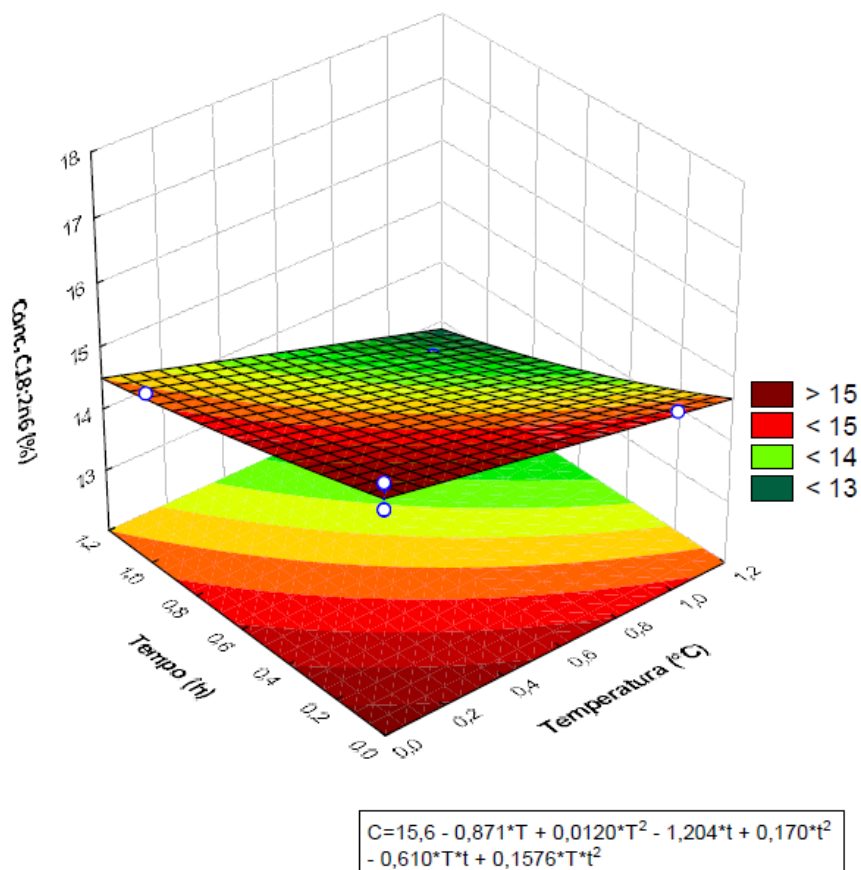
Figura 14 – Superfície de resposta ajustada do AGS C17.



Fonte: Autoria própria (2023).

Com relação a superfície de resposta do AGI C18:2n6 nota-se que a concentração deste composto é amplamente influenciada por ambos os fatores, temperatura e tempo. Porém, com o aumento simultâneo destas variáveis independentes, há consequentemente uma redução na concentração do AGI C18:2n6.

Figura 15 – Superfície de resposta ajustada do AGI C18:2n6.



Fonte: Autoria própria (2023).

Também os AG dos grupos C e D obtiveram escores elevados em CP1, com correlação positiva. Em relação ao CP2, o grupo C, que contém apenas C18, cadeia carbônica saturada de tamanho médio, apresentou correlação positiva. O grupo D, correspondente aos AG C16:1, C18:1 e C18:3n6, todos apresentando cadeias carbônicas insaturadas de tamanho médio, apresentaram correlação negativa. Como estes AG não apresentaram diferença significativa entre as médias de concentração nos tratamentos, não foi possível analisar por meio da MSR.

6 CONCLUSÃO

O modelo proposto pelo delineamento composto central 3^2 apresentou-se adequado ao processo proposto, além de que apresentou elevados valores do coeficiente de determinação R^2 . Este resultado foi obtido pois os modelos propostos na regressão ajustaram-se aos dados experimentais.

Observou-se também que com o aumento do tempo e temperatura aplicados na etapa de secagem houve, conseqüentemente, o aumento do índice de peróxidos, índice de kreis, que indicam rancidez do produto, além de aumento de compostos polares e também contribuem significativamente para a alteração de coloração da banha suína, tornando-a mais escura, o que impacta diretamente no padrão do produto acabado.

Por meio da cromatografia em fase gasosa foi possível caracterizar onze ácidos graxos com cadeia carbônica de C14 a C23. Entre os tratamentos do modelo experimental foi observado diferença significativa na variação da concentração relativa média entre alguns ácidos graxos individuais e para a somatória dos ácidos insaturados. Já para as somatórias dos ácidos graxos saturados e totais não houve diferença significativa entre os tratamentos. A análise de componentes principais mostrou que para o CP1, os ácidos graxos saturados de cadeia curta aumentaram a concentração no tratamento com os tempos e temperaturas mais elevadas do modelo. Por outro lado, os ácidos graxos de maior cadeia carbônica saturada, com exceção do ácido linoleico, insaturado, tiveram aumento de concentração relacionado com os tratamentos 1 e 7, sendo que o tratamento 1 é o de menor temperatura e tempo do modelo.

Por meio da metodologia de superfícies de resposta (MSR) concluiu-se que a temperatura foi o fator que mais impactou na variação das concentrações dos ácidos graxos estudados, além de que também foi o fator mais relevante e que contribuiu com o aumento da oxidação das amostras, evidenciado pelas análises físico-químicas realizadas.

REFERÊNCIAS

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE PROTEÍNA ANIMAL - ABPA. Relatório Anual, 2021. Disponível em: <https://abpa-br.org/abpa-relatorio-anual/>. Acesso em: 30 jul. 2023.

AHMAD, A.; AHSAN, H. Lipid-based formulations in cosmeceuticals and biopharmaceuticals. **Biomedical Dermatology**, v. 4, n. 12, 2020. Disponível em: <https://biomeddermatol.biomedcentral.com/articles/10.1186/s41702-020-00062-9>. Acesso em: 05 jul. 2023.

AZIR, M. et al. Detection of lard in cocoa butter – its fatty acid composition, triacylglycerol profiles, and thermal characteristics. **Foods**, v. 6, n. 98, 2017. Disponível em: <https://pubmed.ncbi.nlm.nih.gov/29120362/>. Acesso em: 05 jul. 2023.

BARBUT, S.; YOUSSEF, M. K. Effect of gradual heating and fat/oil type on fat stability, texture, color, and microstructure of meat batters. **Journal of Food Science**, v. 81, n. 9, p. 2199-2205, 2016. Disponível em: <https://pubmed.ncbi.nlm.nih.gov/27527510/>. Acesso em: 05 jul. 2023.

CARVALHO, A. P. et al. Valorization of lipid by-products. **Lipids and Edible Oils**, p. 133-174, 2020. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/B9780128171059000045>. Acesso em: 05 jul. 2023.

CHANDRASEKARA, N.; SHAHIDI, F. Oxidative stability of cashew from raw and roasted nuts. **Journal of the American Oil Chemists' Society**, v. 88, p. 1197-1202, 2011. Disponível em: <https://link.springer.com/article/10.1007/s11746-011-1782-3>. Acesso em: 05 jul. 2023.

CHRISTIE, W. W.; HAN, X. **Lipid analysis**. United Kingdom: Elsevier Science & Technology, United Kingdom, 4 ed., 2010.

CODEX ALIMENTARIUS INTERNATIONAL FOOD STANDARDS. Standard for named animal fats: CXS 211-1999, 2021.

CORSINI, M.S.; JORGE, N. Perfil de ácidos graxos e avaliação da alteração em óleos de fritura. **Revista Química Nova**, v. 31, n. 5, p. 956-961, 2008. Disponível em: <https://www.scielo.br/j/qn/a/mVwDMP6fC4qwGyRWqCgZyCx/>. Acesso em: 27 ago. 2023.

DELGADO-GONZÁLEZ, M. J. et al. Color space mathematical modeling using microsoft excel. **Journal of Chemical Education**, v. 95, p. 1885-1889, 2018. Disponível em: <https://pubs.acs.org/doi/10.1021/acs.jchemed.7b00681>. Acesso em: 05 jul. 2023.

DEL RÉ, P. V.; JORGE, N. Comportamento de óleos vegetais em frituras descontínuas de produtos pré-fritos congelados. **Food Science and Technology**, v.

26, n.1, p. 56 – 63, 2006. Disponível em: <https://doi.org/10.1590/S0101-20612006000100010>. Acesso em: 27 ago. 2023

DIMITROVA, M. et al. Color stability determination of CAD/CAM milled and 3d printed acrylic resins for denture bases: a narrative review. **Journal of Composites Science**, v. 6, n. 201, 2022. Disponível em: <https://www.mdpi.com/2504-477X/6/7/201>. Acesso em: 05 jul. 2023.

DOBARGANES, M. C.; VELASCO, J.; DIEFFENBACHER, A. Determination of polar compounds, polymerized and oxidized triacylglycerols, and diacylglycerols in oils and fats. **Pure and Applied Chemistry**, v. 197, 2016. Disponível em: <https://www.semanticscholar.org/paper/Determination-of-polar-compounds%2C-polymerized-and-Dobarganes-Velasco/fdc4e46fa41f65c4ce17535ae2a2713025f0723b>. Acesso em: 05 jul. 2023.

DUNFORD, N. T. Edible oil quality. **Food Technology Fact Sheet**, v. 95, p. 1885-1889, 2018. Disponível em: <https://extension.okstate.edu/fact-sheets/print-publications/fapc-food-and-agricultural-products-center/edible-oil-quality-fapc-197.pdf>. Acesso em: 05 jul. 2023.

EMBRAPA. Estatísticas Suínos e Aves. 2023. Disponível em: <https://www.embrapa.br/suinos-e-aves/cias/estatisticas>. Acesso em: 30 jul. 2023.

EZEKANNAGHA, C. B.; UDE, C. N.; ONUKWULI, O. D. Optimization of the methanolysis of lard oil in the production of biodiesel with response surface methodology. **Egyptian Journal of Petroleum**, v. 26, n. 4, p. 1001-1011, 2017. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1110062116301556>. Acesso em: 05 jul. 2023.

FADZILLAH, N. A. et al. Authentication of butter from lard adulteration using high-resolution of nuclear magnetic resonance spectroscopy and high-performance liquid chromatography. **International Journal of Food Properties**, v. 20, n. 9, p. 2147-2156, 2016. Disponível em: <https://www.tandfonline.com/doi/full/10.1080/10942912.2016.1233428>. Acesso em: 05 jul. 2023.

FAIRCHILD, M. D. **Color appearances models**. São Paulo: John Wiley & Sons, USA, 3. ed., 2013.

GUNSTONE, F. **Oils and fats in the food industry**. Reino Unido: Ed. John Wiley & Sons Ltd, Reino Unido, 2008.

HADI, M. H. H. et al. the amber-colored liquid: a review on the color standards, methods of detection, issues and recommendations. **Sensors**, v. 21, 2021. Disponível em: <https://www.mdpi.com/1424-8220/21/20/6866>. Acesso em: 05 jul. 2023.

HARRIS, D. C. **Análise química quantitativa**. Rio de Janeiro: Ed. LTC, Rio de Janeiro, 8. ed., 2010.

HÜBSCHMANN, H.J.. **Handbook of GC/MS: fundamentals and applications**. Reino Unido: Ed. John Wiley & Sons Ltd, Reino Unido, ed. 3, 880 p., 2015.

HEIMER, S.; SCHMIDLIN, P.; STAWARCZYK, B. Discoloration of PMMA, composite, and PEEK. **Clinical Oral Investigations**, v. 21, p. 1191-1200, 2017. Disponível em: <https://pubmed.ncbi.nlm.nih.gov/27344329/>. Acesso em: 05 jul. 2023.

HICKS, T. M.; VERBEEK, C.J.R. Meat industry protein by-products: sources and characteristics. **Protein Byproducts**, p. 37-61, 2016. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/B9780128023914000033>. Acesso em: 05 jul. 2023.

HU, M.; JACOBSEN, C. **Oxidative stability and shelf life of foods containing oils and fats**. Reino Unido: AOCS Press, Reino Unido, 2016.

HUSSON F.; JOSSE J.; L. E S.; MAZET J. FactoMineR: Na R Package for Multivariate Analysis. **Journal of Statistical Software**, v. 25, n. 1, p. 1-18. 2008.

INSTITUTO ADOLFO LUTZ (IAL – São Paulo). **Métodos físico-químicos para análise de alimentos**. São Paulo: Instituto Adolfo Lutz, p. 1020, 2008. Disponível em: http://www.ial.sp.gov.br/resources/editorinplace/ial/2016_3_19/analisedealimentosial_2008.pdf. Acesso em: 08 jun. 2021.

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION (ISO 5509). Animal and vegetable fats and oils – Preparation of methyl esters of fatty acids. International Organization for Standardization – ISO, p. 1-6, 1978.

JIANG, Y. et al. Determination of toxic α -dicarbonyl compounds, glyoxal, methylglyoxal, and diacetyl, released to the headspace of lipid commodities upon heat treatment. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v. 61, n. 5, p. 1067-1071, 2013. Disponível em: <https://pubs.acs.org/doi/10.1021/jf3047303>. Acesso em: 05 jul. 2023.

JOHNSON, L. A. Recovery, refining, converting, and stabilizing edible fats and oils. **Food Lipids**, 3 ed., 2018. Disponível em: <https://www.taylorfrancis.com/chapters/mono/10.1201/9781420046649-14/recovery-re%EF%AC%81ning-converting-stabilizing-edible-fats-oils-casimir-akoh-david-min>. Acesso em: 05 jul. 2023.

KALEEM, A. et al. Investigating changes and effect of peroxide values in cooking oils subject to light and heat. **Fuuast J. Biol.**, v. 5, n. 2, 2015. Disponível em: <https://fuuastjb.org/index.php/fuuastjb/article/download/106/101/191>. Acesso em: 05 jul. 2023.

KASSAMBARA A. MUNDT, F. **factoextra**: Extract and Visualize the Results of Multivariate Data Analyses. R package version 1.0.7, 2020. Disponível em: <https://CRAN.R-project.org/package=factoextra>. Acesso em: 29 ago. 2023.

KIM, T. S. et al. Determination of the degree of oxidation in highly-oxidised lipids using profile changes of fatty acids. **Food Chemistry**, v. 138, n. 2-3, p. 1792-1799, 2013. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0308814612018638>. Acesso em: 27 ago. 2023.

KONDEKAR, V. H.; BODHE, S. K. A comprehensive investigation of color models used in image processing. **International Journal of Computer Applications**, v. 180, n. 22, 2018. Disponível em: <https://www.ijcaonline.org/archives/volume180/number22/29065-2018916507>. Acesso em: 05 jul. 2023.

LI, H. et al. Characteristic the volatiles compounds of fractionation beef tallow by gas chromatography-ion mobility spectrometry. **Food Science and Technology**, v. 42, 2022. Disponível em: <https://www.scielo.br/j/cta/a/49tyGPR3G7QqLdTc8z3ywGK/abstract/?format=html&lang=en>. Acesso em: 05 jul. 2023.

LUDKE, J. V.; SANTOS FILHO, J. I. dos; BERTOL, M. T. Estratégia para produção de produtos cárneos suínos com valor agregado. **Revista Suinocultura Industrial**, n. 6, p. 14, 2017. Disponível em: <https://www.flipsnack.com/gessulliagribusiness/revista-suinocultura-industrial-278-fd1m45a51.html?b=1&p=14>. Acesso em: 08 jul. 2023.

MARIKKAR, J.M.N; YANTY, N.A.M. Effect of chemical and enzymatic modifications on the identity characteristics of lard: a review. **International Journal of Food Properties**, v. 17, n. 2, p. 321-330, 2013. Disponível em: <https://www.tandfonline.com/doi/full/10.1080/10942912.2011.631251>. Acesso em: 05 jul. 2023.

MCKENZIE, J.; KOCH, K. Rapid analysis of major components and potential authentication of South African olive oils by quantitative ¹³C nuclear magnetic resonance spectroscopy. **South African Journal of Science**, v. 100, 2004. Disponível em: <https://journals.co.za/doi/pdf/10.10520/EJC96277>. Acesso em: 05 jul. 2023.

MIKLOS, R. et al. Water and fat mobility in myofibrillar protein gels explored by low-field NMR. **Food Biophysics**, 2015. Disponível em: <https://link.springer.com/article/10.1007/s11483-015-9392-5>. Acesso em: 05 jul. 2023.

MILLMAN, J. et al. Metabolically and immunologically beneficial impact of extra virgin olive and flaxseed oils on composition of gut microbiota in mice. **European Journal of Nutrition**, 2019. Disponível em: <https://pubmed.ncbi.nlm.nih.gov/31506767/>. Acesso em: 05 jul. 2023.

MEHTA, B. M. et al. Evaluation of different methods to monitor primary stage of oxidation of heat clarified milk fat (ghee). **Journal of Food Processing and Preservation**, v. 42, 2018. Disponível em: <https://ifst.onlinelibrary.wiley.com/doi/10.1111/jfpp.13688>. Acesso em: 31 ago. 2023.

MONTGOMERY, D.C. **Design and analysis of experiments**. Nova York: John Wiley & Sons, Nova York, 8 ed., 2012.

MORETTO, E.; FETT, R. **Tecnologia de óleos e gorduras vegetais na indústria de alimentos**. São Paulo: Ed. UFSC: Florianópolis, 1998.

NDUKA, J. K. C. et al. Effect of heating time on the physicochemical properties of selected vegetable oils. **Arabian Journal of Chemistry**, v. 14, 2021. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1878535221000782#:~:text=It%20was%20also%20observed%20that,physicochemical%20properties%20of%20the%20oil>. Acesso em: 05 jul. 2023.

Official methods and recommended practices of the American Oil Chemists' Society, 4 ed., editor: Firestone, American Oil Chemists' Society, Champaign, 1997, Method Cd 8-53.

OGORI, A. F. Source, extraction and constituents of fats and oils. **Journal of Food Science and Nutrition**, v. 6, n. 060, 2020. Disponível em: <https://www.heraldopenaccess.us/openaccess/source-extraction-and-constituents-of-fats-and-oils>. Acesso em: 05 jul. 2023.

PATHARE, P.B., OPARA, U.L.; AL-SAID, F.A. Colour measurement and analysis in fresh and processed foods: A Review. **Food Bioprocess Technology**, v. 6, p. 36-60, 2013. Disponível em: <https://link.springer.com/article/10.1007/s11947-012-0867-9>. Acesso em: 05 jul. 2023.

RAGAIN, J. C. A review of color science in dentistry: shade matching in the contemporary dental practice. **Journal of Dentistry, Oral Disorders & Therapy**, v. 4, n. 2, p. 1-5, 2016. Disponível em: <https://symbiosisonlinepublishing.com/dentistry-oraldisorders-therapy/dentistry-oraldisorders-therapy56.php>. Acesso em: 05 jul. 2023.

R CORE TEAM. A language and environment for statistical computing. **R Foundation for Statistical Computing**, Vienna, Áustria, 2022. Disponível em: <https://www.R-project.org/>. Acesso em: 29 ago. 2023.

RIBEIRO, E. P.; SERAVALLI, E. A. G. **Química de alimentos**. 2. ed. São Paulo: Blucher, 2007.

RIISPOA, **Regulamento de inspeção industrial e sanitária de produtos de origem animal**. Decreto nº 9.013, de 29 de março de 2017.

ROHMAN, A. et al. Differentiation of lard and other animal fats based on triacylglycerols composition and principal component analysis. **International Food Research Journal**, v. 97, p 504-512, 2014. Disponível em: [http://www.ifrj.upm.edu.my/19%20\(02\)%202012/\(14\)IFRJ-2012%20Rohman.pdf](http://www.ifrj.upm.edu.my/19%20(02)%202012/(14)IFRJ-2012%20Rohman.pdf). Acesso em: 05 jul. 2023.

SANTANA, M.C.A. et al. Lipídeos: classificação e principais funções fisiológicas REDVET. **Revista Electrónica de Veterinaria**, v. 18, n. 8, p. 1-14, 2017. Disponível em: <https://www.redalyc.org/articulo.oa?id=63652581012>. Acesso em: 05 jul. 2023.

SCHAICH, K. M. Lipid oxidation: new perspectives on an old reaction. **Bailey's Industrial Oil and Fat Products**, 7 ed., 2020. Disponível em: <https://onlinelibrary.wiley.com/doi/abs/10.1002/047167849X.bio067.pub2>. Acesso em: 05 jul. 2023.

SERRA, A. et al. Fatty acid composition oxidation status and volatile organic compounds in "Colonnata" lard from Large White or Cinta Senese pugs as affected by curing time. **Meat Science**, v. 10, n. 69, 2017. Disponível em: <https://pubmed.ncbi.nlm.nih.gov/24769871/>. Acesso em: 05 jul. 2023.

SKOOG, D. A et al. **Fundamentos de química analítica**. São Paulo: Cengage Learning, São Paulo, 8. ed., 2009.

SILVA, R. C. et al. Interesterification of lard and soybean oil blends catalyzed by immobilized lipase in a continuous packed bed reactor. **Journal of the American Oil Chemists' Society**, 2011. Disponível em: <https://aocs.onlinelibrary.wiley.com/doi/abs/10.1007/s11746-011-1869-x>. Acesso em: 05 jul. 2023.

STATSOFT, Inc. STATISTICA (Data Analysis Software System), Versão 14, 2022.

TRAN, T. et al. Metabolic engineering of *Saccharomyces cerevisiae* to produce a reduced viscosity oil from lignocellulose. **Biotechnology for Biofuels**, v. 10, n. 69, 2017. Disponível em: <https://biotechnologyforbiofuels.biomedcentral.com/articles/10.1186/s13068-017-0751-y>. Acesso em: 05 jul. 2023.

VAGHELA, K. D.; CHAUDHARY, B. N.; MEHTA, B. M. Comparative appraisal of Kreis methods for the assessment of incipient rancidity in ghee. **British Food Journal**, v. 120, n. 1, p. 240-250, 2018. Disponível em: <https://www.emerald.com/insight/content/doi/10.1108/BFJ-04-2017-0235/full/html>. Acesso em: 05 jul. 2023.

VERUSSA, G. H. Uso de lipídios na nutrição de suínos. **Nutritime Revista Eletrônica**, v. 12, n 05, p. 4288-4301, set/out 2015. Disponível em: <https://www.nutritime.com.br/site/wp-content/uploads/2020/02/Artigo-329.pdf>. Acesso em: 08 jun. 2021.

WANG et al. The pro-oxidant activity and composition of polar compound fractions in used deep-frying camellia seed oil. **Journal of Food and Nutrition Research**, v. 6, n. 2, p. 124–129, 2018. Disponível em: <http://pubs.sciepub.com/jfnr/6/2/9/index.html>. Acesso em: 05 jul. 2023.

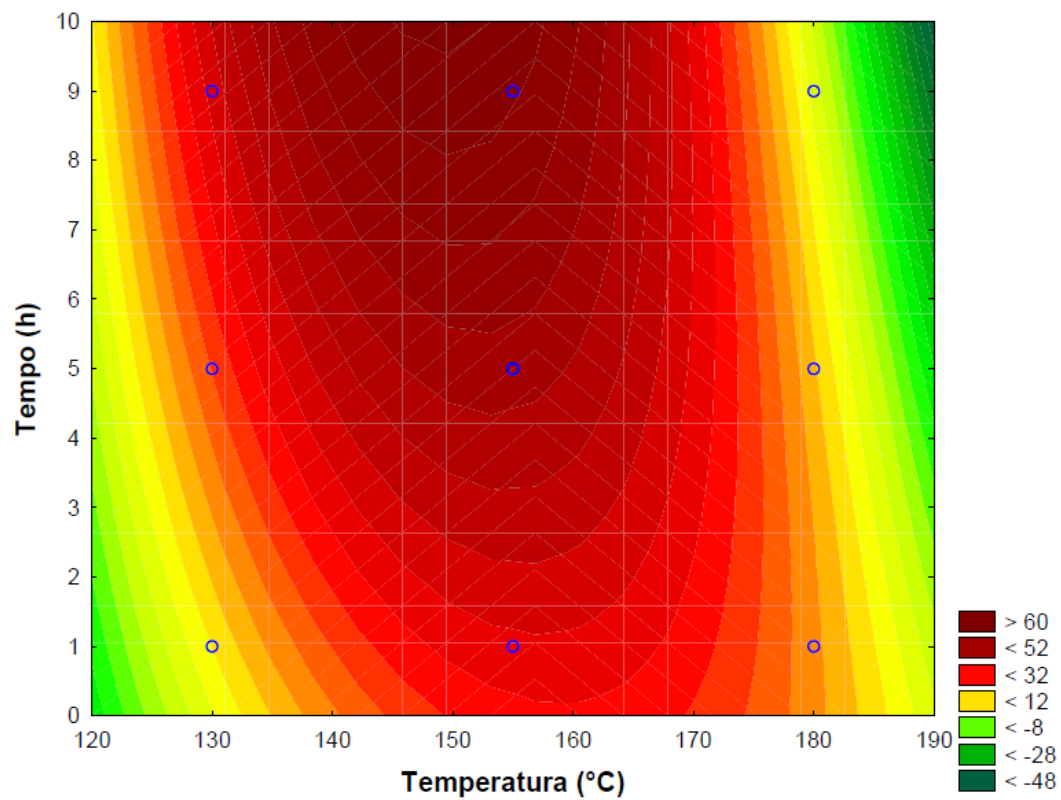
WASZKIEWICZ-ROBAK et al. Nutritional value of raw pork depending on the fat type contents in pigs feed. **Acta Scientiarum Polonorum Technologia Alimentaria**, v.

14, n. 2, p. 153–163, 2015. Disponível em: <https://pubmed.ncbi.nlm.nih.gov/28068013/>. Acesso em: 05 jul. 2023.

XU et al. Kinetics of forming polar compounds in frying oils under frying practice of fast-food restaurants. **Food Science and Technology**, v. 115, 2019. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0308814621014576>. Acesso em: 31 ago. 2023.

YAN, S. et al. Moderate quantity of lard mixed with sunflower oil attenuate lipid accumulation in mice. **Oil Crop Science**, v. 5, p. 205-2012, 2020. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S2096242820300282>. Acesso em: 05 jul. 2023.

ZHUANG, Y. et al. Impact of heating temperature and fatty acid type on the formation of lipid oxidation products during thermal processing, **Frontiers in Nutrition**, v. 9, n. 913297, 2022. Disponível em: <https://pubmed.ncbi.nlm.nih.gov/35719170/>. Acesso em: 05 jul. 2023.

APÊNDICE 1 – GRÁFICO DE CONTORNO DO ÍNDICE DE PERÓXIDOS

Fonte: Autoria própria (2023).

APÊNDICE 2 – ANÁLISE DE VARIÂNCIA PARA ÍNDICE DE PERÓXIDOS

Efeitos	SQ (Aj.)	GL	QM (Aj.)	Valor F	p-valor
Temperatura	472,523	1	472,523	294,192	$2,88 \cdot 10^{-11}$
Temperatura ²	4273,463	1	4273,463	2660,652	$2,65 \cdot 10^{-18}$
Tempo	543,015	1	543,015	338,081	$1,06 \cdot 10^{-11}$
Temperatura*Tempo	980,231	1	980,231	610,290	$1,45 \cdot 10^{-13}$
Temperatura ² *Tempo	221,383	1	221,383	137,832	$5,83 \cdot 10^{-9}$
Temperatura ² *Tempo ²	246,423	1	246,423	153,423	$2,80 \cdot 10^{-9}$
Erro	24,093	15	1,606		
Total SQ	8107,523	21			
Coefficiente de Determinação		R²	0,99703		
Coefficiente de Determinação Ajustado		R²_{aj}	0,99584		

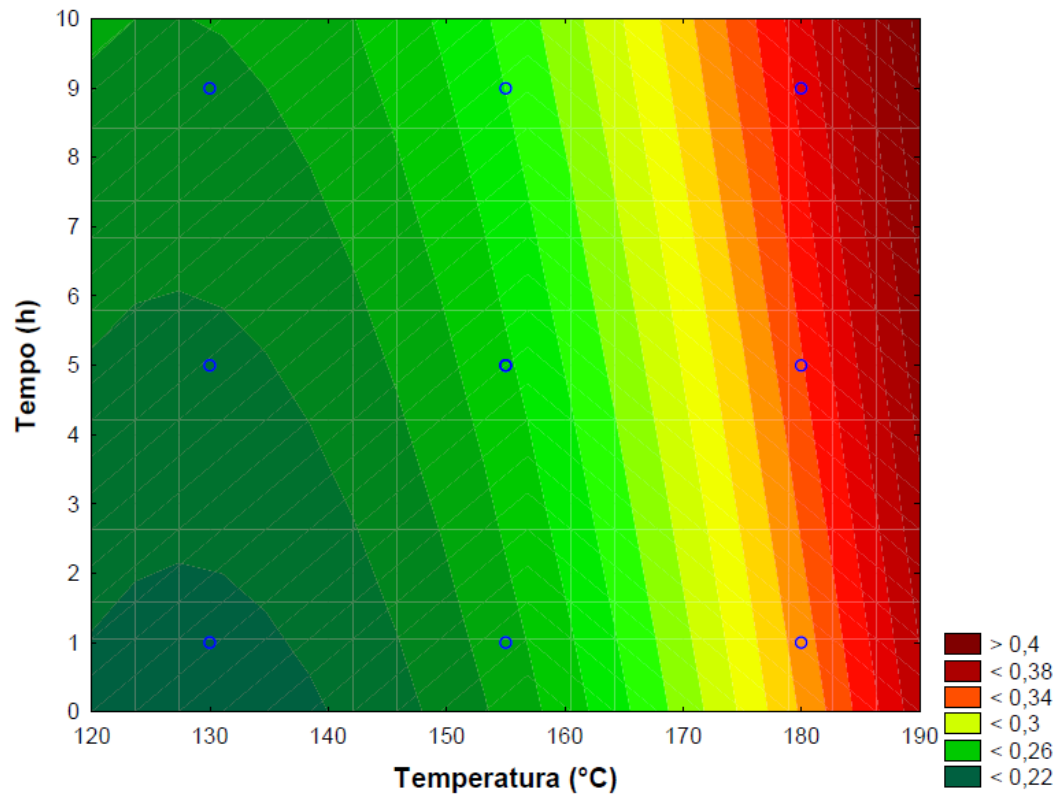
Legenda: SQ – Soma dos Quadrados;

GL – Graus de Liberdade;

QM – Quadrados Médios;

Aj. – Ajuste.

Fonte: Autoria própria (2023).

APÊNDICE 3 – GRÁFICO DE CONTORNO PARA A RESPOSTA COR

Fonte: Autoria própria (2023).

APÊNDICE 4 – ANÁLISE DE VARIÂNCIA PARA A RESPOSTA COR

Efeitos	SQ (Aj.)	GL	QM (Aj.)	Valor F	Valor-P
Temperatura	0,037185	1	0,037185	2673,436	$3,09 \cdot 10^{-19}$
Temperatura ²	0,003451	1	0,003451	248,092	$3,66 \cdot 10^{-11}$
Tempo	0,001752	1	0,001752	125,966	$5,39 \cdot 10^{-9}$
Temperatura ² *Tempo	0,000620	1	0,000620	44,587	$5,31 \cdot 10^{-6}$
Temperatura ² *Tempo ²	0,000114	1	0,000114	8,227	$1,11 \cdot 10^{-2}$
Erro	0,000223	16	0,000014		
Total SQ	0,043322	21			
Coefficiente de Determinação		R²	0,99486		
Coefficiente de Determinação Ajustado		R²_{aj}	0,99326		

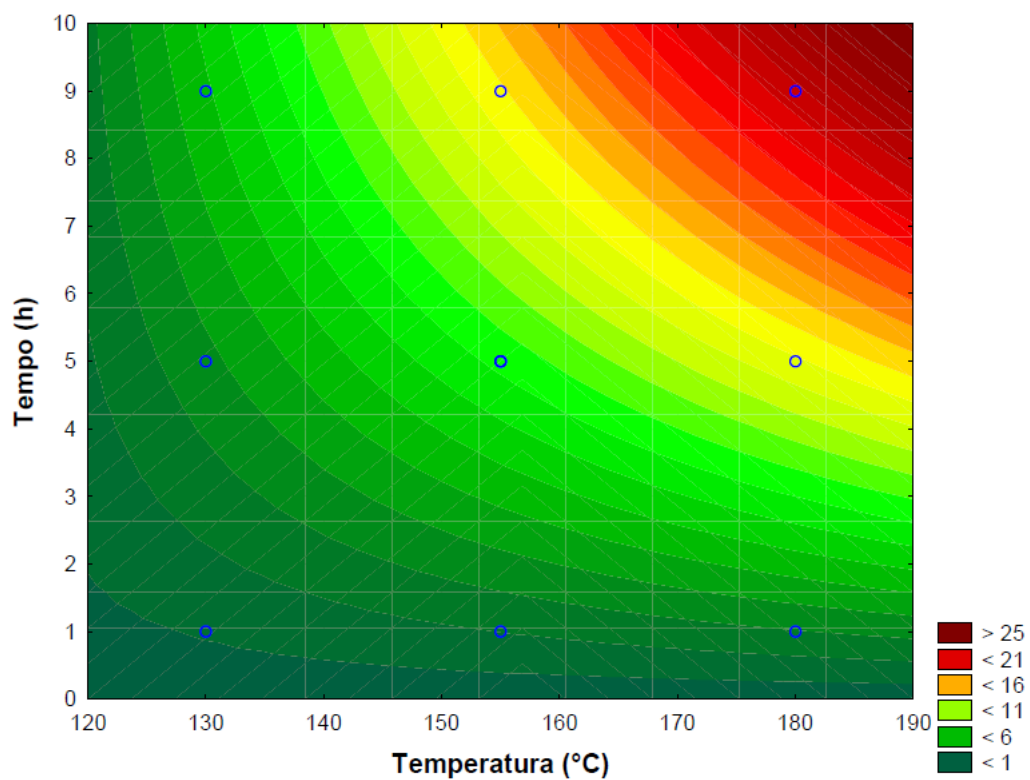
Legenda: SQ – Soma dos Quadrados;

GL – Graus de Liberdade;

QM – Quadrados Médios;

Aj. – Ajuste.

Fonte: Autoria própria (2023).

APÊNDICE 5 – GRÁFICO DE CONTORNO DOS COMPOSTOS POLARES

Fonte: Autoria própria (2023).

APÊNDICE 6 – ANÁLISE DE VARIÂNCIA DE COMPOSTOS POLARES

Efeitos	SQ (Aj.)	GL	QM (Aj.)	Valor F	Valor-P
Temperatura	240,6062	1	240,6062	185,4195	$1,42 \cdot 10^{-10}$
Tempo	415,7644	1	415,7644	320,4026	$1,82 \cdot 10^{-12}$
Temperatura*Tempo	98,3665	1	98,3665	75,8047	$1,13 \cdot 10^{-7}$
Temperatura²*Tempo	9,4985	1	9,4985	7,3199	$1,50 \cdot 10^{-2}$
Erro	22,0597	17	1,2976		
Total SQ	786,2954	21			
Coeficiente de Determinação		R²	0,97194		
Coeficiente de Determinação Ajustado		R²_{aj}	0,96534		

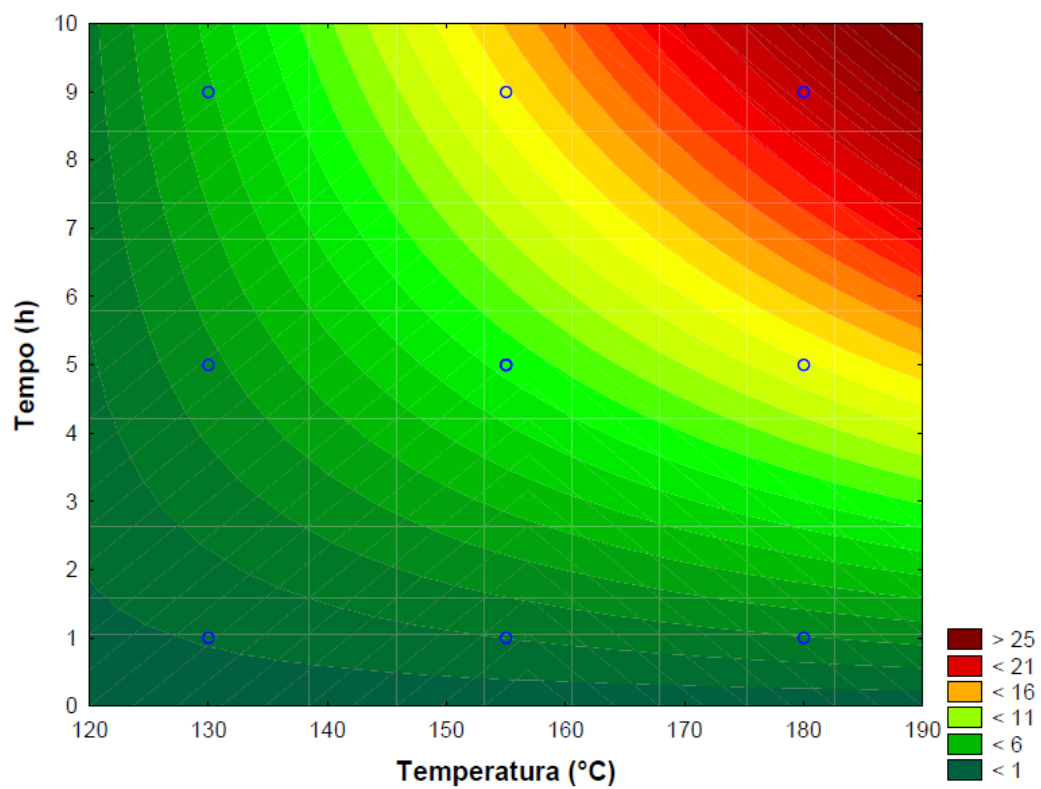
Legenda: **SQ** – Soma dos Quadrados;

GL – Graus de Liberdade;

QM – Quadrados Médios;

Aj. – Ajuste.

Fonte: Autoria própria (2023).

APÊNDICE 7 – GRÁFICO DE CONTORNO DO ÍNDICE DE KREIS

Fonte: Autoria própria (2023).

APÊNDICE 8 – ANÁLISE DE VARIÂNCIA PARA ÍNDICE DE KREIS

Efeitos	SQ (Aj.)	GL	QM (Aj.)	Valor F	Valor-P
Temperatura	56,8400	1	56,8400	109319,7	$6,69 \cdot 10^{-27}$
Temperatura ²	7,1372	1	7,1372	13727,0	$4,79 \cdot 10^{-21}$
Tempo	83,3011	1	83,3011	160212,0	$5,58 \cdot 10^{-28}$
Tempo ²	4,4596	1	4,4596	8577,0	$1,02 \cdot 10^{-19}$
Temperatura*Tempo	143,5100	1	143,5100	276011,1	$1,63 \cdot 10^{-29}$
Temperatura*Tempo ²	0,2570	1	0,2570	494,2	$9,96 \cdot 10^{-12}$
Temperatura ² *Tempo	15,1739	1	15,1739	29183,8	$3,57 \cdot 10^{-23}$
Temperatura ² *Tempo ²	11,0289	1	11,0289	21211,7	$2,84 \cdot 10^{-22}$
Erro	0,0068	13	0,0005		
Total SQ	342,1104	21			
Coeficiente de Determinação	R²	0,99998			
Coeficiente de Determinação Ajustado	R²_{aj}	0,99997			

Legenda: SQ – Soma dos Quadrados;

GL – Graus de Liberdade;

QM – Quadrados Médios;

Aj. – Ajuste.

Fonte: Autoria própria (2023).

APÊNDICE 9 – ANÁLISE DE VARIÂNCIA PARA C17

Efeitos	SQ (Aj.)	GL	QM (Aj.)	Valor F	Valor-P
Temperatura	0,000428	1	0,000428	74,3235	1,00.10 ⁻⁶
Temperatura ²	0,000008	1	0,000008	1,3164	2,72.10 ⁻¹
Tempo	0,000939	1	0,000939	162,9327	0,00
Tempo ²	0,000022	1	0,000022	3,8466	7,16.10 ⁻²
Temperatura*Tempo	0,000026	1	0,000026	4,5189	5,32.10 ⁻²
Temperatura*Tempo ²	0,000024	1	0,000024	4,1274	6,32.10 ⁻²
Temperatura ² *Tempo	0,000054	1	0,000054	9,3017	9,30.10 ⁻³
Temperatura ² *Tempo ²	0,000001	1	0,000001	0,1128	7,42.10 ⁻¹
Erro	0,000075	13	0,000006		
Total SQ	0,001584	1			
Coeficiente de Determinação	R²	0,95271			
Coeficiente de Determinação Ajustado	R²_{aj}	0,92361			

Legenda: SQ – Soma dos Quadrados;

GL – Graus de Liberdade;

QM – Quadrados Médios;

Aj. – Ajuste.

Fonte: Autoria própria (2023).

APÊNDICE 10 – ANÁLISE DE VARIÂNCIA PARA C18:2n6

Efeitos	SQ (Aj.)	GL	QM (Aj.)	Valor F	Valor-P
Temperatura	7,04284	1	7,04284	263,4640	0,00
Temperatura ²	0,00074	1	0,00074	0,0275	8,70.10 ⁻¹
Tempo	17,39591	1	17,39591	650,7596	0,00
Tempo ²	0,14795	1	0,14795	5,5344	3,27.10 ⁻²
Temperatura*Tempo	2,97913	1	2,97913	111,4456	0,00
Temperatura*Tempo ²	0,06627	1	0,06627	2,4790	1,36.10 ⁻¹
Erro	0,40098	15	0,02673		
Total SQ	28,05117	21			
Coefficiente de Determinação	R²	0,98571			
Coefficiente de Determinação Ajustado	R²_{aj}	0,97999			

Legenda: SQ – Soma dos Quadrados;

GL – Graus de Liberdade;

QM – Quadrados Médios;

Aj. – Ajuste.

Fonte: Autoria própria (2023).