

# **DETERMINAÇÃO DE Al, Cd, Cr, Cu, Fe, Mg, Mn, Mo, Ni, Ti, V e Zn EM ÓLEOS VEGETAIS E MARGARINA ATRAVÉS DA EXTRAÇÃO ÁCIDA ASSISTIDA POR ULTRA-SOM PELA TÉCNICA DE ICP OES**

**Alunos: André Luiz Saraceno Meliande e Luiz Gustavo Leocádio**  
**Orientador: Carmem Lúcia Porto da Silveira**

## **Introdução**

Um grande esforço tem sido devotado na tentativa de descobrir porque algumas gorduras e óleos sofrem mudanças mais rapidamente que outros. Nesse caso, a compreensão dessas mudanças e das suas causas pode indicar como essas podem ser controladas. A avaliação da qualidade das gorduras, em relação à validade, manutenção das propriedades e armazenagem, pode ser feita pela determinação da quantidade de metais presentes, pois a presença de traços de metais em óleos comestíveis é reconhecida por provocarem um efeito na oxidação de óleos e gorduras.

A presença de metais em óleos comestíveis ocorre através de contaminação natural e por introdução durante o processo de refino, branqueamento e desodorização. Alguns destes metais são essenciais para uma dieta saudável (zinco, ferro, cobre, cromo e cobalto), tornando-se tóxicos, apenas em altas concentrações, enquanto outros, não apresentam propriedades benéficas e são exclusivamente tóxicos, por exemplo, chumbo, mercúrio e cádmio [1]. Monterio et al, reportaram que a contaminação em óleo de oliva por metal, poderia ser devido à presença de metais no solo, água e metabolismo da planta (fatores endógenos) particularmente, para chumbo, no ar [2]. Tem sido reportado que a presença de metais-traço em óleos de oliva, está correlacionada às técnicas agrônômicas, métodos de colheita, extração do óleo e procedimentos de acondicionamento (fatores exógenos) [3].

Dentre os metais que usualmente são encontrados em níveis traço, Fe, Cu, Ca, Mg, Co, Ni e Mn são conhecidos como responsáveis pelo aumento da taxa de oxidação do óleo, enquanto outros elementos como, Cr, Cd e Pb, são muito importantes na avaliação de sua toxicidade e função metabólica. Específico ao refino, é a introdução de Ni, pois a hidrogenação de óleos comestíveis e gorduras tem sido realizada usando catalisadores de Ni. Pb e Cu, estão potencialmente presentes em óleos, devido à contaminação ambiental. Fe e Cu, podem originar de fontes naturais, ou ser introduzidos ao longo da linha de produção [4]. A extensão da contaminação por metal, pode depender também dos ácidos graxos livres presentes no óleo. A presença de metais no óleo refinado final é indesejável, porque os metais podem facilitar a degradação oxidativa do óleo, reduzindo assim, a sua vida útil. Níveis traço de Cu (II) podem catalisar a reação de oxidação de cadeias de ácido graxo, gerando um efeito deletério no sabor do óleo e em sua validade [5].

Essas observações mostram que a medição de elementos-traço constituintes dos óleos e gorduras comestíveis, deve ser feita com bastante exatidão. A medição por ICP OES pode oferecer vantagens nesse sentido, além da sensibilidade da técnica e rapidez da metodologia.

## **Objetivos**

O presente trabalho tem como objetivo desenvolver e otimizar uma metodologia para determinação de Al, Cd, Cr, Cu, Fe, Mg, Mn, Mo, Ni, Ti, V e Zn em amostras de óleos

comestíveis (azeite e soja) e margarina, baseada na extração ácida assistida por ultra-som pela técnica de ICP OES.

### Metodologia

O procedimento consiste em realizar a extração ácida de uma massa de 5,00 g em óleos vegetais e de 0,500 g em margarina, pesadas diretamente em tubos de centrifugação, e como agente de extração, foi utilizado o HNO<sub>3</sub> 10 % (v/v) na quantidade de 10 mL. As amostras foram levadas a um banho de ultra-som, cujo tempo de exposição foi de 20 minutos, seguido de um aquecimento à 50 °C por 40 minutos.

As amostras (óleo de soja, óleo de oliva e margarina) foram fortificadas e usadas para validar o método da extração ácida por ICP OES. Padrão organometálico (Conostan S-21) foi empregado para a fortificação das amostras. Os extratos ácidos foram introduzidos diretamente no ICP OES, Plasma P1000 da Perkin Elmer, (Perkin-Elmer, Norwalk, CT, EUA). As linhas analíticas de emissão (nm) escolhidas foram: Al (396,1), Cd (228,8), Cr (267,7), Cu (327,3), Fe (238,2), Mg (280,2), Mn (257,6), Mo (202,0), Ni (231,6), Ti (337,3), V (292,4) e Zn (213,8). O sistema de introdução da amostra no ICP consistiu em um nebulizador pneumático do tipo Cross-flow, com uma câmara de nebulização do tipo Scott-Fassel.

### Conclusões

A extração ácida assistida por ultra-som aplicada nas amostras de óleos e gorduras comestíveis, utilizando solução diluída de ácido nítrico como agente de extração, favoreceu o uso de padrões aquosos nas curvas de calibração, bem como, o do sistema aquoso de introdução de amostras, sem necessidade de maiores otimizações instrumentais. Usando este procedimento, a total extração dos elementos foi atingida de forma rápida, resultando em soluções que eram aspiradas diretamente ao ICP. A sonicação foi estudada, e determinada como sendo crucial neste processo de extração. Os resultados obtidos mostraram-se comparativos aos valores certificados e aos obtidos com o método já estabelecido, de diluição direta em tolueno. Foram obtidas excelentes recuperações para os elementos estudados. Validando assim, a metodologia proposta, a qual, mostrou-se bastante atraente, visto o baixo uso de reagentes e a necessidade mínima de trabalho laboratorial.

### Referências

- 1- FISCHER, J. L., RADEMEYER, C. J. **Direct determination of metals in oils by inductively coupled plasma atomic emission spectrometry using high temperature nebulization.** JOURNAL OF ANALYTICAL ATOMIC SPECTROMETRY, 9, 623-628, 1994.
- 2- MONTERIO, H., ABDALLA, D., ARCURI, A., BECHARA, E. **Oxygen toxicity related to exposure to lead.** CLINICAL CHEMISTRY, 31, 1673-1676, 1995
- 3- HSU, P. C., GUO, Y. L. **Antioxidant nutrients and lead toxicity.** TOXICOLOGY, 180, 33-44, 2002.
- 4- LIMA-HERMES, M., PEREIRA, B., BECHARA, E. J. H. **Are free radicals involved in lead poisoning?** XENOBIOTICA, 21, 1085-1090, 1991.
- 5 – SOUZA, R.M., MELIANDE, A.L.S., SILVEIRA, C.L.P., AUCÉLIO, R.Q. **Microchim. Acta.** 2006; 82:137-141.