

dos caroços sem casca foi de $0,06 \pm 0,01g$ e o teor de gossipol apresentou uma ampla faixa, de 298 a $9.644 \mu g g^{-1}$ (média = $1.028,6 \mu g g^{-1} \pm 1.058,3$). Não houve correlação entre o peso do grão e o teor de gossipol. O alto coeficiente de variabilidade observado (102%), dos quais apenas 10% podem ser provenientes da metodologia, sugere a possibilidade de sub ou superestimativa do gossipol a ser administrado na alimentação animal e pode dificultar a realização de estudos para comparação de metodologias analíticas. Observou-se que vários estudos utilizam quantidades de caroço de algodão menores que $1g$, com base no teor esperado de gossipol presente, como proposto pela AOCS. Por outro lado, a realização de moagem de uma quantidade maior de caroço de algodão, a fim de oferecer maior representatividade da amostra e diminuir a variabilidade, favorece a conversão do gossipol livre à forma ligada, menos tóxica e não extraída em acetona. Uma possibilidade para contornar esse problema é a realização da moagem do caroço de algodão em acetona, formando uma pasta a partir da qual a amostra analítica pode ser obtida.

Apoio: Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de São Paulo, concessão de bolsa de estudos (2009/51265-9) e a Mapa/CNPq 578541/2008-4.

Universidade de São Paulo, Centro de Energia Nuclear na Agricultura
Av. Centenário, 303, CEP 13416-000, Piracicaba, SP, Brasil.

E-mail: acromero@cena.usp.br

Implicações para exatidão na quantificação do gossipol livre: II. Variabilidade associada à extração e efeito do tempo de maceração

Implications for accuracy in quantifying free gossypol: II. Variability associated to extraction and time for maceration

Romero, A. C.; Mariano, I. C.; Uliana, R.; Louvandini, H.; Abdalla, A. L.

O gossipol é um alcalóide polifenólico tóxico presente em plantas do gênero *Gossypium*, como o algodoeiro (*Gossypium hirsutum*) e apresenta toxicidade na forma livre. Neste estudo, foi mensurada a contribuição da metodologia analítica para a variabilidade dos resultados, bem como o efeito do tempo de maceração em relação ao teor extraído. A metodologia proposta por Wang foi utilizada, com algumas modificações. Para a obtenção uma amostra com teor de gossipol homogêneo para as replicatas, $2,04 g$ de caroços descascados foram triturados em acetona ($10 mL$). A pasta obtida foi filtrada e as partículas foram passadas por peneiras de $1 mm$ e $0,25 mm$. Foram realizadas seis replicatas com 1 e $0,25 mm$ de granulometria, às quais foram adicionados $10 mL$ de acetona e macerados por $16h$, para obter a variabilidade analítica. O extrato foi filtrado em papel de filtro sob vácuo, seco e redissolvido em $10 mL$ de clorofórmio:ácido acético ($99:1, v/v$). A cromatografia foi realizada em coluna Zorbax C18 ($250 \times 4,6 mm$, i.d. $5 \mu m$), eluição gradiente ($80:20$; metanol- $0,1\%$ ácido ortofosfórico:água, $70:30 v/v$, e clorofórmio), com fluxo de $1,1 mL \cdot minuto^{-1}$ e detecção a $254 nm$ (DAD). Para a avaliação da influência do tempo de maceração no teor de gossipol extraído, foi realizado o mesmo preparo destinado a obtenção de partículas de $0,25 mm$. Foram analisados os tempos $1, 2, 4, 8$ e $16h$ de maceração. A análise das replicatas não apresentou diferença no coeficiente de variabilidade entre as granulometrias ($11,5$ e $10,3\%$, 1 e $0,25 mm$, respectivamente). Observou-se que as replicatas de menor tamanho apresentaram menor teor de gossipol extraído ($650 \mu g g^{-1} \pm 68$ e $1.691,45 \mu g g^{-1} \pm 159$), provavelmente devido à extração por prensagem manual para o preparo da amostra em acetona, a exemplo do que ocorre durante a moagem convencional, na qual o gossipol liberado entra em contato com outras

proteínas e pode se complexar e originar o gossipol ligado. Com relação ao efeito do tempo de maceração, considerando $16h$ de maceração como 100% de extração ($3.896,05 \mu g g^{-1}$), observou-se que os tempos inferiores ($1, 2, 4$ e $8h$) apresentaram 70 ($2.715,7 \mu g g^{-1}$), 74 ($2.887,7 \mu g g^{-1}$), 73 ($2.864,8 \mu g g^{-1}$) e 72% ($2.792,6 \mu g g^{-1}$) do teor de gossipol. Embora sejam inferiores ao tempo referência, os valores não diferem entre si num período de 1 a $8h$. É possível que tempos a partir de uma hora sejam suficientes para a extração de uma quantidade de gossipol, provavelmente ligada à matriz mais superficialmente. Entretanto, ao longo de $16h$, o teor restante, aderido fortemente a matriz, é extraído pelo maior tempo de contato com a acetona.

Apoio: Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de São Paulo, concessão de bolsa de estudos (2009/51265-9) e a Mapa/CNPq 578541/2008-4.

Universidade de São Paulo, Centro de Energia Nuclear na Agricultura
Av. Centenário, 303, CEP 13416-000, Piracicaba, SP, Brasil.

E-mail: acromero@cena.usp.br

Desenvolvimento de novos métodos analíticos para verificação da qualidade do leite de vaca

Development of new analytical methods for cow milk quality evaluation

Santos, P.M.¹; Colnago, L.A.²; Pereira-Filho, E.R.¹

O leite de vaca tem sido frequentemente alvo de processo de adulteração não só no Brasil, mas também em outros países. Como resultado dessa prática, é necessário o desenvolvimento de novos métodos destinados à avaliação da autenticidade desse alimento. Nesse contexto, o presente trabalho investigou comparativamente a potencialidade de quatro diferentes métodos analíticos adotados para verificar a qualidade do leite bovino: análise multivariada de imagens digitais, ressonância magnética nuclear de baixo campo (RMN-LR), espectroscopia de infravermelho próximo (NIR) e espectrometria de absorção atômica com chama (FAAS). Para isso, amostras de leite bovino cru de boa qualidade foram adulteradas com a adição de água, peróxido de hidrogênio, soro de leite, leite sintético e urina, em diferentes proporções, de modo a fornecerem amostras com $5, 15, 25, 35$ e 50% (v/v) de adulteração. No caso da soda cáustica, amostras de leite de boa qualidade foram submetidas a um processo natural de degradação (com diminuição do pH) e, em seguida, foi adicionada soda cáustica para reestabelecer o pH original. Para obtenção das imagens digitais, $5 mL$ da amostra de leite foram misturados com $100 mL$ de um indicador ácido-base e, em seguida, digitalizados em um scanner HP, modelo color laserjet CM1312 MFP. Essas imagens foram analisadas com a média de dez parâmetros de cor: R, G, B, H, S, V, L (luminosidade), e dos coeficientes tricromáticos (r, g e b). As mensurações de RMN foram efetuadas no espectrômetro SLK-SG-100 com aplicação da sequência de pulso CPMG. Os espectros de NIR foram adquiridos no modo absorvância de um espectrômetro. Já o monitoramento das concentrações de Na e Ca foi efetuado em um espectrômetro. Todos os dados obtidos foram analisados com auxílio de ferramentas estatísticas e os resultados indicaram que esses métodos apresentam um elevado potencial para verificação da qualidade do leite bovino. Os modelos de classificação construídos com os resultados obtidos via análise multivariada de imagens digitais, RMN e NIR demonstraram que essas propostas são capazes de identificar, com alta eficiência, uma amostra de leite adulterado quando a concentração do adulterante presente é superior a 25% . Resultados obtidos