

Análise rápida de ácidos graxos (AG) *cis-trans* majoritários por Eletroforese Capilar de Zona (CZE)

Patrícia M. C. Barra¹ (PG), Renata J. C. Castro¹ (PG), Sabria Aued-Pimentel² (PQ), Simone A. da Silva² (PQ), Marccone A. L. Oliveira^{1*}(PQ).

¹ Universidade Federal de Juiz de Fora, Juiz de Fora, MG, Brasil. ² Instituto Adolfo Lutz, São Paulo, SP.

Palavras Chave: ácidos graxos *cis/trans*, eletroforese capilar, cromatografia à gás, amostras alimentícias.

Introdução

O perfil dos AG *cis/trans* majoritários pode ser usado como indicador relacionado à saúde humana e sua determinação é importante na caracterização química de óleos e gorduras e no controle de qualidade de produtos lácteos. O método oficial para quantificação AG é cromatografia à gás (GC), método este que envolve a extração da fração lipídica da amostra e derivatização de ácidos graxos aos seus ésteres metílicos correspondentes (FAME). Entretanto, a extração é uma etapa lenta e onerosa do processo. Dentro deste contexto, um método rápido e eficiente para a análise de AG *cis/trans* majoritários de cadeia longa como: esteárico (C18: 0), elaidico (C18: 1 9t), oléico (C18: 1 9c), palmítico (C16: 0), linoléico (C18: 2cc) e linolênico (C18: 3) sob detecção indireta utilizando CZE, sem passos de derivatização e extração, tem sido proposto.

Resultados e Discussão

Um planejamento composto central (CCD) ²³ com três fatores e dois níveis principais, adicionado de seis níveis axiais e triplicata no ponto central, totalizando 17 ensaios, foi realizado a fim de otimizar a separação dos pares críticos C18:1 9c/C18:1 9t e C16:0/C18:2cc com base em estudo anterior realizado pelo grupo de Oliveira¹. Os fatores considerados na investigação foram Brij 35, ACN e 1-octanol e a as respostas avaliadas levaram em conta a resolução entre os pares críticos supracitados. Os resultados apontaram para seguinte eletrólito capaz de realizar a separação simultânea de C18:0, C18:1 9t, C18:1 9c, C16:0, C18:2cc, C18:3ccc e C13:0 : 15 mmol L⁻¹ de NaH₂PO₄ / Na₂HPO₄ (pH 6,86); 4,0 mmol L⁻¹ de SDBS, 8,3 mmol L⁻¹ de Brij 35, 45% v/v de ACN e 2,1% v/v de 1-octanol.

A proposta para a quantificação dos AG em questão em amostra real foi baseada em um estudo estatístico que envolveu o cálculo de um fator de resposta (R_f) para cada AG usando C13:0 com concentração fixada em 0,50 mmol L⁻¹ como padrão interno (PI)². Após verificação de homocedasticidade e que não havia falta de ajuste por meio da ANOVA para os modelos implementados na faixa de concentração dos padrões de AG de 0,15 a 1,10 mmol L⁻¹, utilizou-se, então, o R_f calculado para quantificação dos AG nas seguintes amostras: óleo de soja (OS), azeite de oliva (AO), manteiga (MT), margarina (MG), gordura vegetal hidrogenada (GVH) e recheio de biscoito (BR). As

amostras foram saponificadas com NaOH/MeOH 0,50 mol L⁻¹ em banho térmico (75-80°C) por 25 min, diluídas adequadamente e injetadas no equipamento de CE. A tabela 1 mostra os resultados obtidos em comparação com a metodologia oficial por GC.

Tabela 1. Resultados da comparação entre as metodologias CZE e AOCS Ce 1j-07

Amostras	C18:0		C18:1t		C18:1c		C16:0		C18:2cc		C18:3ccc	
	CE	GC	CE	GC	CE	GC	CE	GC	CE	GC	CE	GC
OS 1	3.1	3.4	---	---	25.7	25.9	11.1	11.1	46.8	49.0	4.55	5.3
OS 2	3.2	3.2	---	---	25.9	25.3	10.9	11.2	47.2	48.2	4.89	5.3
AO 1	3.6	3.5	---	---	73.6	73.1	10.1	10.2	7.1	6.9	0.65	0.7
AO 2	3.2	3.6	---	---	73.6	72.9	10.1	10.2	6.3	6.9	0.69	0.7
MT 1	7.7	8.2	2.8	2.9	16.6	16.3	18.6	19.0	0.9	1.1	nq	0.3
MT 2	8.5	8.6	2.8	2.8	17.6	16.1	18.3	18.6	1.0	1.0	nq	0.3
MG 1	3.3	3.4	2.0	2.2	5.6	5.6	2.3	2.4	5.4	5.3	0.69	0.6
MG 2	3.8	3.5	2.7	2.2	5.9	6.2	2.1	2.3	5.3	5.8	0.65	0.6
GVH 1	9.1	8.8	26.4	26.6	25.5	26.2	17.1	16.5	5.9	5.7	nd	0.07
GVH 2	8.6	9.2	26.7	25.5	26.6	26.8	16.6	17.3	5.6	6.2	nd	0.07
BR1	2.9	3.0	5.5	5.6	5.8	5.4	4.4	4.4	2.4	2.0	nd	0.1
BR 2	3.3	3.5	5.3	5.4	5.7	5.4	4.1	4.1	2.4	2.1	nd	0.1
Teste Shapiro-Wilk ^a	0.547		0.011		0.679		0.163		0.022		0.047	
Teste t ^a	0.090		0.484		0.128		0.288		0.317		0.529	
Correlação Pearson	0.995		0.999		0.999		0.998		0.999		0.999	

---: ausente na amostra; nd: abaixo do limite de detecção;

^a p-valor. **Nota:** O teor de AG por CE e GC foi expresso em g/100g.

Conclusões

Uma metodologia alternativa para análise simultânea AG *cis/trans* majoritários por CZE foi otimizada³. 06 diferentes amostras foram analisadas e verificou-se que o método por CZE em comparação com o método oficial por GC AOCS Ce 1j-07 não apresentou diferença significativa dentro do intervalo de confiança de 95%. Além disso, a metodologia por CZE inclui simples preparo de amostra (ausência de procedimentos de extração e derivatização); curto tempo de análise; baixo consumo de solventes orgânicos; uso de colunas capilares não específicas e alta frequência analítica (6 amostras/120 minutos).

Agradecimentos

CAPES, FAPEMIG, UFJF, CNPq E FADEPE

1. Oliveira, M. A. L., Solis, V. S., Gioelli, L. A., Polakiewicz, B. e Tavares, M. F. M. *Electrophoresis*. **2003**, 24, 1641.

2. Castro, P. M., Barra, M. M., Ribeiro, M. C. C., Aued-Pimentel, S., Silva, S. A., Oliveira, M. A. L. *J. Agr Food Chem*. **2010**, 58, 1403.

3. Castro, P. M., Barra *et al*, Manuscrito submetido p/ publicação.