

Estudo de compostos orgânicos voláteis e semi-voláteis em amostras de mel visando avaliar biomarcadores e adulteração.

Gabriela Almeida (IC)¹, Adriana T. Godoy (PG)^{1*}, Ildenize B. S. Cunha (PQ)¹, Alexandra C. H. F. Sawaya (PQ)², Marcos N. Eberlin (PQ)¹, Jose L. P. Jara (TC)¹

(1) - Laboratório de Espectrometria de Massas ThoMson, Instituto de Química da Universidade Estadual de Campinas UNICAMP – SP. E-mail: adriana.godoy@gmail.com

(2) – Departamento de Fisiologia Vegetal, Instituto de Biologia da Universidade Estadual de Campinas UNICAMP – SP.

Palavras Chave: Micro-Extração em Fase Sólida (MEFS), headspace estático e dinâmico, compostos voláteis, compostos semi-voláteis, mel, MEFS-CG-EM.

Introdução

Com a globalização e a alta demanda do mercado de mel a identificação de sua origem assim como a prova de sua autenticidade transforma-se num grande desafio. Os méis podem ser diferenciados a através da composição de compostos orgânicos voláteis (COV) e semi-voláteis, substâncias que influenciam nas características sensoriais de cada tipo de mel e torna-se uma ferramenta muito importante na busca de biomarcadores, que podem ser utilizados na obtenção de informações sobre a origem botânica e geográfica, autenticidade e adulteração.⁽¹⁾ Existe uma diversidade de métodos de extração para avaliar os COV em amostras de produtos naturais. Destas a micro-extração em fase sólida (SPME) surgiu como uma técnica alternativa e potencial para a extração dos compostos voláteis em diversas matrizes. A SPME realizada no modo headspace (HS) estático é especialmente útil para a extração das substâncias voláteis e no modo headspace dinâmico, com borbulhamento de nitrogênio, para os compostos semi-voláteis. Assim, o objetivo deste trabalho foi o estudo das melhores condições de extração desses compostos, com a utilização de diferentes tipos de fibras no modo estático e dinâmico, para a determinação dos compostos voláteis e semi-voláteis presentes em méis comerciais da região nordeste do país.

Resultados e Discussão

A fração volátil foi determinada no modo HS-SPME estático. A amostra foi preparada pesando 1 g de mel e dissolvida em 2 mL de água ultrapura. Os parâmetros otimizados foram: adição de 1,0 g de NaCl, agitação de 1200 rpm, temperatura de pre-equilíbrio e extração de 24°C, tempo de pre-equilíbrio de 15 min e tempo de extração de 20 min. Nessas condições, a fibra mista DVB/Car/PMDS (70 µm) foi a que apresentou o melhor resultado. Para a fração dos compostos semi-voláteis empregou-se HS-SPME dinâmico. Todos os parâmetros anteriores foram mantidos, exceto o pre-equilíbrio e a agitação que neste caso foi substituída pelo borbulhamento de N₂, a uma vazão de 2,0 mL min⁻¹ por um período de 20 min (tempo de

extração). A dessorção foi realizada diretamente no injetor do cromatógrafo configurado com um liner de 0,75 mm de diâmetro interno, modo de injeção splitless, e temperatura de 260 °C por um período de 5,0 min. A separação cromatográfica foi realizada utilizando uma coluna capilar de fase estacionária 5%-fenil-95%-metilpolisiloxano, 30 m x 0,25 mm x 0,25 µm, e com a programação de temperatura do forno: 40 °C por 5 min, aquecido a 2 °C min⁻¹ até 120 °C, aquecido a 6 °C min⁻¹ até 240 °C, e finalmente aquecido a 10 °C min⁻¹ até 280 °C. O analisador de massas foi do tipo íon trap, modo de ionização EI, (70 eV), faixa de massas monitorada de 40 a 450 daltons e varredura de 0,5 seg scan⁻¹. O cromatograma de corrente iônica total (TIC) obtido modo estático (Fig 1 A) mostra predominância de componentes leves, enquanto que no modo dinâmico (Fig 1 B) mostra maior abundância de compostos mais pesados.



Figura 1. Cromatogramas (TIC): A) HS-MEFS estático e B) HS-MEFS dinâmico.

Conclusões

A micro-extração em fase sólida estática aliada à dinâmica se mostrou uma ferramenta importante no estudo dos compostos voláteis e semi-voláteis em méis, na tentativa de conhecimento da origem botânica e geográfica dos mesmos.

Agradecimentos

Ao laboratório Thomson do Instituto de Química – UNICAMP pelo infraestrutura para a realização deste trabalho.

¹ Kaskoniene, V., Venskutonis, P.R., *Comprehensive reviews in food science and food safety*, 2010, vol 9, 6, 620-634.