

## Determinação de Ni em Margarina por ICP-MS após Procedimentos de Digestão Assistida por Radiação Micro-ondas e Ultravioleta

Carla de A. Hartwig<sup>1</sup> (PG)\*, Gilberto da S. Coelho Júnior<sup>1</sup> (IC), Thais Mazzetti<sup>1</sup> (IC), Edson I. Müller<sup>2</sup> (PQ), Rochele S. Picoloto<sup>2</sup> (PG), Márcia F. Mesko<sup>1</sup> (PQ) (carlahartwig@yahoo.com.br)

<sup>1</sup>Centro de Ciências Químicas, Farmacêuticas e de Alimentos, Universidade Federal de Pelotas, Pelotas – RS;

<sup>2</sup>Departamento de Química, Universidade Federal de Santa Maria, Santa Maria – RS.

Palavras Chave: Margarina, Níquel, Digestão

### Introdução

O processo de produção de margarinas se dá por meio de reação de hidrogenação de óleos vegetais, empregando catalisadores geralmente à base de Ni, o que faz com que este metal mereça destaque no campo das contaminações neste alimento, as quais podem afetar o metabolismo humano, ou mesmo interferir na qualidade do produto.<sup>1,2</sup> Neste sentido, faz-se necessário o desenvolvimento de métodos analíticos confiáveis que permitam a determinação segura deste elemento em nível de traço.

Assim, neste trabalho foi avaliada a decomposição de margarina por Digestão Assistida por Radiação Micro-ondas (MW-AD) e Digestão Assistida por Radiação Micro-ondas e Ultravioleta (MW-UV-AD), empregando diferentes concentrações de HNO<sub>3</sub> como solução digestora. A determinação de Ni foi realizada por Espectrometria de Massa com Plasma Indutivamente Acoplado (ICP-MS), e a eficiência de digestão foi avaliada pelo teor de carbono residual (RCC), determinado por Espectrometria de Emissão Óptica com Plasma Indutivamente Acoplado (ICP OES).

### Resultados e Discussão

A amostra de margarina adquirida no comércio local de Pelotas – RS, foi submetida aos procedimentos MW-AD e MW-UV-AD em um forno micro-ondas Multiwave 3000<sup>®</sup> (Anton Paar), equipado com 8 frascos de quartzo (80 ml, 80 bar e 280 °C), utilizando HNO<sub>3</sub> 2, 4, 6, 8 ou 14 mol l<sup>-1</sup> (6 ou 10 ml), como solução digestora. Para o emprego de radiação ultravioleta, uma lâmpada emissora foi introduzida no frasco de digestão. Nestes procedimentos foi utilizada massa de amostra de 500 mg, e o programa de irradiação aplicado foi: 20 min de rampa; 550 W/10 min; 10 min de rampa; 900 W/ 20 min; 0 W/ 15 min. O material de referência certificado (CRM) BCR 114 (*Acquatic plant*) foi submetido às mesmas condições da amostra, como forma de avaliar a exatidão do método.

Em ambos os procedimentos de digestão, foram observados menores RCCs com o emprego de maiores concentrações ácidas. No entanto, os

valores de RCC obtidos para MW-UV-AD foram sempre inferiores, o que demonstra ser este procedimento mais eficiente do que MW-AD na decomposição de amostras orgânicas.

Com relação aos teores de Ni, não foram observadas diferenças significativas entre os resultados obtidos por ICP-MS após MW-AD com HNO<sub>3</sub> a partir de 6 mol l<sup>-1</sup>, ou MW-UV-AD com HNO<sub>3</sub> a partir de 2 mol l<sup>-1</sup>. Entretanto, considerando-se a precisão dos resultados, o emprego de ácido diluído, e o RCC obtido, considerou-se como mais satisfatório para a decomposição da amostra, o procedimento MW-UV-AD com HNO<sub>3</sub> 4 mol l<sup>-1</sup>.

Assim, o teor de Ni obtido na amostra de margarina avaliada, com o emprego desta condição, foi de 158,6 ± 16,1 µg kg<sup>-1</sup>, o qual é bastante inferior ao limite máximo estabelecido para este tipo de amostra (4 mg kg<sup>-1</sup>).<sup>3</sup>

A concordância obtida entre a concentração de Ni encontrada no CRM (19700 ± 1100 µg kg<sup>-1</sup>) e seu valor certificado (18800 ± 800 µg kg<sup>-1</sup>) foi satisfatória (105%), o que comprovou a exatidão do método proposto. Contudo, cabe ressaltar que mais estudos para avaliar a exatidão do método ainda deverão ser realizados, assim, como novas amostras devem ser investigadas.

### Conclusões

Através dos resultados obtidos, pode-se concluir que é possível a utilização de ácidos diluídos na digestão de margarina por MW-UV-AD. Além disso, os procedimentos empregando radiação ultravioleta comprovaram boa eficiência na decomposição de amostras com elevado teor de matéria orgânica. Quanto à concentração de Ni, pode-se concluir que a amostra investigada apresenta teor deste elemento inferior ao limite máximo estabelecido.

### Agradecimentos

FAPERGS, CAPES, CNPq e LAQIA/UFSM.

<sup>1</sup>Gabrovská, et al. Applied Catalysis A: General, **2006**, 299, 73;

<sup>2</sup>Cindric, et al. Microchemical Journal, **2007**, 85, 136;

<sup>3</sup>Brasil. Decreto nº 55.871, de 26 de março de 1965.