DETERMINACION DE COMPUESTOS VOLÁTILES DE LA CARNE DE TERNERA MEDIANTE EXTRACCION DE FLUIDO SUPERCRITICO Y ESPACIO DINÁMICO DE CABEZA

Beriain, M.J., Gorraiz, J., Huarte- Medicoa, J., Chasco, J., Insausti, K., Alzueta M.

Area de Nutrición y Bromatología
ETSIA. Universidad Pública de Navarra
Campus Arrosadía 31006 Pamplona

Introducción

El flavor y el aroma de la carne cocinada son los aspectos que más influyen en la aceptabilidad de la carne cocinada por el consumidor. Aunque la carne cruda tiene sabor a sangre y muy poco aroma, es un rico reservorio de precursores que en el proceso del cocinado originan un gran número de compuestos volátiles que contribuyen al desarrollo del aroma y el flavor percibidos en el momento del consumo (Mottram y Edwards, 1983; King *et al*, 1993).

Las técnicas recientes de determinación de compuestos volátiles mediante la extracción por fluido supercrítico (CO_2) y de espacio dinámico de cabeza aventajan a las tradicionales (destilación- extracción por solvente) en el menor tiempo requerido de extracción a elevadas temperaturas lo que disminuye la presencia de artefactos en las muestras (Rizvi, 1994).

El objetivo del presente trabajo ha sido el estudio del tipo de compuestos volátiles presentes en la carne de ternera cocinada mediante técnicas de extracción de fluido supercrítico y espacio dinámico de cabeza.

Material y Métodos

Se ha empleado muestras de carne del músculo *Longissimus dorsi* madurada durante 7 días de terneros de raza Pirenaica (340 $\pm$ 7,6 kg. de peso canal y 400 días de edad), criados segun el sistema tradicional.

Preparación de las muestras: la carne se cortó en filetes de 2 cm de grosor que se cocinaron a la plancha en un grill a 200°C hasta alcanzar una temperatura interna de 70°C correspondiente a un cocinado medio.

Extracción de compuestos volátiles:

a)Fluido supercrítico: extractor de fluido supercrítico HP-7680A con trampa de ODS (octadecil silicagel) y con dióxido de carbono de calidad supercrítica. Se tomó una muestra de 0,5 g y se mezcló con alúmina (1:1). Se introdujo en el interior del vial la muestra entre dos capas de Celite 54 como soporte inerte. Las condiciones del análisis fueron: temperatura de la cámara 50°C, de la trampa -5°C y del "nozzle" 45°C. La densidad y temperatura del fluido fueron 0,5 g/ml y 40°C. Los disolventes de reconstitución utilizados fueron acetona y hexano en proporción 2:1.

El análisis del extracto se realizó por cromatografía gaseosa (HP-6890) acoplada a espectrometría de masas (HP-5973). La columna empleada fué HP-Innowax de polietilenglicol (60 m x 0,25 mm x 0,25 µm), utilizando helio como gas portador con una presión de 13,6 psi y un flujo de 1 ml/min. La temperatura inicial del horno fue de 10°C, incrementándose a 10°C/min hasta 200°C donde se mantuvo 20 min para posteriormente

continuar incrementándose hasta 250°C a 10°C/min. El potencial de ionización utilizado en el espectrómetro fue de 70 eV y el rango de masas de 30 a 500 uma.

b)Espacio dinámico de cabeza (OIAnalitycal 4460A). Se empleó Tenax como material adsorbente. La muestra se purgó durante 10 min con un flujo de helio de 40 ml/min, manteniendo la muestra a 70 °C y la trampa a 30°C.

La desorción térmica de los compuestos retenidos en la trampa se realizó elevando su temperatura a 180°C durante 4 min.

Posteriormente, los compuestos volátiles se inyectaron directamente con división (1:5) en un cromatógrafo de gases HP5890 donde se efectúa su separación con una columna capilar HP-5 5% metil fenil silicona (50 m x 0,32 mm x 1,05 µm). El análisis se realizó con el inyector a 150°C y el detector de ionización de llama a 250°C. Se utilizó helio como gas portador con un flujo de 1 ml/min. La temperatura inicial del horno fue de 35°C, aumentando 8°C/min hasta 220°C.

La identificación de dichos compuestos se realizó por cromatografía gaseosa en las condiciones ya descritas en combinación con un espectrómetro de masas HP-4170A. Se identificaron los compuestos volátiles por la comparación de sus espectros de masas con los de la biblioteca de espectros Wiley 275, y por el cálculo de sus Indices de Retención (Kondjoyan y Berdagué, 1996). Las condiciones del espectrómetro de masas fueron las siguientes: rango de masas de 30 a 250 uma, 3000 v en el multiplicador de electrones, la fuente de electrones a un voltaje de 70 eV y 230°C de temperatura, y el cuadrupolo a 108°C.

Resultados y Discusión

La aplicación de ambas técnicas de extracción de compuestos volátiles a la carne de ternera cocinada, extracción con fluido supercrítico y espacio de cabeza dinámico, ha permitido la identificación de la serie de compuestos que figuran en la tabla 1. Los resultados obtenidos mediante el empleo de las dos técnicas muestran diferencias en la composición de compuestos volátiles encontrados que varían tanto en el tipo como en el número de componentes detectados. Así, se ha encontrado que la extracción con fluido supercrítico da lugar a un mayor número de compuestos (49) frente al espacio de cabeza dinámico (31). Con esta última técnica se ha obtenido una mayor representación de los compuestos más volátiles de menor número de átomos de carbono (aldehídos y cetonas) y de compuestos azufrados, que destacan por su importancia en el flavor de la carne. En el caso de la extracción con fluido supercrítico cabe señalar, además, la presencia de ácidos grasos.

Referencias

King, J. W.; Jhonson, J. H.; Orton, W. L.; McKeith, F. W.; O'Connor, P. L.; Novakofski, J.; Carr, T. R. 1993. J. Food Sci., 58, 950.

Kondjoyan, N.; Berdagué, J. L. 1996. A compilation of relative retention indices for the analysis of aromatic compounds. Editions du Laboratoire Flaveur, INRA-Theix.

Mottram, D. S.; Edwards, R. A. 1983. J. Sci. Food Agric., 34, 517.

Rizvi, S. S. H. 1994. Supercritical fluid processing of food and biomaterials. Ed. Chapman and Hall, Glasgow.

Tabla 1. Compuestos volátiles identificados en la carne de ternera cocinada por extracción con espacio de cabeza dinámico (ECD) y con fluido supercrítico (EFS).

	ECD	EFS		ECD	EFS
Hidrocarburos			**Alcoholes**		
n-hexano	⊗		etanol	⊗	⊗
n-heptano	⊗		2-propanol		⊗
metilciclohexano	⊗	⊗	3-metilsilanol		⊗
ciclohexano		⊗	2-hexanol		⊗
2-penteno	⊗		1-pentanol		⊗
2,3,4-trimetilpentano	⊗		2-butoxietanol		⊗
2,3,3-trimetilpentano	⊗		1-octen-3-ol		⊗
3-metilheptano	⊗		2-etil-1-hexanol		⊗
2,2,5-trimetilhexano	⊗		alcohol bencílico		⊗
3-metilenheptano	⊗		1-dodecanol		⊗
1-octeno	⊗		1-tridecanol		⊗
n-octano	⊗		2-hexadecanol		⊗
2-octeno	⊗		2-heptadecanol		⊗
3-metil-2-hepteno	⊗		1-octadecanol		⊗
3-octeno	⊗		**Cetonas**		
2,4-dimetilheptano	⊗		2-propanona	⊗	
2,5-dimetilheptano	⊗		2-butanona		⊗
2,2,4,6,6-pentametilheptano	⊗		butanodiona	⊗	
hexadecano		⊗	2-etilciclobutanona	⊗	
heptadecano		⊗	3-hexanona		⊗
nonadecano		⊗	2-hexanona		⊗
ciclododecano		⊗	2,5-hexanodiona		⊗
H. aromáticos			dihidrofuranona		⊗
benceno	⊗	⊗	3-hidroxi-2-butanona		⊗
metilbenzeno	⊗	⊗	**Aldehidos**		
Acidos grasos			butanal	⊗	
ác. acético		⊗	3-metilbutanal	⊗	
ác. propanoico		⊗	2-metilbutanal	⊗	
ác. butanoico		⊗	hexanal	⊗	⊗
ác. pentanoico		⊗	3-hexenal		⊗
ác. hexanoico		⊗	heptanal		⊗
ác. hexadecanoico		⊗	octanal		⊗
ác. octadecanoico		⊗	nonanal		⊗
ác. tetradecanoico		⊗	2-decenal		⊗
ác. pentadecanoico		⊗	decanal		⊗
Otros			anisaldehido		⊗
dietil eter	⊗		pentadecanal		⊗
tiobismetano	⊗		hexadecanal		⊗
triclorometano	⊗		octadecanal		⊗
dimetildisulfido	⊗		13-octadecenal		⊗

⊗ compuesto detectado