

Validação de um método analítico para a determinação de ésteres de 3-monocloropropano-1,2-diol (3-MCPD) em alimentos fritos por GC-MS.

Adriana P. Ariseto¹ (PQ)*, Priscila F. C. Marcolino¹ (TM), Eduardo Vicente¹ (PQ)
adriana.ariseto@gmail.com

¹Centro de Ciência e Qualidade de Alimentos (CCQA), Instituto de Tecnologia de Alimentos (ITAL), Campinas – SP, CEP 13070-178.

Palavras Chave: Contaminantes, Cloropropanóis, Óleos.

Introdução

Altas concentrações de ésteres de 3-monocloropropano-1,2-diol (3-MCPD) vêm sendo reportadas em óleos e gorduras vegetais como resultado do processo de refino. A presença destes compostos na dieta e sua eventual hidrólise pelas enzimas do sistema digestivo humano pode liberar o 3-MCPD, que é potencialmente tóxico e consiste em uma preocupação de saúde pública.¹

Informações sobre a contaminação de alimentos durante a fritura devido ao uso de óleos e gorduras contendo ésteres de 3-MCPD ainda são limitadas. De forma a permitir um melhor entendimento da ocorrência desses contaminantes em alimentos fritos, faz-se necessária a existência de métodos analíticos validados para este fim.

Este trabalho teve como objetivos adaptar e validar um método analítico para alimentos fritos a partir do procedimento indireto de análise de ésteres de 3-MCPD em óleos.² Resumidamente, o método inclui a pesagem da amostra, extração dos compostos com éter dietílico, transesterificação catalisada por ácido, neutralização com bicarbonato de sódio, remoção dos ésteres metílicos de ácidos graxos na presença de uma solução de sulfato de amônio, derivatização do 3-MCPD liberado com ácido fenilborônico e análise por cromatografia gasosa acoplada à espectrometria de massas.

Resultados e Discussão

De acordo com a literatura, a determinação de ésteres de 3-MCPD em alimentos tem sido realizada no óleo previamente extraído da amostra, sendo o resultado expresso em relação ao seu teor de lipídeos. No método proposto neste trabalho, os ésteres de 3-MCPD são analisados diretamente em amostras de alimentos, sem a necessidade da extração prévia de seu óleo e da determinação do teor total de lipídeos da amostra, reduzindo potenciais fontes de erro e tempo de análise.

O procedimento proposto foi validado em relação à linearidade, seletividade, limite de detecção, limite de quantificação, recuperação e precisão (repetitividade e precisão intermediária)

utilizando-se amostras de batata frita. Os resultados estão apresentados na Tabela 1.

Tabela 1. Validação do método para a determinação de ésteres de 3-MCPD em alimentos fritos.³

Parâmetros	Resultados
Linearidade (0 – 1 mg/kg)	$r^2 = 0,997$
Seletividade	Não há efeito da matriz
Limite de detecção	0,01 mg/kg
Limite de quantificação	0,02 mg/kg
Recuperação	87 - 95%
Repetitividade	2,5 - 5,0% (CV)
Precisão intermediária	3,6 - 6,5% (CV)

CV = coeficiente de variação. A recuperação, a repetitividade e a precisão intermediária foram avaliadas fortificando-se uma amostra de batata frita contendo 0,43 mg/kg de ésteres de 3-MCPD com 0,02, 0,2 e 0,8 mg/kg de 3-MCPD-dipalmitato.

O método mostrou boa linearidade no intervalo investigado e ausência de interferência da matriz. Os limites de detecção e quantificação são satisfatórios para determinar baixas concentrações dos compostos. As taxas de recuperação e os coeficientes de variação são considerados aceitáveis.

Conclusões

Os dados obtidos no presente estudo mostraram a viabilidade da determinação de ésteres de 3-MCPD em alimentos fritos sem a necessidade da extração prévia do óleo das amostras. De acordo com os resultados da validação, o procedimento pode ser empregado com adequado grau de confiança para a determinação dos contaminantes.

Agradecimentos

FAPESP (Processo: 2011/08936-0).

¹<http://www.ilsil.org/Europe/Publications/Final%20version%203%20MCPD%20esters.pdf>.

² Zelinková, Z.; Svejková, B.; Velisek, J. e Dolezal, M. *Food Addit. Contam.* **2006**, 23, 1290.

³ INMETRO. *Orientação sobre validação de métodos de ensaios químicos DOQ-CGCRE-08*. **2010**, Revisão 03.