

## Validação de metodologia analítica para determinação de ácidos orgânicos em méis por CLAE-UV

Gisele da Silveira Lemos<sup>1</sup>(PG), Maria Lucia Pires dos Santos<sup>1</sup>(PQ), Jose Soares dos Santos<sup>1</sup>(PQ), Eder A. R. Santos (IC), Gisele Brito Rodrigues<sup>1</sup>(IC), Milena M. de Souza<sup>1</sup>(IC). gisalemos@ig.com.br

<sup>1</sup>Departamento de Ciências Naturais, Universidade Estadual do Sudoeste da Bahia-UESB, Estrada do Bem Querer Km 04, Caixa Postal 95, Vitória da Conquista, Bahia, CEP 45083-900

Palavras Chave: Validação, ácidos orgânicos, CLAE-UV.

### Introdução

Os ácidos orgânicos compreendem uma pequena proporção do mel (0,5%) e a acidez total pode ser usada como indicador de deterioração durante a armazenagem devido ao estoque, idade ou até para medidas de pureza e autenticidade. Os ácidos orgânicos são um grupo importante de substâncias que contribuem para as propriedades organolépticas tais como cor, sabor e odor do mel. E também junto com outras substâncias têm atividade antibacteriana e antioxidante<sup>1</sup>.

### Resultados e Discussão

As condições cromatográficas otimizadas para o sistema CLAE/UV, incluíram: RP-C18 (250 mm x 4,6 mm), o volume de injeção foi de 20 µL, eluição isocrática com água/metanol (94:6), fluxo de 1 mL min<sup>-1</sup>, e detecção em 215 nm. Devido à baixa concentração e presença de interferentes, utilizou-se a extração em fase sólida com cartucho C18 para remover os ácidos orgânicos do mel. Na avaliação do desempenho do método empregou-se os seguintes parâmetros: linearidade, precisão, exatidão, recuperação, limite de quantificação e detecção. O método separou adequadamente os ácidos com tempo de retenção de 3,71, 4,39 e 6,93 min para ácido ascórbico, acético e fumárico, respectivamente. O sistema analítico apresentou resposta linear em todo o intervalo estudado e os limites de quantificação e detecção foram avaliados para determinação da sensibilidade (Tabela 1).

**Tabela 1.** Resposta do sistema analítico CLAE-UV.

Ácido orgânico	Equação da reta (r)	LQ (mg L <sup>-1</sup> )	LD (mg L <sup>-1</sup> )
Ascórbico	y= 183,95 + 21,16x (0,99607)	3,4	1
Acético	y= -252,72 + 1,24x (0,99377)	250	75
Fumárico	y= -186,19 + 140,39x (0,99888)	0,3	0,09

Os resultados da repetibilidade e precisão intermediária indicam uma precisão aceitável para a validação de um método analítico, uma vez que valores em torno de ±15% são considerados admissíveis de acordo com a literatura<sup>2</sup> (Tabela 2).

**Tabela 2.** Precisão e exatidão da metodologia de CLAE-UV para determinação dos ácidos orgânicos.

Concentração (mg L <sup>-1</sup> )	Repetibilidade (% DPR.*)	Precisão intermediária (% DPR*)	Exatidão/recuperação (%)
Ácido ascórbico			
15	4,88	0,67	93,10
20		0,41	
30	2,88	1,84	73,50
40		1,97	
50	1,44	1,58	73,73
Ácido acético			
300	10,11	7,81	118,76
350		6,82	
400	5,61	4,99	108,81
450		1,66	
500	9,09	1,50	97,46
Ácido fumárico			
2	3,37	3,37	103,40
5		2,05	
10	9,76	10,29	110,40
15		2,47	
20	9,83	8,18	83,90

\* DPR: desvio padrão relativo

A recuperação foi avaliada comparando as concentrações teóricas dos padrões adicionados ao mel e aquelas obtidas na amostra sem adição padrão. Os resultados estão apresentados na tabela 2 e as variações estão dentro das especificações esperadas para matrizes complexas<sup>3</sup>.

### Conclusões

Um simples, exato, preciso e seletivo método de CLAE – UV foi desenvolvido e validado para determinação dos teores de ácidos orgânicos em amostras de méis.

### Bibliografia

- Suarez-luque. S., Mato. I., Huidobro. J. F., Simal-lozano. Journal of Chromatography B, 770 (2002) 77–82.
- Aquino, F. W. B.; Amorin, A. G. N.; Prata, L. F.; Nascimento, R. F. Ciênc. Tecnol. Aliment., 24(1) 32-38, 2004.
- Celeghini, R. M. dos S.; Sousa, I. M. O.; Silva, A. P.; Rodrigues, R. A. F.; Foglio, M. A. Quim. Nova 32 (4), 875-878, 2009

### Agradecimentos

CAPES, UESB, PGQI.