

VALIDAÇÃO DE MÉTODO ANALÍTICO POR CLAE-DAD PARA NORBIXINA E BIXINA EM SEMENTES E CORANTES DE URUCUM

MARTA G. da SILVA¹; THIAGO C. CARVALHO¹; FLÁVIA A. LUIZ²; FABRICIO W. da ROCHA³; RAISA N. LEAL²; PAULO R. N. CARVALHO¹.

Os métodos utilizados para as análises de pigmentos em sementes e corantes de urucum podem ser divididos em duas classes que se distinguem pela complexidade: os métodos que analisam os carotenoides totais das sementes de urucum e, portanto, não se preocupam com a separação e identificação desses pigmentos, e os métodos que buscam a separação, identificação e quantificação dos carotenoides presente, principalmente a bixina e a norbixina. Esse trabalho procurou estabelecer e validar um método de análise de bixina e norbixina em sementes e corantes de urucum por cromatografia líquida de alta eficiência, utilizando detector de arranjo de diodos, e utilizar o método validado para determinar a exatidão do método de determinação de carotenoides totais em sementes de urucum. O procedimento foi conduzido em um cromatógrafo munido de detector de arranjo de diodos. A coluna cromatográfica utilizada foi uma RP-18 Lichrospher de 250mm de comprimento por 4mm de diâmetro interno e partículas de 5 μ m. A fase móvel foi composta por acetonitrila:metanol: clorofórmio:ácido acético 60:20:10:10, v/v/v/v, com vazão de 1,0 mL min⁻¹. Nas condições descritas, o tempo de análise foi reduzido de 20 para 6 minutos, com resolução adequada dos analitos. Foi construído curva analítica com concentrações entre 0,45 e 6,6 μ g mL⁻¹ para norbixina e bixina que apresentou coeficiente de correlação de 0,99. Foram encontrados limites de detecção e quantificação de 0,03 g 100g⁻¹ e 0,09 g 100g⁻¹, respectivamente, para bixina em semente de urucum. A incerteza do método, nas condições do estudo, foi de 3,3% para norbixina e 4,3% para bixina, utilizando um fator de expansão (k) igual a 2. A maior fonte de incerteza foi dada pela linearidade do procedimento analítico. O método para a determinação de carotenoides totais utilizado no estudo tem como princípio a extração com uma solução alcalina de óleo de mamona e diluições em soluções de KOH até a concentração apropriada para a leitura espectrofotométrica. Os resultados obtidos indicaram uma superestimação de 32%, quando comparado ao resultado de bixina do procedimento cromatográfico. Essa superestimação é compreensível, pois esse método determina todos os carotenoides presentes nas amostras analisadas, que apresentem absorvância no comprimento de onda utilizado para a leitura espectrofotométrica.

Agradecimento: FAPESP e CNPq

¹ Instituto de Tecnologia de Alimentos – Av. Brasil – 2880 – CEP 13070-178 – Campinas – SP – martags@ital.sp.gov.br; ²Bolsista CNPq-PIBIT; Bolsista FAPESP.