



UNIVERSIDADE FEDERAL DE PERNAMBUCO  
CENTRO DE TECNOLOGIA E GEOCIÊNCIAS  
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA QUÍMICA  
CURSO DE QUÍMICA INDUSTRIAL

TRABALHO DE CONCLUSÃO DE CURSO

PEDRO HENRIQUE DA SILVA

**DETERMINAÇÃO DO TEOR DE GORDURA EM MARGARINAS: ESTUDO  
COMPARATIVO ENTRE METODOLOGIA FÍSICO-QUÍMICA E RMN-DT**

RECIFE

2025

**UNIVERSIDADE FEDERAL DE PERNAMBUCO**  
**CENTRO DE TECNOLOGIA E GEOCIÊNCIAS**  
**DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA QUÍMICA**  
**CURSO DE QUÍMICA INDUSTRIAL**

**PEDRO HENRIQUE DA SILVA**

**DETERMINAÇÃO DO TEOR DE GORDURA EM MARGARINAS: ESTUDO  
COMPARATIVO ENTRE METODOLOGIA FÍSICO-QUÍMICA E RMN-DT**

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado à Coordenação do Curso de química industrial do Campus Recife da Universidade Federal de Pernambuco – UFPE, na modalidade de artigo científico, como requisito parcial para a obtenção do grau de bacharel em Química Industrial.

**Área de concentração:** Química analítica e instrumental.

**Orientador (a):** Prof<sup>ª</sup>. Dr<sup>ª</sup>.Mayara Ferreira Barbosa

**RECIFE, 2025**

Ficha de identificação da obra elaborada pelo autor,  
através do programa de geração automática do SIB/UFPE

Silva, Pedro Henrique da.

Determinação do teor de gordura em margarinas: estudo comparativo entre metodologia físico-química e RMN-DT / Pedro Henrique da Silva. - Recife, 2025.

47 : il., tab.

Orientador(a): Mayara Ferreira Barbosa

Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação) - Universidade Federal de Pernambuco, Centro de Tecnologia e Geociências, Química Industrial - Bacharelado, 2025.

Inclui referências.

1. Controle da qualidade. 2. Indústria de alimentos. 3. Método instrumental. 4. Otimização de processo. 5. Regulamentação. I. Barbosa, Mayara Ferreira. (Orientação). II. Título.

670 CDD (22.ed.)

PEDRO HENRIQUE DA SILVA

**DETERMINAÇÃO DO TEOR DE GORDURA EM MARGARINAS: ESTUDO  
COMPARATIVO ENTRE METODOLOGIA FÍSICO-QUÍMICA E RMN-DT**

Trabalho de Conclusão de Curso, apresentado à  
Coordenação do Curso de Química Industrial ,  
Universidade Federal de Pernambuco, como  
requisito para a obtenção do título de bacharel em  
Química Industrial.

Aprovado em: 04/12/2025.

**BANCA EXAMINADORA**

---

Prof<sup>ª</sup>. Dr<sup>a</sup>. Mayara Ferreira Barbosa (Orientadora)  
Universidade Federal de Pernambuco - UFPE

---

Prof<sup>ª</sup>. Dr<sup>a</sup>. Ana Paula Lima Pacheco (Examinadora Interna)  
Universidade Federal de Pernambuco - UFPE

---

Ma. Barbara Wittkowski Fendrich (Examinadora externa)  
Universidade Federal de Pernambuco - UFPE

Dedico este trabalho à minha família, por todo apoio incondicional e amor constante. A presença de vocês em minha vida é a maior fonte de inspiração e força. Este trabalho é dedicado a vocês, que sempre acreditaram em mim e me incentivaram a seguir meus sonhos.

Com todo o meu amor e gratidão.

## AGRADECIMENTOS

Quero agradecer primeiramente à Deus, por todas as oportunidades que me foram dadas e todas as lições de vida. Graças a ele, posso dar mais um passo em busca do sucesso. Em seguida, quero expressar minha profunda gratidão à minha orientadora, Dra. Mayara Ferreira Barbosa, pelo acolhimento tão generoso e por todo o suporte. Às professoras Fernanda Honorato, Daniella Napoleão e Ana Paula Pacheco, minhas imensas palavras de agradecimento pelas aulas inspiradoras e pelos conselhos valiosos que sempre me deram.

À minha família, e em especial aos meus queridos pais, Maria Patrícia e Nilvan Celestino, que não mediram esforços para me dar uma educação de qualidade e conforto. Sou muito grato a eles por me ensinarem a enfrentar os desafios da vida, que tudo são fases, e que a vitória sempre será alcançada por aqueles que se empenham e demonstram garra. Além do mais, agradeço por todo amor e carinho dado, a educação que me fez menino, adolescente e hoje um homem. Vocês dão o seu melhor e eu espero retribuir sempre com o meu melhor para vocês.

À minha companheira de vida Pâmela Priscila, obrigado por todo amor, carinho e ensinamentos ao longo dos nossos 5 anos de relacionamento, por você eu busco a cada dia ser um ser humano melhor e, me disponho a tudo para nossa felicidade, sei que posso contar com você para o que der e vier nessa vida. Te amo muito!

À minha tia Cristina (*in memoria*), que sempre acreditou em mim, mesmo nos momentos em que eu duvidava de mim mesmo. Seu apoio, orientação e amor incondicional foram fundamentais em cada passo da minha jornada, tanto na educação quanto na vida.

À minha avó Zefinha, meu aconchego, meu lar, meu amor. Obrigado por cada lição, aprendizado, carinho e por todas as comidas regionais mais gostosas que eu poderia experimentar nessa vida. Sua história de vida me incentiva a ser um guerreiro e a enfrentar todas as batalhas dessa vida, colocando sempre Deus na frente, pois a vitória é certa.

Às minhas tias, que foram e são uma segunda mãe para mim, que nos momentos que meus pais não estavam por perto, me deram amor, carinho, atenção e etc. Vocês sempre serão parte de mim e do ser humano que me tornei.

À minha irmã Niuhelen, que sempre foi um exemplo para mim, sou grato de ter você como irmã, você foi o meu espelho e inspiração para alavancar na vida dos estudos. Você também me mostrou o significado de força, coragem e sentimentos. Espero que nós dois possamos atingir o sucesso que almejamos.

Aos meus colegas de curso Cassiel Ruan Barreto da Silva, Lucas Fernando de Andrade Raffaele e Ivyson da Silva Moreira, obrigado pelo apoio durante as disciplinas, pelo companheirismo e por tornarem essa trajetória mais leve, com momentos de descontração e risadas.

Aos meus queridos amigos de trabalho, minha gratidão é infinita por cada troca vivida e por estarem ao meu lado durante toda a construção da minha trajetória profissional.

## RESUMO

O estudo avaliou margarinas, contendo 75%, 77% e 80% de gordura, por meio da comparação entre o método Físico-Químico (FQ) de referência (Instituto Adolfo Lutz) e a técnica de Ressonância Magnética Nuclear no Domínio do Tempo (RMN-DT). As determinações foram realizadas pelo autor e em duplicata. Para cada teor de gordura, cinco amostras foram analisadas, totalizando quinze resultados médios para os parâmetros de umidade e gordura em cada metodologia. A avaliação estatística foi conduzida utilizando o teste t pareado bicaudal. Observou-se diferença significativa entre os métodos para a determinação de umidade,  $t_{\text{calculado}} > t_{\text{crítico}}$  ( $3,26 > 2,145$ ). Essa discrepância pode estar relacionada às características da amostra, uma emulsão sólida, cuja matriz ainda demanda aprimoramentos no processo de calibração e desenvolvimento metodológico para análises por RMN-DT. Enquanto para o teor de gordura, parâmetro central desta investigação, não foram identificadas diferenças estatisticamente significativas,  $t_{\text{calculado}} < t_{\text{crítico}}$  ( $0,88 < 2,145$ ). Com base nesses resultados, procedeu-se à análise comparativa quanto ao tempo, à geração de resíduos e aos riscos associados a cada abordagem analítica. Verificando que o tempo de análise do RMN-DT comparado à metodologia FQ é 80 vezes menor; a geração de resíduos pela RMN-DT exclui os resíduos químicos perigosos, e tem uma geração bem menor de resíduos não recicláveis comparado ao FQ. Logo, a RMN-DT não possui o risco químico por não utilizar o uso de solventes orgânicos, porém tem um risco ainda pouco debatido e estudado, que é a interferência do campo magnético. Assim, o estudo contribui para a discussão sobre a avaliação de implementação de tecnologias instrumentais emergentes em rotinas laboratoriais e industriais.

**Palavras-chave:** Controle da qualidade; Indústria de alimentos; Método instrumental; Otimização de processo; Regulamentação.



## ABSTRACT

The study evaluated margarines containing 75%, 77%, and 80% fat by comparing the reference Physicochemical (PQ) method (Instituto Adolfo Lutz) with Time-Domain Nuclear Magnetic Resonance (TD-NMR). All determinations were performed by the author and conducted in duplicate. For each fat level, five samples were analyzed, yielding fifteen mean results for moisture and fat content in each analytical approach. Statistical evaluation was carried out using a two-tailed paired t-test. A significant difference between methods was observed for moisture determination, with  $t_{\text{calculated}} > t_{\text{critical}}$  ( $3.26 > 2.145$ ). This discrepancy may be associated with the characteristics of the sample matrix, a solid emulsion, which still requires methodological and calibration improvements for TD-NMR analysis. In contrast, no statistically significant differences were identified for fat content, the central parameter of this investigation, as  $t_{\text{calculated}} < t_{\text{critical}}$  ( $0.88 < 2.145$ ). Based on these findings, a comparative assessment of analysis time, waste generation, and associated risks was performed. TD-NMR showed an analysis time approximately 80-fold shorter than the PQ methodology; its waste generation eliminates hazardous chemical residues and produces substantially less non-recyclable waste compared with the PQ method. Moreover, TD-NMR does not pose chemical hazards due to the absence of organic solvents; however, it introduces a less explored risk related to magnetic-field exposure. Overall, the study contributes to the ongoing discussion regarding the adoption of emerging instrumental technologies in laboratory and industrial analytical routines.

**Keywords:** Quality Control; Food Industry; Process Optimization; Instrumental Method; Regulation.

## LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1 - Estrutura da molécula de ácidos graxos saturado e insaturado.....	16
Tabela 1 – Parâmetros de qualidade da margarina.....	18
Figura 2 – Informação nutricional de uma margarina.....	19
Figura 3 – Rótulo frontal, lupa de alto teor em margarina.....	20
Figura 4 - Sistema para análise por RMN-DT.....	28
Tabela 2 - Tabela para tcrítico em vários níveis de probabilidade.....	30
Tabela 3 – Comparação entre métodos.....	32
Tabela 4 - Diferença entre os resultados de cada metodologia.....	33
Figura 5 - Representação da emulsão de margarinas.....	35
Figura 6 - Éter de petróleo.....	39
Quadro 1 - Riscos: análise físico química x RMN-DT.....	40

## SUMÁRIO

<b>1 INTRODUÇÃO.....</b>	<b>12</b>
<b>1.1 OBJETIVOS.....</b>	<b>14</b>
1.1.1 Objetivos específicos.....	14
<b>2 REVISÃO DE LITERATURA.....</b>	<b>15</b>
<b>2.1 Produção de Margarina.....</b>	<b>15</b>
<b>2.2 Legislação para margarinas no Brasil.....</b>	<b>17</b>
2.2.1 Métodos analíticos.....	20
<b>2.3 Análise estatística.....</b>	<b>22</b>
<b>2.4 Análise de resíduos e riscos em análises químicas.....</b>	<b>23</b>
<b>3 METODOLOGIA.....</b>	<b>25</b>
<b>3.1 Métodos físico-químicos.....</b>	<b>25</b>
3.1.1 Determinação do teor de umidade em margarinas.....	25
3.1.2 Determinação do teor de insolúveis em margarinas.....	26
3.1.3 Determinação do teor de gordura em margarinas.....	27
<b>3.2 Método instrumental.....</b>	<b>27</b>
3.2.1 Determinação do teor de gordura e umidade por RMN - DT.....	27
<b>3.3 Análise estatística.....</b>	<b>28</b>
<b>3.4 Quantificação de resíduos entre a metodologia físico-química e a RMN-DT.....</b>	<b>31</b>
<b>3.5 Análise de riscos entre a metodologia físico-química e a RMN-DT.....</b>	<b>31</b>
<b>4 RESULTADOS E DISCUSSÃO.....</b>	<b>32</b>
<b>4.1 Análise estatística comparativa entre as metodologias.....</b>	<b>32</b>
<b>4.2 Análise comparativa de geração de resíduos entre os métodos.....</b>	<b>36</b>
<b>4.3 Análise comparativa de risco entre os métodos.....</b>	<b>38</b>
<b>5 CONCLUSÃO.....</b>	<b>41</b>
<b>REFERÊNCIAS.....</b>	<b>42</b>

## 1 INTRODUÇÃO

Segundo Alphen *et al.*, 1987, a primeira margarina foi produzida no ano de 1869 pelo químico francês Hippolyte Mège Mouriès, incentivado por um concurso criado por Napoleão III que buscava um substituto para a manteiga. Contudo, só veio a ganhar notoriedade de alta tecnologia, com características próprias e variações na década de 70 (Gioelli, 1997).

De acordo com a Portaria nº 43, de 22 de março de 2019, “A margarina é um produto gorduroso de emulsão estável do tipo água em óleo (A/O) composto por óleos ou gorduras de origem animal ou vegetal, água e outros ingredientes, podendo ainda conter o leite, seus constituintes ou derivados” (Brasil, 2019). Essa portaria é regulamentada pelo Ministério da Agricultura e Pecuária (MAPA), que através da instrução normativa nº 66, de 10 de dezembro de 2019, estabelece o regulamento técnico de margarinas, definindo o seu padrão oficial de classificação, com os requisitos de identidade e qualidade, a amostragem, o modo de apresentação e a marcação ou rotulagem nos aspectos referentes à classificação do produto (Brasil, 2019).

Além disso, o documento publicado exige que o certificado de classificação possua os valores do teor de umidade e gordura em termos percentuais (%). Portanto, para a determinação desses valores, são necessárias as realizações de análises validadas e recomendadas pelo MAPA (Brasil, 2019). Esses teores de umidade e gordura podem ser obtidos através de métodos físico-químicos e instrumentais. Os métodos físico-químicos são baseados no livro do Adolfo Lutz “Métodos físico-químicos para alimentos” (Takemoto *et al.*, 2008). Ademais, os métodos instrumentais são emergentes para essas determinações, dois instrumentos muito utilizados para essas determinações são a espectroscopia NIR, Infravermelho Próximo, e a ressonância magnética nuclear no domínio do tempo (Colgano *et al.*, 2011).

A importância dessas análises é devido a informação nutricional presente no rótulo. Dessa forma, o teor de gordura é uma das informações principais que constam nos rótulos da margarina. Esse teor pode ter significados diferentes nos rótulos de informações nutricionais, pois os métodos quantitativos para medir nutrientes são desenvolvidos de forma diferente em cada país. Por exemplo, países como, Coreia, Japão e etc, listam o teor de gordura bruta na seção "Gordura" nos rótulos dos alimentos (KFDA, 2009, Pharmaceutical Society of Japan, 2010), enquanto outros países (Estados Unidos, Canadá e Austrália, etc.) declaram a gordura total em um rótulo de alimento (CFIA, 2011, FSANZ, 2013, Hawkes, 2004).

O Brasil segue a declaração de gordura total em um rótulo de alimento como os

Estados Unidos da América (EUA) conforme estabelecida pela *Food and Drug Determination* (FDA) no ano de 1990 por meio da Lei de Rotulagem e Educação Nutricional (NLEA), é "a soma de todos os ácidos graxos obtidos em um extrato lipídico, expressos como triglicerídeos" (Federal Register, 1993). No entanto, em contrapartida, apesar de ser intitulada como gordura total, ela se enquadra dentro da definição de gordura bruta, termo usado para se referir à mistura bruta de material lipossolúvel presente em alimentos (Shin; Park, 2015).

A determinação do teor de gordura em margarinas tem sido tradicionalmente realizada por metodologias físico-químicas com extração com solvente orgânico, secagem do extrato e determinação gravimétrica da gordura (Shin; Park, 2015). Esse método exige tempo, gasto de solvente orgânico (éter de petróleo) e gasto de energia (estufa e chapa aquecedora), tornando-se uma análise que demanda em média  $\pm 4$  horas de análise para obtenção do teor de gordura em uma margarina (Takemoto et.al, 2008). Mas, o uso de éter de petróleo acarreta o maior custo e burocracia da análise, visto que é um reagente controlado pela Polícia Federal, através da Portaria nº 240, de 12 de março de 2019, que estabelece o controle e a fiscalização de produtos químicos e define os produtos químicos sujeitos a controle da Polícia Federal (Brasil, 2019).

Em contrapartida, tem-se a utilização da Ressonância Magnética Nuclear sob Domínio do Tempo (RMN-DT). Trata-se de uma análise instrumental que representa uma alternativa rápida, não destrutiva para a obtenção do teor de gordura em margarinas. Pois, essa técnica permite a diferenciação de sinais provenientes de água livre, água ligada e lipídios, com base em seus distintos tempos de relaxação. Assim, torna-se possível quantificar com precisão os teores de umidade e gordura em diversos produtos alimentícios (Prestes *et al.*, 2006). Além do mais, o instrumento oferece a minimização da geração de resíduos, maior frequência analítica e diminuição de passos analíticos para determinação do teor de gordura e umidade. Contudo, o RMN-DT exige um alto valor investido para a aquisição do equipamento.

## **1.1 OBJETIVOS**

O objetivo do presente trabalho foi realizar uma análise comparativa entre o método físico-químico com a RMN-DT, empregados na determinação do teor de gordura em margarinas, incorporando a avaliação de seus aspectos ambientais, de segurança e tecnológicos, a fim de subsidiar sua utilização em rotinas industriais de produção e controle da qualidade.

### **1.1.1 Objetivos específicos**

- Analisar estatisticamente pelo método, teste t pareado, os resultados obtidos para as duas metodologias;
- Avaliar os métodos quanto a geração de resíduos e o seu gerenciamento;
- Examinar os métodos quanto aos riscos envolvidos em suas execuções;
- Identificar os benefícios da aplicação de novas tecnologias nas rotinas industriais de produção e controle da qualidade

## 2 REVISÃO DE LITERATURA

O objetivo deste capítulo é apresentar o embasamento teórico necessário para a compreensão e desenvolvimento do estudo, abordando conceitos relacionados à produção de margarina, importância nutricional, econômica e tecnológica, avaliação de seus parâmetros de qualidade, implicações do teor de gordura quanto a qualidade do produto, determinação do teor de gordura por metodologia físico-química e ressonância magnética nuclear sob domínio do tempo.

### 2.1 Produção de Margarina

Assim como muitas ideias e invenções, a proposta para a criação da margarina surge de uma crise enfrentada na Europa. Devido à crise econômica na França no século XIX, um dos produtos mais consumidos, a manteiga, ficou cada vez mais caro. Com isso, surge a ideia de Napoleão Bonaparte de dar um prêmio a quem conseguisse produzir um produto parecido com a manteiga que fosse facilmente conservada e com preços razoáveis. O químico francês Hippolyte Mège Mouriés no ano de 1869 conseguiu criar o produto, o qual denominamos, atualmente, de margarina (Machado *et.al*, 2004).

Segundo Chrysan (2005) as primeiras margarinas ainda eram produzidas através do sebo, que ao ser misturado com suco gástrico (artificial) tornou-se líquido, mas logo após a diminuição de temperatura para aproximadamente 26°C, uma parte dessa gordura cristalizou. A receita da margarina é constituída basicamente por sebo, leite desnatado e pedaços de tecido bovino mamário. A produção era realizada em batelada, onde era agitada por horas e ao adicionar água fria a batadeira, a gordura solidificava. A água era descartada e, a massa, ao ser salgada e amassada, estava pronta para consumo. Os tempos passaram e novas tecnologias surgiram, tornando possível que a margarina fosse produzida a partir dos meados dos anos 90 com 100% de bases vegetais através de óleo de coco, óleo de palmiste (Medeiros, 2021).

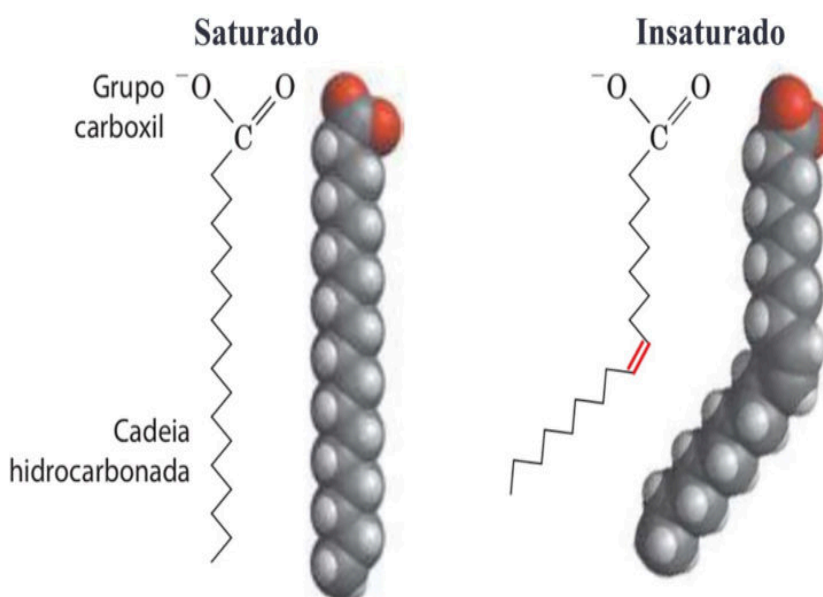
A principal etapa do processo que faz a transformação do óleo em gordura é a hidrogenação. Esse processo foi amplamente adotado pela indústria para aumentar a estabilidade e a durabilidade do produto, porém ao passar do tempo e com as pesquisas, foi associado a diversos riscos à saúde, incluindo doenças cardiovasculares (Guggisberg *et al.*, 2022).

Os riscos à saúde causados devido a forma como o produto é produzido, fez com que o processo produtivo passasse por ajustes. Entretanto, no ano de 2020, a FDA decidiu excluir os óleos parcialmente hidrogenados do processo de fabricação de margarinas (WHO, 2021).

A medida tomada pela FDA visa diminuir a incidência de doenças cardiovasculares, já que por sua vez as gorduras trans estão ligadas ao colesterol “ruim” LDL, *Low Density Lipoprotein* (Lipoproteína de baixa densidade), e uma maior inflamação (Mayo; Clinic, 2022). Com isso novos processos foram adotados, como a interesterificação e o uso de fitoestéroides.

Na interesterificação, os ácidos graxos presentes nos triglicerídeos são redistribuídos sob condições controladas de temperatura e catalisadores específicos. Dessa forma, os ácidos graxos (Figura 1) não sofrem mudanças, sendo distribuídos na estrutura do glicerol, sem impactar a estabilidade e sem comprometer a saúde (Toma; Amin; Aalim, 2020). Com isso, a partir da interesterificação é possível obter resultados semelhantes em relação a consistência e espalhabilidade sem riscos à saúde.

**Figura 1 - Estrutura da molécula de ácidos graxos saturado e insaturado**



Fonte: Flores, 2020.

Como ilustrado na Figura 1 acima, o ácido graxo pode ser saturado ou insaturado, tal classificação estará ligada a presença ou ausência da dupla ligação na molécula, é possível observar também que a presença ou ausência dessa ligação dupla, impactará na estrutura geométrica da molécula, dificultando o empacotamento entre elas, o que justifica o fato das gorduras saturadas formarem cristais, ou seja, moléculas com estruturas arranjadas, e as



insaturadas não formarem e serem líquidas. Em ambas, a cadeia hidrocarbonada representa a parte hidrofóbica (afinidade com os óleos) da molécula e o grupo carboxil, a parte hidrofílica (afinidade com a água) (Flores *et.al*, 2020). Tais características são satisfatórias para produção de margarina, visto que ela é composta por uma emulsão do tipo A/O.

A adição de fitoesteróis visa a melhoria do perfil nutricional da margarina (Nadeem *et al.*, 2017). Os fitoesteróis são conhecidos como compostos vegetais, encontrados em óleos, nozes, sementes e legumes, com propriedades hipocolesterolêmicas, esse composto é característico pela competição com o colesterol na absorção intestinal, reduzindo, assim, os níveis de LDL-c. Refere-se à quantidade de colesterol transportado pela lipoproteína de baixa densidade, no sangue, devido a estrutura química semelhante ao colesterol (Marrone *et al.*, 2021; Silva *et al.*, 2021).

Logo, é perceptível que a história desse produto tão presente na rotina alimentar das pessoas, passou e vem passando por estudos e consequente mudanças, que visam melhorar suas características marcantes, como também, proporcionar uma segurança alimentar para o consumidor. Portanto, fica evidenciado os esforços da indústria alimentícia em dar segmento a mudanças para obter produtos mais saudáveis e sustentáveis (Smetana *et al.*, 2020).

## **2.2 Legislação para margarinas no Brasil**

A produção e composição da margarina é regulada pelo MAPA (Ministério da Agricultura e Pecuária) através da Instrução Normativa nº 66 que define margarina como “o produto gorduroso em emulsão estável do tipo água em óleo (A/O) composto por óleos ou gorduras de origem animal ou vegetal, água e outros ingredientes, podendo ainda conter o leite, seus constituintes ou derivados” (Brasil, 2019). Além do mais, o percentual de gordura lática tecnicamente recomendado para comercialização de margarina de qualquer tipo será de 3%, não podendo exceder esse valor, ficando impedida a comercialização nessas condições. Toda margarina deve ser classificada conforme seus requisitos de identidade e qualidade (características sensoriais, coloração, documento de classificação, embalagem, emulsão do tipo A/O, laudo de classificação, fermentação, mofo, matérias estranhas indicativas, produto com quebra de emulsão), conforme Tabela 1 (Brasil, 2019).

**Tabela 1 – Parâmetros de qualidade da margarina**

<b>Parâmetro</b>	<b>Especificação</b>
<i>Salmonella spp</i>	Ausência em 25g
Características sensoriais	Normal ou característico, livre de notas oxidadas, desagradáveis ao paladar
Matéria estranhas	Ausência em 100g
Contagem de coliformes termotolerantes antes 45 °C (NMP)	n= 5, c=1, m=3, M=10
Bolores e leveduras (UFC/g)	Menor ou igual a 500

Fonte: Adaptado de Brasil, 2019.

Segundo a IN nº 66, em função do processo de fabricação, a margarina pode apresentar teores de gorduras variados, contudo, valores abaixo de 80% devem ser informados no rótulo do produto. A umidade e o teor de gordura determinados de forma analítica, devem constar no certificado de classificação, documento que deve ser enviado para o MAPA, como comprovação de que a empresa não está cometendo food fraude, o que está contido no produto não condiz com o que é informado no rótulo. O MAPA exige apenas que o teor de margarina esteja acima do informado no rótulo e o teor de umidade dentro da especificação técnica do produto, caso contrário, a empresa pode ser multada (Brasil, 2019).

A Agência Nacional de Vigilância Sanitária (ANVISA) também regula a produção de margarinas através da inspeção de rotulagem, pois no ano de 2020 a Resolução da Diretoria Colegiada (RDC) Nº 429 foi publicada e ela dispõe sobre a rotulagem nutricional de alimentos embalados. Essa resolução determina que a tabela de informação nutricional contenha a declaração de quantidade de: valor energético, carboidratos, açúcares totais, açúcares adicionados, proteínas, gorduras totais, gorduras saturadas, gordura trans, fibra alimentar, sódio e qualquer o outro ou substância bioativa que seja objeto de alegações nutricionais, de alegações de propriedades funcionais ou de alegações de propriedades de saúde (Brasil, 2020). Como exemplo, derivados de leite e soja que são nutrientes alergênicos. Na Figura 1 abaixo, pode-se observar a informação nutricional de uma margarina comum.

Figura 2 – Informação nutricional de uma margarina

INFORMAÇÃO NUTRICIONAL			
Porções por embalagem: 50			
Porção: 10 g (1 colher de sopa)			
	100 g	10 g	%VD*
Valor energético (kcal)	738	74	4
Gorduras totais (g)	82	8,2	13
Gorduras saturadas (g)	24	2,4	12
Gorduras trans (g)	0,5	0,1	5
Sódio (mg)	560	56	3
Não contém quantidades significativas de carboidratos, açúcares totais, açúcares adicionados, proteínas e fibras alimentares.			
*Percentual de valores diários fornecidos pela porção.			
<b>INGREDIENTES:</b> ÓLEOS VEGETAIS LÍQUIDOS E INTERESTERIFICADOS (CONTÉM ÓLEO DE SOJA*), ÁGUA, SAL, LEITE EM PÓ DESNATADO, CREME DE LEITE, EMULSIFICANTES MONO E DIGLICERÍDEOS DE ÁCIDOS GRAXOS E LECITINA*, CONSERVANTE SORBATO DE POTÁSSIO, ACIDULANTE ÁCIDO LÁCTICO (L-), AROMATIZANTES, ANTIOXIDANTES BHT, EDTA CÁLCIO DISSÓDICO E ÁCIDO CÍTRICO E CORANTES EXTRATO DE URUCUM, BASE BIXINA E CURCUMINA. (*GENETICAMENTE MODIFICADO A PARTIR DE <i>Streptomyces viridochromogenes</i> , <i>Agrobacterium tumefaciens</i> E <i>Bacillus thuringiensis</i> ).			
<b>ALÉRGICOS: CONTÉM DERIVADOS DE SOJA E LEITE. CONTÉM LACTOSE. NÃO CONTÉM GLÚTEN.</b>			

Fonte: O autor, 2025.

Ao analisar a Figura 2 observa-se que todos os dados citados anteriormente foram declarados pelo rótulo do alimento e além do mais a informação de que o produto contém substâncias alergênicas. A margarina é um produto gorduroso e, portanto, o consumidor deve ser alertado sobre a característica deste produto. Para isso, a ANVISA no ano de 2022 através da instrução normativa N° 75, fez alteração quanto à rotulagem dos alimentos com o objetivo de manter a clareza e auxiliar o consumidor a fazer escolhas alimentares mais conscientes. (Brasil, 2022). Essa alteração veio principalmente por meio da inserção da lupa, sinalizada na parte frontal da embalagem e com a ideia de esclarecer ao consumidor, de forma clara e simples, sobre o alto teor de um determinado nutriente que têm relevância para a saúde, de acordo com a Figura 3, abaixo. (Brasil, 2022)

**Figura 3 – Rótulo frontal, lupa de alto teor em margarina**



Fonte: O autor, 2025.

A margarina é rica em gordura saturada, “triglicerídeos que contêm ácidos graxos sem duplas ligações, expressos como ácidos graxos livres” (Brasil, 2020). Segundo a OPAS (Organização Pan-Americana de Saúde), o consumo de gordura deveria ser modificado a fim de reduzir o as gorduras saturadas e trans e aumentar a gordura insaturada. Essa recomendação se dá pelo fato de a gordura saturada está ligada ao aumento do nível de colesterol ruim (LDL), que eleva as chances de infarto e derrame cerebral, ou também ao acometimento de doenças como obesidade, hipertensão arterial e até Alzheimer (Astorg, 2005).

### **2.2.1 Métodos analíticos**

Os métodos analíticos são importantes para determinação dos itens verificados pelo órgão regulamentador e cumprimento da legislação. O teor de umidade é uma informação importante para os alimentos e está dentro dos parâmetros frequentemente determinados em rotina, servindo como indicador de qualidade dos produtos, uma vez que sua presença influencia diretamente no tempo de *shelf-life* (prazo de validade) (Amoedo & Murdian, 2002; Raschen *et al.*, 2014).

Assim como, o teor de gordura é de averiguação relevante para o valor nutricional e qualidade do alimento. Dessa forma, esse valor é amplamente utilizado para determinar o teor energético e calcular a proporção de outros componentes no alimento (Paralab, 2020).

A determinação do teor de umidade e gordura podem ser encontrados através de análises físico-químicas e análises instrumentais. O método físico-químico comumente utilizado para esse tipo de análise é o método gravimétrico. Por outro lado, o método instrumental mais utilizado para determinação do teor de umidade e gordura em margarinas é a Ressonância Magnética Nuclear no Domínio do Tempo (RMN-DT) (Takemoto *et al.*, 2008; Colgano *et al.*, 2017)

O método gravimétrico se baseia em medidas de massa. Esse método é realizado pela separação do analito de uma solução da amostra, seja por precipitação, volatilização ou eletrólise. Os resultados de uma análise gravimétrica são geralmente calculados a partir de

medidas experimentais: a massa da amostra e a massa final de produto de composição conhecida (Skoog *et.al.*, 2006).

A determinação de umidade e do teor de gordura pelo método físico-químico são realizados por métodos gravimétricos. O teor de umidade segundo a instrução normativa do MAPA N° 66 (2019) é o teor de água livre encontrado no produto, sendo expressa em gramas por 100g (gramas) do produto. O teor de gordura segue a mesma lógica, sendo o teor total de gordura encontrado em 100g do produto (Brasil, 2019).

Os dois teores são determinados para margarinas, através do método LOD (*Loss On Drying*) que é o emprego da dessecação por estufa ( $103 \pm 2$  °C) durante 1 hora e consecutivas perdas por mais 30 minutos até o peso constante. Esse método possui vantagem de ser de simples execução e permitir o processamento de um grande número de amostras, sendo utilizado em diversos laboratórios. Contudo, como destacado anteriormente, a LOD é um processo que demanda tempo e acompanhamento, tornando-se inadequado para a rotina laboratorial ou industrial que necessitam de resultados rápidos, pois a análise pode levar horas para obtenção do resultado (Trabelsi & Nelson, 2007; Ileleji *et al.*, 2010; Raschen *et al.*, 2014; Takemoto *et al.*, 2008). Porém, atualmente esse é o método utilizado comumente por ser o método de referência ISO (*International Organization for Standardization*), que é a organização internacional de normalização, que garante que a mesma metodologia seja utilizada em países diferentes.

A espectroscopia de Ressonância Magnética nuclear (RMN) em baixa resolução é usualmente empregada para a análise quantitativa de um analito em uma amostra heterogênea. Essa técnica se destaca com inúmeras aplicações, como, na determinação estrutural de compostos orgânicos e inorgânicos e quantificações metabólicas em extratos, tecidos intactos, água, gordura em alimentos e etc (J. Van *et al.*, 2010; Flores, 2020).

Os RMN's de baixa resolução são conhecidos como RMN no domínio do tempo (RMN-DT), RMN em baixo campo (RMN-BC) e RMN em baixa resolução (RMN-BR). O RMN no domínio do tempo: espectrômetros são analisados no domínio do tempo (DT), ou seja, sem a necessidade da transformada de Fourier (representação do domínio de frequência do sinal original). Esses espectrômetros normalmente utilizam ímãs de baixo campo (BC) de até 0,5 T (20 MHz para o  $^1\text{H}$ ), e usam ímãs de baixa homogeneidade, que leva a espectros em baixa resolução (BR), com largura de linhas de até centenas de kHz. Assim, nesses espectrômetros não se observa o efeito do deslocamento químico ou de qualquer outra interação que resolva o espectro em mais de uma linha. Ou seja, independentemente da

amostra, só se observa uma linha nesses espectrômetros. Por isso, na RMN-DT se analisa a amplitude do(s) sinal(is) do decaimento livre da indução (do inglês *free induction decay* – FID) ou a recuperação do seu sinal na forma de eco(s) em função do tempo (Colnago; Andrade, 2016).

O método utilizado para determinação do teor de gordura e umidade em margarinas nesses equipamentos é o CPMG, que é baseado na metodologia de Carr-Purcell e Meiboom e Gill, a análise consiste na aplicação de um campo eletromagnético alternado na forma de um pulso intenso de radiofrequência (RF) de 90° que excita todos os núcleos de hidrogênio da amostra (Colnago; Andrade, 2016). A amplitude máxima deste sinal é proporcional ao número total de prótons das fases aquosa e oleosa da amostra. Há a aplicação de um segundo pulso de RF, pulso de 180°, para produzir um sinal spin-eco quando apenas o sinal da fase oleosa contribui para o FID. A amplitude máxima deste sinal de eco é proporcional ao teor de óleo. O cálculo da diferença entre as duas amplitudes, é proporcional ao teor de umidade (Colnago; Andrade, 2016).

A técnica de Ressonância magnética nuclear para determinação de teor de gordura, por mais que seja recente, já tem aplicação em laboratórios analíticos. Segundo o estudo de Colnago *et al.* (2011) apresentaram que a técnica de RMN no domínio do tempo (RMN-DT), em especial utilizando o regime de precessão livre de onda contínua (CWFP), que permite realizar análises rápidas e não-destrutivas de óleo e gordura em produtos agroalimentares, ampliando o rendimento analítico para aplicações em controle da qualidade. Ademais, em outro trabalho publicado sobre o uso da RMN, Nascimento *et al.* (2017), o uso combinado de RMN no domínio do tempo (RMN-DT) e quimiometria foi demonstrado como um método eficaz para determinar o teor de gordura em pós de leite comercializados. Nesse estudo, os autores propõem que a utilização do RMN-DT minimiza a geração de resíduos tóxicos, realiza medições de alta frequência analítica e não requer preparação da amostra.

### 2.3 Análise estatística

A estatística é uma ferramenta comum na química analítica. Ela é utilizada para validação ou verificação analítica, é um processo básico e imprescindível para a certificação na implantação de um novo equipamento ou processo analítico, tendo como objetivo testar ou verificar uma metodologia a ser processada no laboratório. Os parâmetros de validação de métodos analíticos envolvem Especificidade/Seletividade, Função da Resposta (gráfico

analítico), Intervalo de Trabalho, Linearidade, Sensibilidade, Exatidão, Precisão (repetitividade, precisão intermediária e reprodutividade), Limite de Detecção (LD), Limite de Quantificação (LQ) e Robustez (Brito *et al.*, 2003).

Os métodos de modo similar a outros procedimentos matemáticos, não podem revelar nada que já não esteja implícito nos dados (Prado *et al.*, 2002). Por meio deles, é possível determinar o erro de uma medida analítica e julgar a qualidade de um método analítico, utilizando a exatidão e a precisão como referência (Prado *et al.*, 2002).

A exatidão refere-se à proximidade da concordância entre o valor real da concentração do analito e o resultado médio obtido pela aplicação do procedimento experimental a um grande número de amostras homogêneas (Belouafa, 2017). Por outro lado, a precisão é o parâmetro que avalia a proximidade entre várias medidas efetuadas na mesma amostra é a precisão do processo analítico (Prado *et al.*, 2002).

A análise estatística utiliza de alguns parâmetros para a interpretação dos resultados da validação do método analítico, são o cálculo da média (ou média), desvio padrão, desvio padrão relativo, intervalos de confiança e análise de regressão, e as principais ferramentas são o teste F, o teste t e a análise de regressão e correlação (Belouafa, 2017).

Segundo Anderson (2023) o teste t pareado é um método estatístico comumente utilizado para duas situações, uma medição em um sujeito é realizada antes ou depois de um tratamento, ou, uma medição é realizada sob um mesmo sujeito por métodos diferentes. O teste t pareado utilizada a seguinte hipótese nula:

- **H 0 :**  $\mu 1 = \mu 2$  (as duas médias populacionais são iguais)

A hipótese alternativa pode ser bilateral, esquerda ou direita:

- **H 1 (bicaudal):**  $\mu 1 \neq \mu 2$  (as médias das duas populações não são iguais).
- **H 1 (esquerda):**  $\mu 1 < \mu 2$  (a média da população 1 é inferior à média da população 2).
- **H 1 (direita):**  $\mu 1 > \mu 2$  (a média da população 1 é maior que a média da população 2).

## 2.4 Análise de resíduos e riscos em análises químicas

As análises químicas em geral, geram resíduos, sendo elas realizadas de forma destrutiva ou não. Ademais, esses resíduos devem ser gerenciados para que não ocorra danos à saúde do trabalhador, a preservação da saúde pública e do meio ambiente. Portanto, leis e normas surgem a fim de instituir e orientar o gerenciamento desses resíduos gerados. São elas, a lei nº 12.305/10 e a RDC nº 222/2018 da ANVISA (Agência Nacional de Vigilância Sanitária). A lei nº 12.305/10, institui a Política Nacional de Resíduos Sólidos, sustenta a prevenção e redução na geração de resíduos, bem como sua destinação ambientalmente

adequada, além de decidir que os participantes elaborem seus planos de Gerenciamento de Resíduos Sólidos (Justi, 2015). A RDC 222/2018 que aborda as boas práticas de gerenciamento dos resíduos de saúde e dá as providências, mas que pode ser aplicada às indústrias químicas (Brasil, 2018).

Segundo Arantes *et al.* (2023), os resíduos sólidos gerados pelas atividades antropogênicas contemporâneas podem oferecer risco à saúde humana e à qualidade ambiental devido às suas propriedades físico-químicas ou infectocontagiosas. Sendo os resíduos químicos, dentre a gama de resíduos gerados, quando dispostos de forma incorreta, responsáveis por acarretar efeitos deletérios à saúde humana e qualidade do ambiente devido às suas características físico-químicas, como: inflamabilidade, corrosividade, reatividade e toxicidade.

Além da geração de resíduos, as análises químicas expõem o trabalhador à risco de variados tipos durante sua execução. Portanto, a abordagem de novos métodos e tecnologias que diminuam significativamente a geração de resíduos e a exposição de riscos ao trabalhador, são de importante interesse para indústrias, laboratórios e universidades. Conforme abordado por Paim *et al.* (2002), o desenvolvimento de tecnologias que permitam a obtenção de novos produtos, sejam eles fármacos ou outras substâncias, não deve visar apenas o sucesso das reações envolvidas nas diversas etapas de uma síntese. Uma tecnologia realmente moderna deve, igualmente, estar atenta aos aspectos relacionados com os resíduos gerados no processo. É de extrema importância a busca de rotas sintéticas que gerem efluentes de baixa toxicidade e/ou que possam ser facilmente reaproveitados, reciclados ou neutralizados.



### 3 METODOLOGIA

As metodologias FQ e RMN-DT exigem o uso de equipamentos, vidrarias, reagentes e utensílios. A análise do teor de gordura em margarinas por meio do método físico-químico está descrita no tópico 3.1, já para o método instrumental no tópico 3.2. Em ambos os tópicos, foram realizadas 5 análises em duplicata de cada amostra de margarina com teor de 80%, 77% e 75% de gordura, com a finalidade de obter dados para a análise comparativa entre os métodos. As determinações analíticas foram realizadas pelo autor para cada método.

#### 3.1 Métodos físico-químicos

O método físico-químico foi realizado com base no livro de Adolfo Lutz “Métodos físico químicos para análise de alimentos” (Takemoto *et al.*, 2008). Com base no livro, a análise foi realizada conforme a metodologia para a manteiga, onde, para determinar o teor de gordura, é necessário realizar a análise de umidade, voláteis e insolúveis em éter, e, por intermédio desses resultados, realizar o cálculo do teor de gordura.

##### 3.1.1 Determinação do teor de umidade em margarinas

Em cada béquer de 100 mL, previamente tarado, foram pesados aproximadamente  $10 \pm 0.0001$ g da amostra com auxílio de uma balança analítica e duas espátulas metálicas. Em seguida, o material foi aquecido em chapa elétrica e agitado discretamente com auxílio da pinça metálica e utilizando os EPI's (Equipamentos de Proteção Individual), luvas isonitrílicas, luvas de proteção térmica, jaleco, calça, sapato fechado e óculos de proteção, em sentido circular, retirando ocasionalmente do aquecimento para evitar a queima ou crepitação violenta da amostra. Para monitorar a eliminação dos voláteis, foi utilizado um vidro de relógio sobre o béquer. O término dessa etapa foi identificado pela ausência de vapores no vidro de relógio.. Por fim, foi realizada a limpeza do béquer com papel absorvente e levado à estufa a  $103 \pm 2$  °C por 1 hora. Após o tempo na estufa, foi colocado o béquer no dessecador por 20 minutos. Concluído o tempo de aquecimento, o béquer foi transferido para um dessecador, onde permaneceu por 20 minutos para resfriamento. Com a amostra em temperatura ambiente, procedeu-se à pesagem. O processo de aquecimento (30 minutos nas etapas subsequentes) e resfriamento foi repetido até que a massa do sistema permanecesse constante, caracterizando o término da secagem.

O peso constante permite realizar os cálculos do teor de umidade e voláteis presente na amostra. O valor de umidade e voláteis é encontrado através da Equação 1 em % (m/m).

$$UV = (NI - NF) \times 100/P \quad (1)$$

Sendo:

- UV – umidade e voláteis % (m/m);
- NI – massa em g inicial do béquer mais amostra;
- NF – massa em g final do béquer;
- P – massa pesada em g da amostra.

### 3.1.2 Determinação do teor de insolúveis em margarinas

Os béqueres contendo os resíduos provenientes do item 3.1.1 foram transferidos para a capela exaustora e, utilizando os EPI's (Equipamento de Proteção Individual), dentro do conjunto experimental usado na determinação anterior, foram adicionados 25 mL de éter de petróleo de alta pureza (P.A de 30-60%) e foi homogeneizada a amostra com movimentos circulares. As amostras foram homogeneizadas por meio de movimentos circulares, e os resíduos aderidos às paredes dos recipientes foram removidos com o auxílio de bastão de vidro. Em seguida, os resíduos foram lavados com éter de petróleo e deixados em repouso por aproximadamente 5 minutos até a sedimentação dos insolúveis. Após a sedimentação, foi descartada cuidadosamente a solução etérea no galão de destino para ser posteriormente pela empresa responsável pelos resíduos químicos gerados. A fim de garantir que no béquer restaram apenas os resíduos insolúveis em éter de petróleo, foram realizadas mais 4 extrações conforme o procedimento descrito anteriormente. Concluídas as extrações, os béqueres foram limpos com papel absorvente e levados à estufa, mantida a  $103 \pm 2$  °C, por 1 hora. Após esse período, os recipientes foram resfriados em dessecador por 20 minutos e, posteriormente, submetidos à pesagem. O processo de aquecimento (30 minutos nas etapas subsequentes) e resfriamento foi repetido até que a massa do sistema permanecesse constante, indicando o término do procedimento de secagem.

O peso constante permite realizar os cálculos do teor de insolúveis em éter de petróleo presente na amostra. O valor de insolúveis em éter de petróleo é encontrado através da Equação 2 em % (m/m).

$$IE = (NFi - NB) \times 100/P \quad (2)$$

Sendo:

- IE – insolúveis em éter % (m/m);
- NFi – massa em g final do béquer;
- NB – massa em g do béquer;
- P – massa pesada em g da amostra.

### 3.1.3 Determinação do teor de gordura em margarinas

O teor de gordura em margarinas é determinado por meio da soma entre os valores de umidade e voláteis mais os insolúveis em éter subtraído de 100%. Logo, foi realizado o cálculo do valor do teor de gordura através dos valores encontrados para umidade e voláteis e insolúveis em éter, a partir da Equação 3 em % (m/m).

$$TG = 100\% - (UV + IE) \quad (3)$$

Sendo:

- TG - Teor de gorduras % (m/m);
- IE – insolúveis em éter % (m/m);
- UV – umidade e voláteis % (m/m).

## 3.2 Método instrumental

O método instrumental segue a marcha analítica indicada pelo fabricante do equipamento. Sendo assim, a partir destes procedimentos é possível obter o teor de umidade e gordura para as margarinas analisadas.

### 3.2.1 Determinação do teor de gordura e umidade por RMN - DT

A determinação do teor de gordura e umidade em margarinas por Ressonância Magnética Nuclear no Domínio do Tempo, foi realizado utilizando o equipamento minispec mq20 da Bruker®.

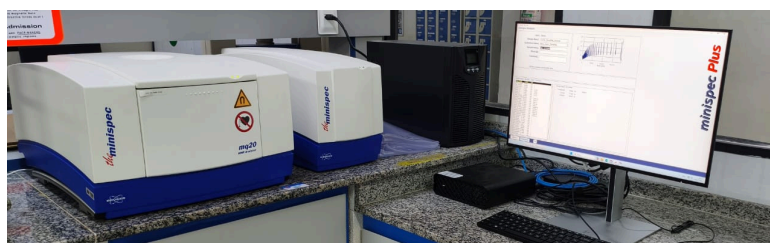
À inicialização foi necessário, abrir o *software* “*minispec plus*”, no menu inicial foi selecionado o “*daily check*”, nesse menu foi realizada a verificação diária do instrumento inserindo no amostrador o tubo com o padrão de referência (sementes de canola) que fica armazenado na parte frontal do equipamento.

Após a verificação, foi retornado para o menu inicial e selecionado “*measure*”, com o equipamento pronto para a análise, foi iniciada a preparação da amostra conforme metodologia analítica fornecida pela fabricante do equipamento. Para cada margarina foi realizada a pesagem da amostra em *vial shell* de 4 mL<sup>3</sup>, foi utilizada uma seringa de 5 mL com a ponta cortada, sendo a entrada com a mesma circunferência do corpo da seringa, logo foi realizada a pesagem da amostra, com auxílio de uma balança analítica, com valor entre 4,0500± 0.0500g. Finalizada a pesagem o *vial* é encapsulado por um tubo de vidro de 18 cm, antes de inseri-lo, foi realizada a limpeza das paredes dele com papel absorvente, por fim o tubo é inclinado e o *vial* é inserido, esse procedimento é realizado para que a vidraria não quebre o fundo do tubo.

O início da leitura do equipamento é feita após identificar o método utilizado “método gordura alta”, massa da amostra em gramas, identificação da amostra e selecionar “*measure*”, a partir da mensagem apresentada “*please insert sample*”, foi retirada a tampa de teflon e inserida a amostra para a leitura.

O equipamento após realizar 4 varreduras da amostra, mostra os valores de teor de gordura e umidade da amostra em %m/m. visualize o sistema da análise por RMN-DT na figura abaixo.

**Figura 4 - Sistema para análise por RMN-DT**



Fonte: O autor, 2025.

### 3.3 Análise estatística

As análises estatísticas serviram para comparar os métodos quanto a precisão e exatidão entre os resultados obtidos para cada metodologia, a fim de provar que ambas entregam o resultado esperado para cada margarina com seu teor de gordura e umidade respectivo.

Os dados experimentais foram tratados de forma estatística pelo método de comparação de média de dois métodos, o teste t de student pareado. O método é utilizado para verificar se a diferença entre as médias dos valores experimentais obtidos por dois métodos diferentes é significativa, para um determinado nível de confiança estatística. Um exemplo, é a

comparação de dois métodos analíticos, aplicados à mesma amostra, o teste estatístico poderá indicar se a diferença entre as duas médias é devida à presença de um erro determinado em um dos métodos ou decorrente das flutuações associadas aos erros indeterminados (Skoog *et al.*, 1996; Ohlweiler, 1976; Prado M.S.A *et al.*, 2002 ). O teste t de student é determinado pela seguinte Equação 4.

$$T = Xd/(sd / \sqrt{n}) \quad (4)$$

Onde:

- $X_d$  - Média das diferenças entre os métodos;
- $sd$  - Desvio padrão das diferenças entre os métodos;
- $n$  - Tamanho da amostra (número de resultados).

Com isso, faz-se necessário calcular a média das diferenças e o desvio padrão da diferença entre os métodos, que são calculados através das Equações 5 e 6.

$$X_d = E_{di}/n \quad (5)$$

Onde:

- $E_{di}$  - soma das diferenças entre os resultados das amostras para cada resultado de análise;
- $n$  - número de resultados.

$$Sd = \sqrt{((X_d - X_i)^2/(n - 1))} \quad (6)$$

Onde:

- $X_d$  - Média das diferenças (5);
- $X_i$  - diferença entre cada análise;
- $n$  - número de resultados.

Os resultados obtidos a partir dessas equações permitiram o teste de hipótese para os teores de umidade e gordura nos 15 resultados obtidos. Por eles, é possível determinar se existem diferenças significativas entre os métodos através de análise comparativa entre o valor de  $t_{\text{calculado}}$  e o  $t_{\text{crítico}}$ . O valor de  $t_{\text{crítico}}$  é encontrado através da tabela visualizada na Tabela 2, utilizada para os cálculos da determinação do  $t_{\text{calculado}}$  através de planilha eletrônica (Excel).

**Tabela 2 - Tabela para  $t_{\text{crítico}}$  em vários níveis de probabilidade**

Valores críticos de t para testes bicaudais (nível de confiança - 95%)								
Graus de liberdade	.2	.15	.1	.05	.025	.01	.005	.001
1	3.078	4.165	6.314	12.706	25.452	63.657	127.321	636.619
2	1.886	2.282	2.920	4.303	6.205	9.925	14.089	31.599
3	1.638	1.924	2.353	3.182	4.177	5.841	7.453	12.924
4	1.533	1.778	2.132	2.776	3.495	4.604	5.598	8.610
5	1.476	1.699	2.015	2.571	3.163	4.032	4.773	6.869
6	1.440	1.650	1.943	2.447	2.969	3.707	4.317	5.959
7	1.415	1.617	1.895	2.365	2.841	3.499	4.029	5.408
8	1.397	1.592	1.860	2.306	2.752	3.355	3.833	5.041
9	1.383	1.574	1.833	2.262	2.685	3.250	3.690	4.781
10	1.372	1.559	1.812	2.228	2.634	3.169	3.581	4.587
11	1.363	1.548	1.796	2.201	2.593	3.106	3.497	4.437
12	1.356	1.538	1.782	2.179	2.560	3.055	3.428	4.318
13	1.350	1.530	1.771	2.160	2.533	3.012	3.372	4.221
14	1.345	1.523	1.761	2.145	2.510	2.977	3.326	4.140
15	1.341	1.517	1.753	2.131	2.490	2.947	3.286	4.073

Fonte: Adaptado de Scribbr, 2023.

A análise comparativa é realizada da seguinte maneira. Caso  $t_{\text{calculado}} > t_{\text{crítico}}$ , existe diferença significativa entre os métodos. Por outro lado, se  $t_{\text{calculado}} < t_{\text{crítico}}$ , não existe diferença significativa entre os métodos, sendo então validada o uso das duas metodologias para a mesma determinação.

### **3.4 Quantificação de resíduos entre a metodologia físico-química e a RMN-DT**

A análise físico-química e a análise por Ressonância Magnética Nuclear no Domínio do tempo são metodologias que geram resíduos. Os resíduos comumente gerados nessas análises são os papéis com residual de margarina, e mistura de éter de petróleo com solúveis presentes na margarina. A quantificação desses resíduos foi realizada levando em consideração o quanto se gasta para realizar a análise de uma amostra. Portanto, para papéis, a quantificação será expressa por unidade/amostra e para a mistura com éter de petróleo mL/amostra (Para determinar a quantidade da mistura com éter de petróleo, foi utilizada uma proveta de 50mL da análise de insolúveis em éter de petróleo).

### **3.5 Análise de riscos entre a metodologia físico-química e a RMN-DT**

Segundo Oliveira (2022), atividades desenvolvidas em laboratórios de análises químicas envolvem riscos que possam resultar em acidentes tanto de trabalho, quanto ambientais com elevada severidade. Logo, faz-se necessário uma avaliação dos riscos presentes nessas atividades. Portanto, antes da realização da análise físico-química ou a Ressonância Magnética Nuclear no Domínio tempo para a determinação de gordura, é necessário que seja realizada uma avaliação dos riscos de cada análise.

A avaliação de risco foi realizada por meio da revisão dos passos analíticos de cada metodologia, consequentemente, o conhecimento dos riscos na manipulação de materiais, possíveis solventes e equipamentos para a realização das análises.

## 4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Nesta seção, são apresentados os resultados obtidos a partir das atividades desenvolvidas durante o experimento. Os dados são organizados de forma a fornecer uma análise comparativa entre as metodologias. A seguir, serão discutidos os resultados das análises físico-químicas e por RMN-DT por análises estatísticas e análise discursiva sobre os impactos ambientais pela optativa de implementação da análise escolhida em rotina laboratorial.

### 4.1 Análise estatística comparativa entre as metodologias

Os valores obtidos para o teor de gordura e umidade em margarinas para cada metodologia estão apresentados na Tabela 3. Esses valores foram obtidos a partir da média entre os resultados das duplicatas de cada amostra de margarina, sendo realizada sob as mesmas condições.

**Tabela 3 – Comparação entre métodos.**

Teor de gordura	Métodos analíticos				
	Físico-Químico			RMN- DT	
	Insolúveis	Teor de Umidade	Teor de Gordura	Teor de Umidade	Teor de Gordura
80%	1,80	18,02	80,18	16,82	80,97
	2,10	17,90	80,00	16,97	80,81
	1,71	17,98	80,31	16,78	80,97
	1,66	18,11	80,23	16,85	81,08
	1,53	18,30	80,17	16,61	81,10
77%	0	21,80	77,60	21,08	77,10
	0	21,83	78,82	20,80	77,25
	0	22,40	77,50	22,06	76,09
	0	20,46	78,66	20,27	77,80
	0	22,11	77,35	21,86	76,20
75%	1,68	22,90	75,42	21,41	76,52
	2,72	21,48	75,80	22,14	75,96
	2,03	22,77	75,20	21,57	77,18
	2,10	22,76	75,14	20,53	78,37
	1,75	22,99	75,26	21,16	76,90

Fonte: O autor, 2025.



De acordo com a Tabela 3, é perceptível a diferença entre os métodos principalmente no que diz respeito ao teor de umidade, que em todos os casos é menor para o método RMN-DT. Isso se deve, à dificuldade do equipamento em detectar "água ligada" presente na margarina (Gowda *et al.*, 2025). O teste t de student pareado foi realizado comparando todas as amostras em um único conjunto, para dar maior variabilidade à análise, a fim de avaliar se existem diferenças significativas entre os métodos. Os cálculos para determinação do  $t_{\text{calculado}}$  foram realizados através de planilha eletrônica (Excel), utilizando os dados fornecidos pela Tabela 2. Logo, por meio desses dados foi possível encontrar as diferenças para determinação dos teores de gordura e de umidade entre as metodologias, conforme a Tabela 4.

**Tabela 4 - Diferença entre os resultados de cada metodologia**

Teor de gordura	Análise comparativa	
	Diferenças amostrais	
	Teor de Umidade	Teor de gordura
80%	1,20	-0,79
	0,93	-0,81
	1,20	-0,66
	1,26	-0,85
	1,69	-0,93
77%	0,72	0,5
	1,03	1,57
	0,34	1,41
	0,19	0,86
	0,25	1,15
75%	1,49	-1,1
	-0,66	-0,16
	1,20	-1,98
	2,23	-3,23
	1,83	-1,64

Fonte: O autor, 2025.

Os dados da Tabela 4 foram utilizados para realização do cálculo da média das diferenças conforme equação 5 e, em seguida, o desvio padrão das diferenças conforme a equação 6. O resultado encontrado para a média das diferenças foi de 0,62% para o teor de umidade e -0,28% para o teor de gordura. Já o desvio padrão das diferenças foi de 0,74% para o teor de umidade e 1,35% para o teor de gordura. Com esses resultados foi possível realizar o

cálculo do teste t pareado para cada tipo de análise, conforme a Equação 4. Então, o  $t_{\text{calculado}}$  encontrado para determinação do teor de umidade foi de 3,26 e para o teor de gordura foi de -0,88.

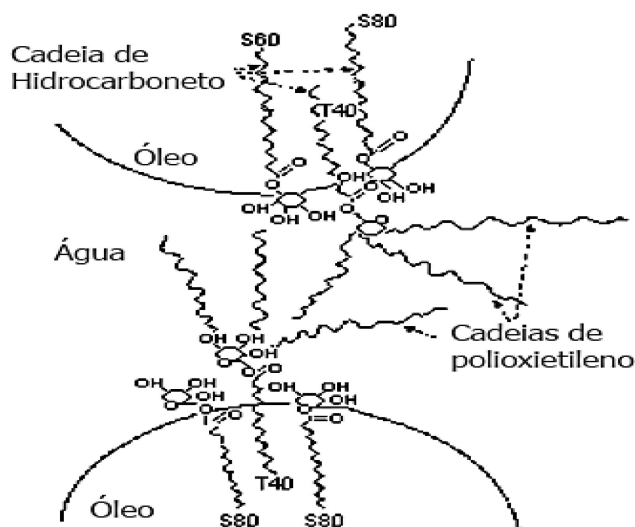
O número de Grau de Liberdade (GL) para cada teste é de 14, visto que  $GL=n-1$ , como são 15 resultados para cada tipo de determinação para as duas metodologias e com grau de confiança de 95%, verificando a tabela ilustrada na Figura 3, o valor de  $t_{\text{crítico}}$  para esta análise comparativa é de 2,145, visto que para este grau de confiança, a significância é de 5%, logo, esse valor está na coluna de 0.05.

Logo, interpreta-se pelo teste de hipótese que para o teor de umidade, o  $t_{\text{calculado}} > t_{\text{crítico}}$  ( $3,26 > 2,145$ ), portanto, existe diferença significativa entre os métodos para essa determinação analítica. Ademais, o teste de hipótese para o teor de gordura verifica-se que o  $t_{\text{calculado}} < t_{\text{crítico}}$  ( $-0,88 < 2,145$ ), portanto, não existe diferença significativa entre os métodos para essa determinação analítica.

As determinações analíticas foram realizadas por repetibilidade, utilizando os mesmos equipamentos, métodos e soluções para aquisição dos dados. Dessa forma, os dados podem conter erros sistemáticos por fatores instrumentais, impureza na solução de éter de petróleo para determinação do teor de insolúveis que tem ligação direta com o teor de gordura, curva de calibração do RMN precisando de ajustes, pois é a partir dela que os resultados de teor de gordura e umidade são obtidos. A análise também está submetida a erros indeterminados, que podem ser ocasionados pelas pequenas variações nas medidas das massas pesadas em cada método, volume de solução, vidrarias com resíduos e etc.

Os erros indeterminados podem ser evidenciados na determinação do teor de umidade das duas metodologias, comparando amostras a amostras na Tabela 4, verifica-se que os resultados obtidos apresentam uma tendência, onde os resultados do teor de umidade por RMN-DT são menores do que os resultados obtidos pela metodologia FQ. Essa tendência pode estar relacionada com a forma estrutural que as moléculas de água e óleo estão dispostas na margarina, conforme Figura 5 abaixo, visto que a margarina é um produto de emulsão do tipo A/O.

**Figura 5 - Representação da emulsão de margarinas**



Fonte: Franzol *et al.*, 2015.

Como abordado anteriormente, a leitura do RMN é feita através de quatro varreduras, onde o equipamento joga dois pulsos de radiofrequência sob a amostra, um desses pulsos é a radiofrequência de 90°, que estimula os átomos de hidrogênios presentes na amostra, e um segundo pulso de 180°, que estimula os átomos de carbono presentes na amostra. Esse esquema é feito em cada varredura e esses espectros geram sinais para o equipamento.

No entanto a margarina é uma emulsão sólida, e segundo Colgano *et al.* (2017), essa análise quantitativa para sólidos é bastante criticada, pois para esse tipo de amostra, o sinal do RMN decai muito, mesmo refocalizando sinais de pulsos em eixos diferentes, a presença de regiões dinamicamente restritas faz com que a interação dipolar residual H-H se torne dominante, não sendo refocalizada nos ecos de CPMG. Logo, é possível concluir que nem todas as moléculas de água presente na amostra são quantificadas pelo equipamento, visto que a determinação do teor de água está relacionado com a diferença entre os sinais de RF 90° com os sinais de RF 180°, o que fica evidente com a tendência do teor de umidade obtido pelo RMN ser menor do que pelo método FQ.

Uma forma de reduzir os possíveis erros sistemáticos é verificando a calibração dos instrumentos, fazer outro tipo de análise paralela e independente, revisar a curva de calibração, verificar a pureza do éter de petróleo e a condição dos dessecadores. Ademais, para evitar os erros indeterminados é necessário realizar um número maior de réplicas da mesma amostra e aumentar a amostragem com um número maior de resultados obtidos e aumentar o número de varreduras efetuadas pelo RMN.

## 4.2 Análise comparativa de geração de resíduos entre os métodos

Como abordado anteriormente, os dois métodos analíticos geram resíduos em sua realização, os dois têm em comum a geração do resíduo da margarina, considerado não reciclável. Porém, por serem metodologias distintas e de diferentes operações, a geração de resíduos para cada uma delas é específica.

A análise físico-química requer o uso de vidrarias, solventes orgânicos e papéis absorventes. Portanto, todos os resíduos gerados, exceto o vidro, não são recicláveis e têm destinações distintas. O papel absorvente por ser utilizado para a limpeza de vidrarias ou espátula sujas de margarinas, se torna resíduo não reciclável e, conforme a resolução CONAMA (Conselho Nacional de Meio Ambiente) N° 275/2001, deve ser descartado no coletor de resíduo de cor cinza (destinado para resíduo geral não reciclável ou misturado, contaminado de difícil separação) (Brasil, 2001). O resíduo com solvente orgânico, éter de petróleo, gerado na determinação de insolúveis deve ser separado em um coletor identificado com a cor laranja, e junto a ele ter a sua FDS (Ficha De Segurança) e uma placa com informações da classe do rejeito e seus riscos, esse rejeito é direcionado comumente para incineração e produção de energia, podendo ser doado ou vendido. O vidro, único resíduo reciclável, pode ser gerado por quebra devido a desatenção por parte do analista ou por tempo de uso, deve ser descartado no coletor verde.

A metodologia instrumental gera apenas dois tipos de rejeitos, os papéis absorventes sujos de margarina gerados durante a análise e o vidro que pode ser gerado pela quebra de vidraria, os dois resíduos devem ser tratados da mesma forma que está descrito acima. Portanto, a única diferença entre as análises é a geração de resíduo de solvente orgânico perigoso, éter de petróleo. Esse solvente é controlado pela Polícia Federal, pois conforme o Ministério da Justiça e Segurança Pública (MJSP), através da portaria N° 204/2022, ele é um Produtos químicos, precursores de drogas, sujeitos a controle e fiscalização a partir de 1 (um) grama ou 1 (um) mililitro, em concentração igual ou superior a 1% (Brasil, 2022). Com isso, a empresa que adquire este reagente deve ser licenciada e prestar contas à Polícia Federal sobre a compra, uso e destinação final do resíduo. Gerando impasses financeiros e burocráticos no gerenciamento desse resíduo. A geração de resíduos de cada método pode ser visualizada na Tabela 5.

**Tabela 5 - Análise de resíduos gerados por amostra**

<b>Análise físico-química x RMN -DT</b>		
Resíduo	Método físico-química	RMN-DT
Papel (unidades/amostra)	2	2
Éter de petróleo (mL/amostra)	125	0

Fonte: O autor, 2025.

Apesar da utilização de 125 mL de éter de petróleo para realização da análise, boa parte desse solvente se volatiliza devido ao seu coeficiente de pressão e vapor ser elevado, portanto, a geração desse resíduo pode ser bem mais expressiva, e além de poder contaminar o solo e as águas, esse resíduo é um alto contribuinte para a contaminação do ar atmosférico, por mais que a análise seja realizada em capelas exaustoras, conforme abordado por Rodrigues (2018), no Brasil não existe normativa para a instalação e recomendação para o uso de capelas exaustoras em laboratórios, sendo de autonomia da empresa, a busca e a implementação desse tipo de equipamento, em seu texto Rodrigues destaca que pelas normas europeias, as capelas deveriam conter um sistema de detecção de gases com alarme e dentre outros, verificando no laboratório em que foram realizadas as análises, esse sistema é inexistente, o que pode comprometer a saúde da pessoa que está realizando o ensaio, caso em algum momento a exaustão da capela se torne ineficiente.

### 4.3 Análise comparativa de risco entre os métodos

A realização de qualquer atividade laboral exige o conhecimento dos riscos e perigos que o trabalhador irá se submeter ao realizá-la. Segundo Cameron (2005) o gerenciamento de risco surge como o dever obrigatório da empresa, ou seja, ela tem a obrigação de proteger a saúde e a segurança de seus empregados e do público contra os riscos de suas atividades.

As atividades mencionadas neste presente trabalho, expõe ao analista riscos físicos, químicos e ergonômicos. Sendo, as análises físico-químicas exclusivamente a que pertence o risco químico. Os riscos físicos nas análises físico-químicas estão na manipulação das vidrarias e no contato com a chapa aquecedora e com as estufas, pois as vidrarias tem o risco de corte, a chapa aquecedora e a estufa têm o risco de queimadura. Por outro lado, a análise instrumental possui o risco físico de corte na manipulação de vidrarias e o risco de interferência no campo magnético ao manipular o equipamento, portanto pessoas com marca-passo são proibidas de realizar a análise. O risco ergonômico das análises está totalmente relacionado ao tempo de análise, pois esse irá impactar na postura, estresse físico e até mesmo emocional do analista executante. Portanto, a análise físico-química por demorar cerca de aproximadamente 4 horas de análise, submete o executante aos riscos ergonômicos de postura, estresse e cansaço corporal. Ademais, a determinação de umidade e gordura por RMN-DT é uma análise rápida que dura em torno de 2 a 3 minutos, tendo os mesmos riscos ergonômicos da análise físico-química e de forma menos intensa.

O risco químico está presente apenas na análise físico-química, pois na etapa da determinação de insolúveis em éter é necessário a utilização de um solvente orgânico tóxico, inflamável, perigoso ao meio ambiente e de risco a saúde, o éter de petróleo, conforme Figura 6, abaixo.

Figura 6 - Éter de petróleo



Fonte: Labimport, 2022.

Uma forma de amenizar esse risco é o uso da capela de exaustão e EPI's como citado na metodologia, porém o contato diário com o solvente faz com que ele seja de um alto risco a saúde do analista de forma gradativa. No entanto, conforme as leis que regem a Consolidação das Leis de Trabalho (CLT), o ambiente passou por uma perícia, em que foi determinado por um profissional habilitado, que os níveis de exposição estão abaixo do limite de tolerância. Logo, o RMN-DT se sobressai sob ao método físico-químico em relação ao gerenciamento de riscos, visto que os riscos ergonômicos são de menores intensidades e não existe o risco químico nesta análise, conforme ilustrado no Quadro 1.

**Quadro 1 - Riscos: análise físico química x RMN-DT**

Risco	Método analítico	
	Físico-químico	RMN-DT
Ergonômico	Postura, tempo de análise próximo de 4 horas	Postura, tempo de análise de 2 a 3 minutos
Físico	Queimadura e corte	Corte e interferência no campo magnético
Químico	Incêndio, contaminação do ambiente e saúde do analista	Ausente

Fonte: O autor, 2025.

A interferência do campo magnético sobre o corpo humano é um estudo muito recente, há autores que a relacionam com a leucemia infantil, porém ainda não existem estudos que comprovem essa relação conforme abordado por Marcato (2015). Portanto, a principal relação de risco com o uso da RMN em sua exposição, é a restrição de pessoas que utilizam marca-passo, ou estejam portando utensílios ou aparelhos metálicos, pois o campo magnético interage com o aparelho, podendo levar o usuário a uma lesão grave. Mas vale ressaltar que o campo magnético só é gerado a cada leitura realizada no equipamento, ou seja, a cada leitura o executante irá se expor ao campo por 2 a 3 minutos, tempo referente a leitura realizada pelo equipamento.



## 5 CONCLUSÃO

A análise comparativa entre as metodologias evidencia que a determinação do teor de gordura em margarinas é uma etapa fundamental, tanto por constituir um parâmetro regulamentado pelo MAPA quanto por contribuir para a garantia da segurança alimentar, para o monitoramento e controle do processo produtivo e para a gestão adequada dos resíduos gerados na indústria. Os métodos comparados para a determinação desse parâmetro não apresentaram diferenças significativas para os resultados obtidos e tratados estatisticamente, apresentando um  $t_{\text{calculado}} < t_{\text{crítico}}$  ( $0,88 < 2,145$ ). Porém a determinação do teor de umidade apresentou diferenças significativas entre os métodos, apresentando um  $t_{\text{calculado}} > t_{\text{crítico}}$  ( $3,26 > 2,145$ ).

Esse resultado pode estar associado à influência de erros sistemáticos ou aleatórios inerentes a cada procedimento analítico, em destaque para o método por RMN, que pode estar relacionada às características da amostra, uma emulsão sólida, cuja matriz ainda demanda aprimoramentos no processo de calibração e desenvolvimento metodológico. Assim, a realização de novos experimentos, com maior número de réplicas, com mais executantes, maior número de varreduras no método por RMN, e amostras apresentando teores de gordura mais distintos, poderá fornecer uma correlação mais robusta entre os métodos em análises estatísticas futuras.

Logo, os dois métodos avaliados para a determinação de gordura não demonstraram diferenças significativas entre si, o que leva ao entendimento que a metodologia RMN-DT pode ser uma opção relevante na rotina industrial. Por outro lado, a escolha de metodologia a ser adotada, fica a cargo da empresa, mas vale ressaltar que os resíduos gerados na implementação do RMN-DT como análise de liberação, monitoramento e acompanhamento do processo produtivo, gera um volume menor de resíduos e com menor risco ergonômico e químico ao responsável da análise, além de se obter um resultado cerca de 80 vezes mais rápido que o método físico-químico.

Conclui-se que o estudo apresenta elevada relevância ao comparar métodos clássicos da química analítica, tradicionalmente empregados na determinação de gordura em margarinas, com a técnica emergente de RMN-DT. Os resultados obtidos demonstram o potencial dessa tecnologia para otimizar as rotinas analíticas, aumentar a segurança operacional e manter elevado nível de confiabilidade analítica.

## REFERÊNCIAS

- ANDERSON, Benjamin. Teste t de amostras pareadas: definição, fórmula e exemplo. *Statorials*, 30 jul. 2023. Disponível em: <https://statorials.org/pt/teste-t-de-amostras-pareadas/>. Acesso em: 21 nov. 2025.
- APLHEN, J. V. Hippolyte Megè Mouriès. In: STUYVENBERG, J.H van, ed. –Margarine: na economic, social and scientific history 1869-1969. **Toronto: University of Toronto Press**, p. 5-7, 1969.
- ARANTES, M. V. C.; GÜNTHER, W. M. R. Boas práticas sustentáveis de gestão de resíduos químicos em instituições públicas de ensino superior. **Química Nova**, v. 46, n. 7, p. 724-730, 2023. Disponível em: <https://www.scielo.br/j/qn/a/Cmtmxc5q7dVWCSyC8gKBWcS/?lang=pt>. Acesso em: 19 nov. 2025.
- ASTORG P. Acides gras alimentaires, cancer colorectal et cancer de la prostate: études épidémiologiques [Dietary fatty acids and colorectal and prostate cancers: epidemiological studies]. **Bull Cancer**. 2005 Jul;92(7):670-84. French. PMID: 16123006. Disponível em: <https://pubmed.ncbi.nlm.nih.gov/16123006/>. Acesso em: 25 set. 2025
- BASTOS, Nicolý. Ressonância magnética: entenda riscos, efeitos colaterais e contra indicações. **CNN Brasil**, 26 out. 2024. Disponível em: <https://www.cnnbrasil.com.br/saude/ressonancia-magnetica-entenda-riscos-efeitos-colaterais-e-contraindicacoes/>. Acesso em: 05 nov. 2025.
- BELOUAFA, S.; HABTI, F.; BENHAR, S.; BELAFKIH, B.; TAYANE, S.; HAMDOUCH, S.; BENNAMARA, A.; ABOURRICHE, A. Statistical tools and approaches to validate analytical methods: methodology and practical examples. **International Journal of Metrology and Quality Engineering**, v. 8, n. 9, p. 1-10, 2017. Disponível em: <https://www.metrology-journal.org/articles/ijmqe/pdf/2017/01/ijmqe160046.pdf>. Acesso em: 28 out. 2025.
- BRASIL. Agência Nacional de Vigilância Sanitária. **Rotulagem nutricional: novas regras entram em vigor em 120 dias**. 09 jun. 2022. Disponível em: <https://www.gov.br/anvisa/pt-br/assuntos/noticias-anvisa/2022/rotulagem-nutricional-novas-regras-entram-em-vigor-em-120-dias>. Acesso em: 25 set. 2025.
- BRASIL. Agência Nacional de Vigilância Sanitária. Resolução – **RDC nº 222, de 28 de março de 2018**. Regulamenta as Boas Práticas de Gerenciamento dos Resíduos de Serviços de Saúde e dá outras providências. Brasília: ANVISA, 2018. Disponível em: <https://www.gov.br/anvisa/pt-br/centraisdeconteudo/publicacoes/servicosdesaude/publicacoes/rdc-222-de-marco-de-2018-comentada.pdf>. Acesso em: 19 nov. 2025.
- BRASIL. Conselho Nacional do Meio Ambiente (CONAMA). **Resolução n.º 275, de 25 de abril de 2001**. Estabelece o código de cores para os diferentes tipos de resíduos, a ser adotado na identificação de coletores e transportadores, bem como nas campanhas informativas para a coleta seletiva. Diário Oficial da União, Brasília, DF, 19 jun. 2001. Disponível em: [https://www.normasbrasil.com.br/norma/resolucao-275-2001\\_96897.html](https://www.normasbrasil.com.br/norma/resolucao-275-2001_96897.html). Acesso em: 06 nov. 2025.

BRASIL. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. Secretaria de Defesa Agropecuária. **Portaria SDA nº 43, de 22 de março de 2019**. Submete à consulta pública o Projeto de Instrução Normativa que aprova o Regulamento Técnico de Margarina. Diário Oficial da União, Seção 1, p. 11, 29 mar. 2019. Disponível em: <https://www.gov.br/...PortariaSDA432019CPMargarina.pdf>. Acesso em: 10 set. 2025.

BRASIL. Ministério da Justiça e Segurança Pública. **Portaria nº 204, de 21 de outubro de 2022**. Estabelece procedimentos para o controle e a fiscalização de produtos químicos e define os produtos químicos sujeitos a controle pela Polícia Federal. Diário Oficial da União, Brasília, DF, 24 out. 2022. Disponível em: [https://cfcrp.usp.br/wp-content/uploads/sites/528/2024/04/Portaria-MJSP-204\\_2022.pdf](https://cfcrp.usp.br/wp-content/uploads/sites/528/2024/04/Portaria-MJSP-204_2022.pdf). Acesso em: 05 nov. 2025.

CAMERON, I. T.; RAMAN, R. Process Systems Risk Management. Amsterdam: **Elsevier Academic Press**, 2005. (Process Systems Engineering, v. 6). Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/bookseries/process-systems-engineering/vol/6/suppl/C>. Acesso em: 05 nov. 2025.

CHRYSAN, M. M. Margarine and spreads. In: Shahidi, F. Editor. *Balley's Industrial Oil and Fat Products – Edible oil & fat products: Processing technology*. 6ª ed. **New York: John Wiley & Sons, Inc**; 2005. v. 4. p. 33 –77.

COLNAGO, L. A; ANDRADE, F. D. RMN no domínio do tempo: fundamentos e aplicações offline e inline. In: RESENDE, Fabíola Luciane de (org.). *Química nova na escola: avanços e aplicações*. **São Paulo: Blucher**, 2016. p. 209-226. Disponível em: <https://pdf.blucher.com.br/openaccess/9788521211150/12.pdf>. Acesso em: 22 set. 2025.

CONAMA. Resolução n.º 275, de 25 de abril de 2001: estabelece o código de cores para os diferentes tipos de resíduos. Disponível em: [https://www.normasbrasil.com.br/norma/resolucao-275-2001\\_96897.html](https://www.normasbrasil.com.br/norma/resolucao-275-2001_96897.html). Acesso em: 05 nov. 2025.

FLORES, D. Ácidos graxos – o que são, funções e características. **Escola Educação**, 14 abr. 2020. Disponível em: <https://escolaeducacao.com.br/acid-graxos/>. Acesso em: 8 dez. 2025.

FRANZOL, A; REZENDE, M. C. Estabilidade de emulsões: um estudo de caso envolvendo emulsionantes aniônico, catiônico e não-iônico. **Polímeros**, São Paulo, v. 25, n. spe, p. 1–9, 2015. Disponível em: [https://www.researchgate.net/publication/290787236\\_Estabilidade\\_de\\_emulsoes\\_um\\_estudo\\_de\\_caso\\_envolvendo\\_emulsionantes\\_anionico\\_cationico\\_e\\_nao-ionico](https://www.researchgate.net/publication/290787236_Estabilidade_de_emulsoes_um_estudo_de_caso_envolvendo_emulsionantes_anionico_cationico_e_nao-ionico). Acesso em: 08 dez. 2025.

FOOD CONNECTION. Lupa de alto teor: o que é, em quais alimentos a rotulagem é obrigatória e como fazer. **Food Connection**, 4 out. 2024. Disponível em: <https://www.foodconnection.com.br/ingredientes/o-que-e-lupa-de-alto-teor-em-quais-alimento-s-rotulagem-e-obrigatoria-e-como-fazer/>. Acesso em: 25 set. 2025.

GIOIELLI, L.A. Modificação industrial de óleos e gorduras. In: Curso de Pós-Graduação em tecnologia bioquímico-farmacêutica. **Faculdade de Ciências Farmacêuticas da USP**, São Paulo, p. 253, 1997.

GOWDA, V.; ARGATOV, I.; SODERMAN, O.; KOCHERBITOV, V. Proton Nuclear Magnetic Resonance Relaxation in Aqueous Sugar Solutions: Can Low-Field Nuclear

Magnetic Resonance Relaxation Measurements Differentiate between “Bound” and “Free” Water?. **ACS Physical Chemistry Au**, 2025.

GUGGISBERG, D.; BURTON-PIMENTEL, K. J.; WALTHER, B.; BADERTSCHER, R.; BLASER, C.; PORTMANN, R.; SCHMID, A.; RADTKE, T.; SANER, H.; FOURNIER, N.; BÜTIKOFER, U.; VERGÈRES, G. Molecular effects of the consumption of margarine and butter varying in trans fat composition: a parallel human intervention study. **Lipids in Health and Disease**, v. 21, p. 74, 2022. Disponível em: <https://pubmed.ncbi.nlm.nih.gov/35982449/>. Acesso em: 21 set. 2025.

IBARGOITIA, M. L.; SOPELANA, P.; GUILLÉN, M. D. <sup>1</sup>H Nuclear Magnetic Resonance monitoring of the degradation of margarines of varied compositions when heated to high temperature. **Food Chemistry**, v. 165, p. 119-128, 2014.

LABIMPORT. Éter de petróleo 30 a 60 PA ACS – 1 L. Disponível em: <https://www.labimport.com.br/reagentes/eter-de-petroleo/eter-de-petroleo-30-a-60-pa-ac-1-l>. Acesso em: 06 nov. 2025.

LIU, X.; WANG, Y.; CHEN, L. Nickel catalyst residues in hydrogenated oils: potential health implications. **Journal of Food Science and Technology**, v. 58, n. 4, p. 1008–1015, 2021. Mayo Clinic. Trans fat is double trouble for heart health. Publicado em 2022. Disponível em: <https://www.mayoclinic.org>. Acesso 21.set 2025.

LUZ, P. H. M. Produção de margarinas: descrição de processo, características e performance de produto. 2019. 41 f. Monografia (Graduação em Engenharia Química) — **Universidade Federal de Uberlândia, Uberlândia**, 2019. Disponível em: <https://repositorio.ufu.br/bitstream/123456789/29410/1/Produ%C3%A7%C3%A3oMargarinasDescri%C3%A7%C3%A3o.pdf>. Acesso em: 10 set. 2025.

MARCATO, M. A. Espaço IEEE. IEEE Brasil, ago. 2013. Disponível em: [https://www.ieee.org.br/wp-content/uploads/2014/05/EspacoIEEE\\_ago2013.pdf](https://www.ieee.org.br/wp-content/uploads/2014/05/EspacoIEEE_ago2013.pdf). Acesso em: 07 dez. 2025.

MACHADO, C. E.; HECKLER, K. ; FAUTH, P. História. **Universidade Federal do Rio Grande do Sul**, 2014. Disponível em: <https://www.ufrgs.br/alimentus1/feira/prlegum/margarina/historia.htm>. Acesso em 25 set. 2025.

MARRONE, G; GUERRIERO, C; PALAZZETTI, D; LIDO, P; MAROLLA, A; DI DANIELE, F; NOCE, A. Vegan Diet Health Benefits in Metabolic Syndrome. **Nutrients**, v. 13, art. 817, 2021. DOI: 10.3390/nu13030817. Acesso em: 21 nov. 2025.

MATOS, M. A. C. Aula 2: Erro e tratamento de dados — Química Analítica IV (Curso Farmácia 2012.1). Juiz de Fora: **Universidade Federal de Juiz de Fora**, 2012. Disponível em: <https://www2.ufjf.br/nupis/files/2012/03/aula-2-Erro-e-tratamento-de-dados-Quimica-Analitica-IV-Curso-Farm%C3%A1cia-2012.1.pdf>. Acesso em: 05 nov. 2025.

MEDEIROS, I. L. L. G. Estudo e elaboração de processamento de margarina de pequi. 2021. Monografia (Bacharel em Química Tecnológica) — **Instituto de Química, Universidade de Brasília, Brasília**, 27 out. 2021. Disponível em: [https://bdm.unb.br/bitstream/10483/30078/1/2021\\_IsabelLuizaLeiteMedeiros\\_tcc.pdf](https://bdm.unb.br/bitstream/10483/30078/1/2021_IsabelLuizaLeiteMedeiros_tcc.pdf). Acesso em: 23 set. 2025.

NASCIMENTO, P. A. M., BARSANELLI, P. L., REBELLATO, A. P., PALLONE, J. A. L., COLNAGO, L. A., & PEREIRA, F. M. V. Time-Domain Nuclear Magnetic Resonance (TD-NMR) and chemometrics for determination of fat content in commercial products of milk powder. **Journal of AOAC International**, 100(2), 330-334, 2017. <https://doi.org/10.5740/jaoacint.16-0408>.

OLIVEIRA, M. G. Análise de riscos em laboratório de pesquisa de Engenharia e Processos Ambientais. Curitiba, PR: **Universidade Federal do Paraná**, 2022. Relatório técnico apresentado ao Curso de Especialização MBA em Gestão Ambiental. Disponível em: <https://acervodigital.ufpr.br/bitstream/handle/1884/82037/R%20-%20E%20-%20MARIANA%20GOMES%20OLIVEIRA.pdf?isAllowed=y&sequence=1>. Acesso em: 18 nov. 2025.

PARALAB. Oxford Instruments | Determinação do teor de óleos e gordura na comida. Paralab, 31 mar. 2020. Disponível em: <https://paralab.pt/blog/determinacao-do-teor-de-oleos-e-gordura-na-comida/>. Acesso em: 24 set. 2025.

PAIM, C. P.; PALMA, E. C.; EIFLER-LIMA, V. L. Gerenciar resíduos químicos: uma necessidade. **Caderno de Farmácia**, Porto Alegre, v. 18, n. 1, p. 23-31, 2002. Disponível em: <https://analiticaqmcresiduos.paginas.ufsc.br/files/2013/10/farmacos-UFRGS.pdf>. Acesso em: 18 nov. 2025.

PRADO, M. S. A.; STEPPE, M.; KEDOR-HACKMANN, E. R. M.; SANTORO, M. I. R. M. Métodos estatísticos empregados para comparação de métodos analíticos. 2001. 8 f. Trabalho apresentado — **Universidade Federal do Rio Grande do Sul**, Porto Alegre, 2001. Disponível em: <https://lume.ufrgs.br/bitstream/handle/10183/267438/000435188.pdf?sequence=1&isAllowed=y>. Acesso em: 30 set. 2025.

PRESTES, R. A.; COLNAGO, L. A.; FORATO, L. A.; VIZZOTTO, L.; NOVOTNY, E. H.; CARRILHO, E. Water, moisture and fat analysis by time domain NMR. **Food Chemistry**, v. 96, n. 4, p. 733-739, 2006. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2005.04.032>. Acesso em: 27 set. 2025.

RASCHEN, M. R. Determinação do teor de umidade em grãos empregando radiação micro-ondas. **Ciência Rural**, v. 44, n. 5, p. 925-930, 2014. Disponível em: <https://www.scielo.br/j/cr/a/YTnzdWjCzMkFQrdmd3DC5GN/?lang=pt>. Acesso em: 24 set. 2025.

RODRIGUES, J. H. Avaliação de sistema de ventilação local exaustora do tipo capela exaustora em laboratório destinado a alunos de Engenharia Química da Universidade Tecnológica Federal do Paraná – Campus Ponta Grossa. **Universidade Tecnológica Federal do Paraná**, 2018. Disponível em: <https://www.scribd.com/document/875606494/avaliacaosistemasventilacaolocalexaustora>. Acesso em: 07 dez. 2025.

RUDSZUCK, T.; NIRSCHL, H.; GUTHAUSEN, G. Perspectives in process analytics using low field NMR. **Journal of Magnetic Resonance**, v. 323, p. 106897, 2021.

SILVA, A. F.; LIMA, R. J. Impacto da margarina enriquecida com fitoesteróis na redução do colesterol. **Revista Brasileira de Cardiologia**, São Paulo, v. 35, n. 4, p. 320–327, 2021.

SILVA, J. H. D. Precisão, exatidão e a terminologia das medições. 2006. 5 f. Adaptado de: THOMSEN, V. Precision and the Terminology of Measurement. *The Physics Teacher*, v. 35, p. 15-17, jan. 1997. Curso de Licenciatura em Física – Laboratório de Eletromagnetismo, Universidade Estadual Paulista (UNESP), Bauru. Disponível em: [https://wwwp.fc.unesp.br/~jhdsilva/Precisao\\_e\\_Terminologia\\_de\\_Medicoes.pdf](https://wwwp.fc.unesp.br/~jhdsilva/Precisao_e_Terminologia_de_Medicoes.pdf). Acesso em: 30 set. 2025.

SILVA, Thaís Jordânia; FERNANDES, Gabriel Deschamps; BERNARDINELLI, Oigres Daniel; SILVA, Eliane Cristina da Rosa; BARRERA-ARELLANO, Daniel; RIBEIRO, Ana Paula Badan. Organogels in low-fat and high-fat margarine: a study of physical properties and shelf life. **Food Research International**, v. 140, p. 110036, 2021. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0963996920310619>. Acesso em: 26 set. 2025

SKOOG, D. A.; WEST, D. M.; HOLLER, F. J.; CROUCH, S. R. **Fundamentos de Química Analítica**. 9. ed. [s.l.]: [s.n.], 2014. 999 p. (arquivo PDF, acesso local: C:/Users/Pc/Downloads/QUIMICA\_ANALITICA\_SKOOG.pdf).

SMETANA, S.; SCHWARZ, J.; HEUPEL, V.; KOEHLER, S. A Path From Sustainable Nutrition to Nutritional Sustainability of Complex Food Systems. **Frontiers in Nutrition**, v. 7, 2020. Disponível em: <https://www.frontiersin.org/articles/10.3389/fnut.2020.00039>. Acesso em: 21 set. 2025.

SZABÓ, É; CSÖLLE, I; FELSO, R; KUELLENBERG DE GAUDRY, D; NYAKUNDI, P. N; IBRAHIM, K; METZENDORF, M; FERENCI, T; LOHNER, S. Benefits and harms of edible vegetable oils and fats fortified with vitamins A and D as a public health intervention in the general population: a systematic review of interventions. **Nutrients, Basel**, v. 15, n. 24, p. 5135, 2021.. Disponível em: <https://pubmed.ncbi.nlm.nih.gov/38140394/>. Acesso em: 21 set. 2025.

TOMA, R.; AMIN, N.; AALIM, R. The hydrogenation process in edible oils: a review. **Journal of Food Science and Technology**, [S.l.], v. 57, n. 5, p. 1635–1643, 2020.

TODT, H; GUTHAUSEN, G; BURK, W; SCHMALBEIN, D; KAMLOWSKI, A. Water/moisture and fat analysis by time-domain NMR. **Food Chemistry**, v. 97, n. 1, p. 159–165, 2006. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0308814605004541>. Acesso em: 21 set. 2025.

TURNEY, S. Student's t Table (Free Download) | Guide & Examples. Scribbr, 29 abr. 2022. Disponível em: <https://www.scribbr.com/statistics/students-t-table/> Acesso em: 21 nov. 2025.

UNIVERSIDADE FEDERAL DA FRONTEIRA SUL (UFFS). **Plano de Gerenciamento de Resíduos dos Laboratórios da UFFS** – Campus Erechim. Erechim: UFFS, set. 2015. 76 p. Disponível: <file:///C:/Users/Pc/Downloads/Plano%20de%20Res%C3%ADduos%20dos%20Laboratorios%20de%20Laranjeiras%20do%20Sul.pdf>. Acesso em: 21 nov. 2025.

WORLD HEALTH ORGANIZATION. Saturated Fatty Acid and Trans-Fatty Acid Intake for Adults and Children: **WHO Guideline**. Geneva: WHO, 2023. Disponível

em:<https://www.who.int/publicationsdetail/saturated-fatty-acid-and-trans-fatty-acid-intake>.  
Acesso em: 21 set. 2025.