

Otimização e aplicação de metodologia para a determinação de triglicerídeos em misturas de óleos de soja e oliva por CLAE-EM/EM como marcadores de adulteração de azeites de oliva.

Maíra Fasciotti Pinto Lima (IC)¹, Annibal Duarte Pereira Netto^{1,2} (PQ)*

¹ Laboratório de Química Analítica Fundamental e Aplicada. Departamento de Química Analítica, Instituto de Química, Universidade Federal Fluminense.

² Programa de Pós-Graduação em Química, Instituto de Química, Universidade Federal Fluminense.

* annibal@vm.uff.br

Palavras Chave: Óleos vegetais, Espectrometria de Massas, Triglicerídeos, CLAE-EM.

Introdução

O óleo de oliva ou azeite de oliva, devido às suas qualidades sensoriais diferenciadas e aos benefícios à saúde humana, tem maior valor agregado que outros óleos vegetais comestíveis, o que o torna alvo de adulterações com outros óleos. Essa adulteração é muitas vezes feita com óleo de soja que tem menor valor nutricional e econômico. Triglicerídeos (TGL) são os principais componentes dos óleos vegetais, onde apresentam distribuições características. A avaliação de óleos vegetais baseia-se na determinação dos ésteres de ácidos graxos por cromatografia a gás, após transesterificação dos TGL¹. Cromatografia a líquido de alta eficiência acoplada a espectrometria de massas (CLAE-EM) é uma alternativa que também reduz o tempo total de análise, pois não é necessário o pré-tratamento da amostra. O uso de múltiplos estágios de espectrometria de massas aumenta a seletividade da quantificação dos TGL. O objetivo deste trabalho foi desenvolver uma metodologia CLAE-EM capaz de quantificar TGL marcadores de misturas de óleos de oliva e soja.

Resultados e Discussão

Um sistema de CLAE dotado de bomba quaternária, degaseificador, injetor automático e interfaciado a detector *Ion Trap* (Agilent 1100 Series), com interface APCI (*Atmospheric Pressure Chemical Ionization*) foi usado. Os TGL foram separados em coluna LiChrospher (ODS, 250x3mm, 5µm). A vazão de fase móvel foi de 0,7mL/min, o volume injetado foi 5µL e a temperatura da coluna foi mantida em 30°C. Misturas de acetonitrila e 2-propanol foram avaliadas como fase móvel e o gradiente de solventes foi otimizado. As condições cromatográficas possibilitaram boa resolução dos TGL. O desenvolvimento e otimização da metodologia foram realizados com mistura de óleo de oliva e óleo de soja. Os parâmetros de espectrometria de massas foram otimizados com o íon de m/z= 922 da solução de *tuning*. A temperatura de vaporização da interface foi otimizada com mistura de óleo de soja e óleo de oliva. As maiores áreas dos picos da maioria dos TGL foram obtidas a 370°C. A identificação dos TGL foi realizada através dos íons

pseudomoleculares $[M+H]^+$ e dos íons provenientes da perda de radical acila $[M+H-R]^+$. Múltiplos estágios de espectrometria de massas baseados nestes íons aumentaram a seletividade do método. Trioleato de glicerila (OOO), principal TGL do azeite de oliva e encontrado em pequenas proporções no óleo de soja, foi usado como marcador de óleo de oliva. As concentrações de OOO em azeite de oliva extra virgem e em óleo de soja foram determinadas com curvas analíticas de OOO na faixa de 1 a 50 ppm ($R > 0,99$). O mesmo foi feito em misturas de proporções conhecidas de óleo de soja e óleo de oliva. As concentrações de OOO em óleo de oliva, óleo de soja e em óleo comercial composto são mostradas na Tabela 1.

Tabela 1: Percentagem de OOO em óleos.

Amostra	% OOO	Desv. Rel. (%)
Soja	3,4	4
Oliva	55,8	2
Mistura 15%	11,3	2

A concentração de OOO determinada em óleo de soja apresentou boa concordância com resultados anteriores (0,6 a 4,9%)². No caso do óleo de oliva, um valor ligeiramente maior que a faixa descrita (15,3 a 54,6%)² foi observado. Baseado na porcentagem de OOO na mistura comercial foi possível estimar a proporção de óleo de oliva presente na mistura. O valor obtido foi de $17,1 \pm 2,0$ %, próximo ao descrito no rótulo do produto (15%).

Conclusões

O método desenvolvido foi capaz de estimar a proporção de azeite de oliva presente em misturas com óleos de soja, demonstrando que pode ser uma alternativa viável para este fim.

Agradecimentos

CNPq, PROPP/UFF, CAPES.

¹ Aued-Pimentel, S. et al., *Rev. Inst. Adolfo Lutz*, **2002**, 61(2), 69.

² Andrikopoulos, N. K., *Food Reviews Inter*, **2002**, 18(1), 71.