

Determinação de Hidroximetilfurfural (HMF) em Mel por Cromatografia Líquida de Alta Eficiência (CLAE)

Marta Valéria A. S. de Andrade⁽¹⁾ (PQ)*, Ana C. B. de Araújo⁽¹⁾ (PG), Maria A. P. A. Santiago⁽¹⁾ (PG), Helena M. A. Alves⁽²⁾ (PQ), Cristina Y. Yamanaka⁽²⁾ (PQ), Célia M. F. Morais⁽²⁾ (TC) mandrade@uneb.br

⁽¹⁾ NQA, Universidade do Estado da Bahia, Departamento de Ciências Exatas e da Terra, Campus I, Rua Silveira Martins, 2555, Cabula. Salvador – Bahia - Brasil. CEP: 41.195.001.

⁽²⁾ Centro de Pesquisas e Desenvolvimento, Km 0 da Rodovia Ba 512, Camaçari, Bahia - Brasil

Palavras Chave: Hidroximetilfurfural, CLAE, Mel.

Introdução

O mel é produzido por abelhas melíferas a partir do néctar das flores. O hidroximetilfurfural (HMF) é um aldeído cíclico formado na decomposição ácida de monossacarídeos. Sua medida é utilizada para avaliar a qualidade do mel, sendo o limite estabelecido pela legislação brasileira de 60mgkg⁻¹. Quando esse limite é ultrapassado indica: superaquecimento, longa estocagem ou adulteração, o que torna imprescindível o controle da concentração de HMF em mel¹. A International Honey Commission (IHC) recomenda métodos oficiais para determinação de HMF, entretanto esses métodos são bastante laboriosos, levando a necessidade do desenvolvimento de novos métodos mais rápidos, exatos e precisos. Este trabalho propõe um novo método cromatográfico simples e direto para determinação de HMF em mel.

O método envolve a medida de 0,03 g de amostra diretamente em balão volumétrico de 5 mL e dissolução a volume com água de alta pureza. A solução aquosa da amostra é analisada por cromatografia líquida de alta eficiência com detector UV/visível em 284 nm, injetor Rheodyne, loop de 10 µL utilizando coluna de fase reversa C₁₈ Macherey-Nagel 5µm (125 x 4 mm), fase móvel metanol/água 20/80% (v/v) e vazão de 0,8 mLmin⁻¹. Para as condições cromatográficas descritas o tempo de retenção do HMF foi de 2,83 minutos. O método proposto foi aplicado em duas amostras fornecidas pela Rede Baiana de Metrologia (RBME), analisadas por quinze laboratórios da Bahia, empregando o método de White², e em dez amostras de mel comercializadas em Salvador.

Resultados e Discussão

Após otimização das condições cromatográficas foram avaliadas as figuras de mérito³ do método proposto e os resultados estão apresentados na Tabela 1.

Tabela 1: Figuras de mérito do método proposto

Faixa	0,1 a 1,0 µg mL ⁻¹
Equação (r)	A = 40486 C – 31,98 (0,9996)
LD	0,003 µg mL ⁻¹
LQ (experimental)	0,010 µg mL ⁻¹
RSD (%) (n=10)	1,86

O método proposto foi avaliado a partir da análise de duas amostras fornecidas pela RBME e, posterior comparação dos resultados obtidos com as concentrações fornecidas pela rede, conforme apresentado na tabela 2. A análise de variância (ANOVA) para o intervalo de confiança de 95% demonstrou não existir diferença significativa entre os resultados. Logo, o método cromatográfico proposto pode ser considerado viável para determinação de HMF em mel, por ser um método simples, rápido, preciso e direto, uma vez que elimina etapas de preparo da amostra e interferências sofridas no método oficial².

Tabela 2. Resultados amostras de mel da RBME

Concentração HMF (mg kg ⁻¹)		
Amostra	Método White ² (referência)*	Método Proposto
A-1	36,5 ± 4,66	47,1 ± 4,25
A-2	4,69 ± 0,55	7,17 ± 1,18

* Média dos resultados obtidos numa avaliação interlaboratorial.

Os resultados da concentração de HMF em dez amostras, de diferentes fornecedores, comercializadas em Salvador apresentaram valores variando entre 2,35 e 18,9 mg kg⁻¹, ou seja, todas as concentrações dentro dos limites estabelecidos pela legislação brasileira.

Conclusão

O método cromatográfico proposto para determinação de hidroximetilfurfural em mel é simples, rápido, preciso e direto, podendo ser empregado em análises de rotina.

Agradecimentos

PRONEX (FAPESB/CNPq)

¹ Corradini, D.; Journal of Chromatography A. 1992, 674, 503-509.

² White, J.; Assoc. Off. Anal. Chem. (1979), 62, 509.

³ Ribani, M.; Collins, C.; Bottoli, C. B. G. Journal of Chromatography A. 2007, 1156, 201-205.