

Aspectos experimentais da determinação de androstenona e escatol em toucinho de porco por HS-SPME-GC-FID

Soraia C. G. N. Braga*¹ (PG), Stanislau Bogusz Jr.¹(PQ), Leandro W. Hantao¹(PG), Carlos H. V. Fidelis¹(PQ), Fabio Augusto¹ (PQ)

¹ Instituto de Química – Unicamp e Instituto Nacional de Ciência e Tecnologia de Bioanalítica (INCTBio); Caixa Postal 6154 – 13084-971 Campinas, SP

*soraia.neves@iqm.unicamp.br

Palavras Chave: androstenona, escatol, SPME, GC-FID

Introdução

A androstenona é um hormônio esteróide produzido por glândulas sexuais de mamíferos e o escatol é um produto do metabolismo do triptofano. Estes compostos são altamente lipofílicos e acumulam-se no tecido adiposo dos porcos (especialmente no toucinho). Quando presentes na carne de porco provocam um odor característico (conhecido como *boar taint*), que considerado um *off flavour*. Assim, a detecção e quantificação destes compostos em toucinho é importante para determinar a qualidade da carne produzida pelo animal.

Neste trabalho é descrita a otimização de um procedimento para determinação dessas espécies em toucinho combinando Microextração em Fase Sólida através do *headspace* e Cromatografia Gasosa com Detecção por Ionização em Chama (GC-FID).

Resultados e Discussão

Amostras de toucinho de porco foram obtidas no comércio local. Uma quantidade de amostra suficiente para todas as operações de otimização aqui descritas foi congelada e moída em um processador de laboratório Blender; a massa obtida foi acondicionada em frascos apropriados e mantida a $-4\text{ }^{\circ}\text{C}$ até o uso. Alíquotas de 150 mg de amostra eram pesadas diretamente em frascos de extração de vidro com fundo cônico, tampas de septo e barra de agitação magnética. Eram adicionados 10 μL de solução-estoque de androstenona e escatol em metanol tal que resultasse um teor de 10 $\mu\text{g g}^{-1}$ de cada analito na amostra. Os frascos eram mantidos por 5 min em banho termostaticado, sendo que imediatamente em seguida o *headspace* da amostra era extraído por 30 min com uma fibra de SPME (50/30 μm DVB/Carboxen/PDMS). Após a extração a fibra era exposta ao injetor aquecido de um GC-FID Agilent G6850 equipado com uma coluna HP-5 (30 m \times 0,25 mm \times 0,25 μm) e operado nas seguintes condições: $T_{\text{inj}} = 250\text{ }^{\circ}\text{C}$; $T_{\text{col}} = 100^{\circ}\text{C}$ (1 min.) $\rightarrow 20\text{ }^{\circ}\text{C min}^{-1} \rightarrow 300\text{ }^{\circ}\text{C}$ (4 min.); $T_{\text{det}} = 250^{\circ}\text{C}$

Estudos preliminares determinaram os melhores tempos de equilíbrio pré-análise, de extração e o tempo de desorção da fibra no injetor. Também foi avaliado o procedimento de preparo de amostras pré-extração. Inicialmente, foi tentada a extração do *headspace* de suspensões de massa de amostra em água deionizada para incrementar a detectabilidade e sensibilidade do método. Porém os resultados foram pouco satisfatórios e adotou-se a extração de amostras brutas, sem adição de dispersantes.

Observou-se que o parâmetro experimental de maior impacto sobre os resultados era a temperatura de extração. Temperaturas de 45°C a 80°C foram avaliadas. Com o aumento da temperatura, a eficiência de extração aumenta significativamente. Na figura 1 pode ser observado o cromatograma obtido com a melhor temperatura de extração para a androstenona e escatol.

A sensibilidade do método se mostrou adequada à detecção de concentrações da ordem de $\mu\text{g g}^{-1}$ dos analitos, da ordem de grandeza daquelas esperadas em amostras não dopadas.

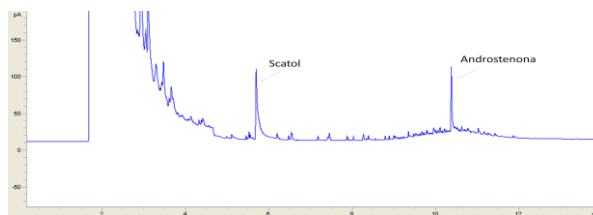


Figura 1. Cromatograma de GC-FID para a extração de androstenona e escatol por HS_SPME..

Conclusões

O método desenvolvido se mostrou adequado a aplicações de rotina e está sendo usado no estudo de amostras comerciais de toucinho.

Agradecimentos

CAPES, CNPq, FAPESP

¹Zamaraskaia, G.; Andersson, H. K.; Madej, A. e Lundstro, K. *Reprod Dom Anim*, 2008, 43, 351-359.

²Babol, J.; Squires, E.J. e Gullett, E.A., *Food Research International*, 1996, 28, nº6, 573-581.