

5º Encontro Nacional de Cromatografia

Universidade de Aveiro
2007



universidade de aveiro
theoria poiesis praxis



SOCIEDADE
PORTUGUESA
DE QUÍMICA



Grupo de Cromatografia

título

5º Encontro Nacional de Cromatografia
Sociedade Portuguesa de Química

comissão organizadora

Sílvia M. Rocha, Armando Silvestre, Ivonne Delgado,
José Manuel F. Nogueira, Manuel A. Coimbra

design e serviços de prépress

Gabinete de Imagem
Fundação João Jacinto de Magalhães

impressão

Grafimagelas

edição

Universidade de Aveiro,
Campus Universitário de Santiago
3810-193 Aveiro

data

Dezembro 2007

tiragem

250 exemplares

depósito legal

268346/07

ISBN

978-972-789-252-5

P.40 Produtos de origem vegetal para alimentação de bovinos: perfil cromatográfico de ácidos gordos

Maria F. Martins^a; Daniela M. Correia^a; Jorge Sá Morais^a; Jaime M. Pires; Antonio M. Peres^{a,b}; Luis G. Dias^a

tlf. +351-273 303 340

fax +351-273 325 405

jsamorais@ipb.pt

a CIMO.

b LSRE, Escola Superior Agrária de Bragança, Instituto Politecnico de Bragança, Portugal.

Os consumidores estão cada vez mais interessados em produtos de denominação de origem protegida (DOP) nomeadamente em carne de vaca, como por exemplo de raça Mirandesa e Barrosã. A preferência do consumidor por este tipo de produto deve-se em muito ao facto de se associar a estes produtos tradicionais uma elevada qualidade, a qual está relacionada com o seu teor de gordura, nomeadamente da sua composição em ácidos gordos. Como é sabido, embora as forragens contenham um baixo teor lipídico podem ser a principal fonte de ácidos gordos na dieta dos animais influenciando a qualidade final da carne. No entanto, convém referir que a concentração de lípidos nas forragens depende das espécies nelas incluídas, de factores ambientais, dos níveis de aplicação de fertilizantes em azoto, do estado fenológico e do método de conservação.

Assim sendo, e atendendo à importância que os produtos de origem vegetal têm na alimentação de bovinos de raças autóctones, o estudo do perfil de ácidos gordos desses produtos é fundamental atendendo não só à possibilidade de o relacionar com o perfil de ácidos gordos presente na carne de animais cuja dieta é baseada em forragens, mas também por permitir obter informação relevante que poderá ser utilizada na formulação de uma dieta mais equilibrada e que potencie uma melhoria na qualidade da carne, nomeadamente dos níveis de ácidos gordos polinsaturados (PUFA).

A extracção dos ácidos gordos de amostras secas dos produtos de origem vegetal foi realizada recorrendo ao sistema soxhlet usando hexano como solvente. O extracto sofreu uma derivatização ácida e os ácidos gordos metilados foram extraídos com éter dietílico que, após remoção da água e da clorofila, foram injectados no cromatógrafo gasoso.

A análise dos ácidos gordos foi efectuada no cromatógrafo GC 1000 da marca DANl equipado com uma coluna OPTIMA 225 da marca Macherey-Nagel (30 m x 0,32 mm d.i. x 0,25µm). As condições de análise foram: fluxo de hidrogénio a 4,0mL/min (pressão constante); detector FID a 260 °C; injector split 1:40, a 260 °C e volume 1µL. O gradiente de temperatura usado foi: 50 °C (durante 2 min); 30 °C/min até 125 °C; 5 °C/min até 160 °C; 20 °C/min até 180 °C; 3 °C/min até 200 °C; 20 °C/min até 220 °C; 220 °C (durante 15 min).

O método estabelecido apresentou, em geral, valores de coeficientes de variação percentual inferiores a 5% e 6% para a repetibilidade e reprodutibilidade de injeções da solução de mistura de padrões e inferiores a 6% e 15% para injeções de uma amostra vegetal de pastagem de montanha (lameiro) seleccionada aleatoriamente. A precisão intermédia do método foi estudada a partir de três extracções de uma mesma amostra vegetal (5 gramas de erva), tendo-se injectada cada uma delas, em triplicado, em 3 dias diferentes. Os coeficientes de variação obtidos variaram entre 2,5 e 17,5%, sendo que, 80% dos ácidos gordos quantificados apresentaram um CV inferior a 10%.

A implementação do método cromatográfico optimizado permitiu obter os perfis lipídicos de várias amostras de produtos vegetais habitualmente usados na alimentação de animais da raça Mirandesa e Barrosã.



Produtos de origem vegetal para alimentação de bovinos: perfil cromatográfico de ácidos gordos

Maria F. Martins^a, Daniela M. Correia^a, Jorge Sá Morais^a, Jaime M. Pires^a, António M. Peres^{a,b}, Luís G. Dias^a

^aCIMO, ^bLSRE, Escola Superior Agrária de Bragança, Instituto Politécnico de Bragança, Portugal

*Tel +351-273 303 340 Fax +351-273 325 405 e-mail: jsamorais@ipb.pt

Introdução

Os consumidores estão cada vez mais interessados em produtos de denominação de origem protegida (DOP) nomeadamente em carne de vaca, como por exemplo de raça Mirandesa e Barrosã. A preferência do consumidor por este tipo de produto deve-se em muito ao facto de se associar a estes produtos tradicionais uma elevada qualidade, a qual está relacionada com o seu teor de gordura, nomeadamente da sua composição em ácidos gordos.

Embora as forragens contenham um baixo teor lipídico podem ser a principal fonte de ácidos gordos na dieta dos animais influenciando a qualidade final da carne, nomeadamente ao nível de alguns indicadores de risco para a saúde humana como por exemplo os índices de PUFA/SFA e C18:2n-6/C18:3n3, que segundo alguns autores deverão ser inferiores a 4 e superiores a 0,4, respectivamente [1-3].

Objectivos

- Validação um método cromatográfico para a detecção e quantificação de ácidos gordos em extracto de plantas secas
- Quantificação de ácidos gordos presentes em produtos de origem vegetal utilizados na alimentação de bovinos de raças autóctones
- Determinação dos teores de SFA, PUFA e MUFA presentes em pastagens
- Avaliação de indicadores de risco para a saúde humana, nomeadamente das razões de PUFA/SFA e n-6PUFA/n-3PUFA

Amostragem

- 47 amostras: **BB** – Concelho de Vinhais, Localidade Santa Cruz, Latitude 41° 53', Longitude 6° 57', Altitude 710 m
BNB – Concelho de Bragança, Localidade Vila Meã, Latitude 41° 50', Longitude 6° 35', Altitude 860 m
MB – Concelho de Montalegre, Localidade Carvalho, Latitude 41° 36', Longitude 7° 55', Altitude 960 m
MNB – Concelho de Montalegre, Localidade Reboreda, Latitude 41° 37', Longitude 7° 55', Altitude 920 m

Método de extracção

Sistema soxhlet: hexano como solvente
Extracto: derivatização ácida e extracção dos ácidos gordos metilados com éter dietílico

Remoção da água: sulfato de sódio anidro

Remoção da clorofila: colunas SAX/NH₂

Cromatógrafo: GC 1000 da marca DANI

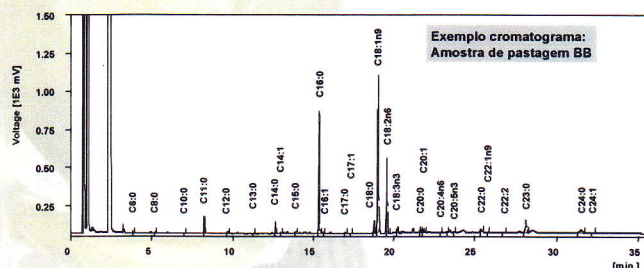
Coluna: OPTIMA 225 da marca Macherey-Nagel (30 m x 0,32 mm d.i. x 0,25 µm)

Fluxo de hidrogénio: 4,0 mL/min (P constante)

Detector: FID a 260 °C

Injector: split 1:40, a 260 °C e volume 1 µL

Gradiente de temperatura: 50 °C (durante 2 min); 30 °C/min até 125 °C; 5 °C/min até 160 °C; 20 °C/min até 180 °C; 3 °C/min até 200 °C; 20 °C/min até 220 °C; 220 °C (durante 15 min)



Condições cromatográficas

Validação do método cromatográfico

	CV (%) para a concentração de ácidos gordos em µg/g DM		
	Repetibilidade ¹	Reprodutibilidade ²	Precisão intermédia ³
Mistura de padrões	1,3 a 8,2%	1,7 a 12,6%	----
Amostra de pastagem	0,7 a 12,7%	2,4 a 18,6%	5,3 a 18,2%

(1) 7 injeções no mesmo dia da mistura de 37 padrões ou de uma amostra de uma pastagem seleccionada aleatoriamente
(2) 7 injeções em 7 dias diferentes da mistura de 37 padrões ou de uma amostra de uma pastagem seleccionada aleatoriamente
(3) 3 injeções em 3 dias diferentes de 3 extracções de uma amostra de uma pastagem seleccionada aleatoriamente

Resultados

Perfil lipídico geral de amostras secas de pastagens:

SFA: C6:0 C8:0 C10:0 C11:0 C12:0 C13:0 C14:0 C15:0 C16:0 C17:0 C18:0 C20:0 C22:0 C23:0 C24:0

MUFA: C14:1 C15:1 C16:1 C17:1 C18:1n9 C20:1 C24:1

PUFA: C18:2n6 C18:3n6 C18:3n3 C20:2 C20:3n6 C20:4n6 C20:5n3 C22:1n9 C22:2 C22:6n3

	BB (n=11)		BNB (n=13)		MB (n=16)		MNB (n=7)		Valor aconselhável
	Mínimo	Máximo	Mínimo	Máximo	Mínimo	Máximo	Mínimo	Máximo	
SFA (µg/g DM)	798	4376	667	5175	313	3959	1380	3220	----
MUFA (µg/g DM)	178	3213	133	835	238	1049	140	680	----
PUFA (µg/g DM)	1137	5849	337	3290	485	4759	790	7100	----
PUFA/SFA	0,5	2	0,3	2	0,6	2	0,5	2	< 4
C18:2n-6/C18:3n-3	0,2	13	0,2	3	0,3	3	0,3	2	> 0,4

Conclusões

A implementação do método cromatográfico otimizado permitiu obter os perfis lipídicos de várias pastagens de montanha utilizadas na alimentação de animais da raça Mirandesa e Barrosã.

Atendendo aos indicadores PUFA, PUFA/SFA e C18:2n-6/C18:3n-3 as pastagens estudadas apresentam índices equilibrados de um ponto de vista nutricional.

Bibliografia

- [1] Fisher, A. V.; Enser, M.; Richardson, R. I.; Wood, J. D.; Nute, G. R.; Kurt, E.; Sinclair, L. A.; Wilkinson, R. G. *Meat Science* 2000, 55, 141-147
[2] Wood, J. D.; Richardson, R. I.; Nute, G. R.; Fisher, A. V.; Campo, M. M.; Kasapidou, E.; Sheard, P. R.; Enser, M. *Meat Science* 2003, 66, 21-32
[3] Çelik, M.; Türeli, C.; Çelik, M.; Yanar, Y.; Erdem, U.; Kuçukgümez, A. *Food Chemistry* 2004, 88, 271-273