

MICROEXTRAÇÃO EM FASE SÓLIDA (SPME) E NEEDLE TRAP DEVICE (NTD) NO PREPARO DE AMOSTRAS PARA ANÁLISE DE VOLÁTEIS EM POLPA DE FRUTAS CONGELADAS

Caroline de Souza Lima e Stanislau Bogusz Junior

Universidade de São Paulo (USP), Instituto de Química de São Carlos (IQSC)

carolinesouza.lima@usp.br

Objetivos

Uma das formas de se realizar o preparo de amostras para análise dos voláteis relacionados com o sabor dos alimentos é lançar mão de microtécnicas de extração como é o caso da microextração em fase sólida (SPME) de headspace (HS). No entanto, uma das desvantagens da SPME é a pequena quantidade de fase extratora que recobre a fibra. Tal característica torna a extração o resultado do particionamento e do equilíbrio dos voláteis entre a amostra, o headspace e entre este e a fibra de SPME. O que leva a extrações não exaustivas e a baixas taxas de recuperação dos analitos. Além disso, cada componente químico extraído possui seu próprio coeficiente de partição, de modo que, nos procedimentos de quantificação ou semi-quantificação dos voláteis, deve-se levar em consideração o equilíbrio individual de cada componente e sua maior ou menor afinidade com a fase extratora. Para contornar este problema, surgiram técnicas de microextração de alta capacidade como é o caso do needle trap device (NTD), que apresenta uma quantidade de fase extratora, o que a torna uma técnica de extração exaustiva se considerarmos a massa e o volume de headspace trapeado pelo dispositivo.

O objetivo desta pesquisa foi comparar as técnicas de preparo de amostras por SPME e NTD na análise de voláteis em alimentos empregando GC-MS.

Métodos e Procedimentos

Para as etapas de extração dos diferentes materiais de recobrimento das fibras de SPME e NTD foram utilizadas misturas de amostras de polpas de fruta congeladas de cajú, goiaba, manga e maracujá (marca Brasfrut) adquiridas no comércio da cidade de São Carlos. Para as extrações dos voláteis foram utilizadas alíquotas de $1,00 \pm 01$ g da mistura das polpas de frutas acondicionadas em frascos próprios para SPME de 40 mL dotados de tampa com rosca e septo de PTFE/silicone. As amostras foram acondicionadas em um bêquer encamisado acoplado a um banho termostatizado a 35 °C e mantido sob agitação magnética com auxílio de uma barra de agitação magnética. O tempo de equilíbrio foi de 15 min e o tempo de extração de 30 min para as fibras de SPME e para um volume de 50 mL para o NTD. Após a extração, os voláteis capturados pelas fibras foram dessorvidos no injetor do GC-MS a 250 °C em splitless por 1min. A separação dos voláteis ocorreu em cromatógrafo a gás Shimadzu modelo GC-2010, dotado de fonte de ionização por

elétrons e detector de massas do tipo quadrupolar (MS). A coluna capilar utilizada foi uma HP-5MS (30 m x 0,25 mm x 0,25 μ m) sob as seguintes condições: injetor em splitless por 1 min a 250 °C, He como gás de arraste a 1,0 mL/min, rampa de temperatura iniciando a 35 °C por 1 min, seguido de incremento de 3 °C/min até 250 °C. Interface a 250 °C; fonte de EI +70 eV, 35-350 m/z.

Resultados

A figura 1 apresenta os resultados obtidos em relação comparação a capacidade de extração das fibras por SPME e NTD. É possível observar que a eficiência de extração das fibras de SPME foram maiores que as obtidas com as fibras de NTD, possivelmente devido a aspectos de polaridade dos voláteis presentes nas amostras e sua interação com os materiais de sorbentes de SPME e NTD.

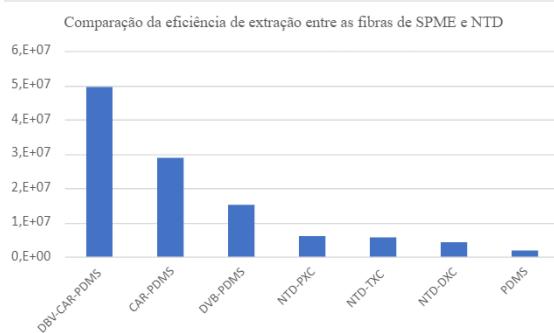


Figura 1: Capacidade de extração das fibras de SPME e NTD na extração de compostos voláteis de polpas de frutas congeladas.

Com uso de SPME foram identificados 33 compostos voláteis de diferentes classes químicas: ácidos (6%), álcoois (7%), ésteres (19%), monoterpenos (42%) e sesquiterpenos (23%). Sendo que o monoterpeno 3-careno foi o composto majoritário encontrado para todas as fibras de SPME testadas, seguido do sesquiterpeno β -cariofileno e pelo álcool

(Z)-3-hexen-1-ol. Por outro lado, para as fibras de NTD foram identificados um total de nove compostos voláteis de diferentes classes químicas: álcoois (13%), ésteres (63%), monoterpenos (25%). Sendo que o éster majoritário encontrado em todas as fibras de NTD foi o (Z)-3-hexen-1-ol, seguido pelo 3-careno e pelo Etil butirato.

Conclusões

Com esta a realização desta pesquisa foi possível comparar as técnicas de preparo de amostras para análise de voláteis de microextração em fase sólida (SPME) e needle trap device (NTD) para a análise de compostos voláteis em polpas de frutas congeladas. Espera-se a continuidade desta pesquisa para que se possam otimizar e comparar as metodologias otimizadas para a caracterização de voláteis da polpa de frutas congeladas.

Referências

Bogusz, S.; Melo, A. M. T.; Teixeira Filho, J.; Zini, C. A.; Godoy, H. T. Analysis of the volatile compounds of Brazilian chili peppers (*Capsicum* spp.) at two stages of maturity by solid phase micro-extraction and gas chromatography-mass spectrometry. *Food Res. Int.* 2012, 48, 98–107

Bojko, B.; Cudjoe, E.; Gómez-Ríos, G. A.; Gorynski, K.; Jiang, R.; Reyes- Garcés, N.; Risticevic, S.; Silva, E. A. S.; Togunde, O.; Vuckovic, D.; Pawliszyn, J. SPME – Quo Vadis? *Analytica Chimica Acta*, v. 750, p. 132-151, 2012.