

Estudo de Metodologia para a Quantificação de γ -orizanol em Óleo de Arroz por CLAE.

Marcelo Volpatto (IC), Fabrício F. Naciuk (IC), Carlos Felipe G. da Silva (IC), Ana Maria S. Mello (TC), Nair Maria Seibel (TC) e Luiz Antonio M. Fontoura* (PQ). *Imazzini@uol.com.br*

Departamento de Engenharia de Processos (DEPROC), Fundação de Ciência e Tecnologia (CIENTEC).

Palavras Chave: γ -orizanol, óleo de arroz, CLAE.

Introdução

γ -orizanol corresponde a uma mistura de ésteres do ácido ferúlico presentes no farelo e no óleo de arroz. Embora a composição do γ -orizanol possa variar com o tipo do arroz, seus principais componentes são os ferulatos de β -sitosterila, de campesterila, de cicloartenila, de 24-metilenocicloartanila e de campestanila. O γ -orizanol apresenta propriedades antioxidante, antiinflamatória e inibe a biossíntese hepática do colesterol. Apesar da importância, há poucos estudos sobre métodos de quantificação desses lipídeos em óleo de arroz. Os métodos por CLAE descritos na literatura quantificam a mistura através do somatório das áreas, visto que é difícil a obtenção de condições que permitam a resolução de seus componentes¹. Neste trabalho, descrevemos ensaios de validação de metodologia para quantificação de γ -orizanol em óleo bruto de arroz por CLAE. Foram avaliados a linearidade da curva analítica, o limite de quantificação e a precisão intermediária em três diferentes comprimentos de onda.

Resultados e Discussão

As análises foram realizadas em um cromatógrafo a líquido HP 1100 com DAD ajustado em 300, 325 e 340 nm equipado com uma coluna Hypersil ODS C18 (200 mm x 2,1 mm, 5 μ m). Como eluente, foi usada uma mistura de MeCN, MeOH, e H₂O (80:15:5) a 40 °C com uma vazão de 1,0 mL min⁻¹. Amostras de óleo de arroz foram injetadas em solução 10,0 mg mL⁻¹ em hexano.

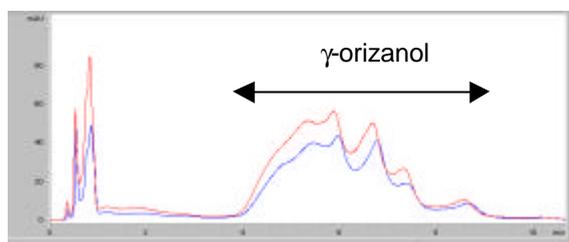


Figura 1 Cromatogramas de uma amostra de óleo bruto (azul) e de uma amostra fortificada com orizanol a 0,150 mg mL⁻¹ (vermelha), $\lambda = 325$ nm.

A figura 1 apresenta cromatogramas típicos de uma solução de óleo bruto e de uma amostra fortificada. A mistura de lipídeos que compõem o γ -

orizanol é eluída na faixa de 4 a 9 min aproximadamente.

A tabela 1 apresenta os dados das curvas analíticas de padrão de γ -orizanol na faixa de 0,1 a 1,5 mg mL⁻¹. Os dados representam valores médios de oito diferentes experimentos. A maior sensibilidade, estimada pelo coeficiente angular da curva analítica, é encontrada em 325 nm. Em todos os casos, a curva é linear na faixa de concentração estudada ($R^2 = 1,00$). O limite de quantificação foi determinado a partir da estimativa do desvio padrão

λ (nm)	300	325	340
a	19561	25951	16918
b	351	467	301
R ²	1,00	1,00	1,00
LQ (mg g ⁻¹)	11,8	12,8	13,1

do coeficiente e linear

Tab

Tab 1. Dados da curva analítica: coeficientes angular (a) e linear (b), coeficiente de correlação (R^2) e limite de quantificação (LQ).

Uma amostra de óleo de arroz bruto foi analisada por quatro diferentes analistas (dois experimentos em triplicata por analista) nos três comprimentos de onda. Valores médios são apresentados na tabela 2. A diferença relativa entre o maior e o menor valor foi estimada em 3,5 %. A precisão intermediária em cada comprimento de onda é expressa através da estimativa do desvio padrão relativo dos resultados dos oito experimentos.

Tabela 2. Concentração de γ -orizanol (c) em amostra de óleo de arroz bruto e precisão intermediária (RSD).

λ (nm)	c (mg g ⁻¹)	RSD (%)
300	13,7	6,1
325	14,0	9,2
350	14,2	7,2

Conclusões

O método estudado é apropriado para a quantificação de γ -orizanol em amostras de óleo bruto de arroz na faixa de 13 a 150 mg g⁻¹. A precisão

intermediária em 325 nm é 9,2 %, valor considerado adequado para a faixa de concentração do analito. Resultados obtidos em três diferentes comprimentos de onda asseguram a seletividade e a robustez do método.

¹Chen,M.-H. e Bergman,C.J. *J. Food Comp. Anal.* **2005**, *18*, 319331.