

ISOLAMENTO DOS LIMONÓIDES LIMONINA E NOMILINA PARA USO COMO PADRÕES NA ANÁLISE DO SUCO DE TANGERINA POR CROMATOGRAFIA LÍQUIDA DE ALTA EFICIÊNCIA

Assis, P. P. (1); Pires, J. M. F. (1); Oiano-Neto, J. (2); Furtado, A. P. L. (2).

(1) Departamento de Química - Instituto de Ciências Exatas, Universidade Federal Rural do Rio de Janeiro - UFRRJ. Rodovia BR 465, Km7, CEP: 23890-000, Seropédica - RJ

(2) Embrapa Agroindústria de Alimentos. Avenida das Américas 29.501, Guaratiba, CEP: 23020-470, Rio de Janeiro, RJ. E-mail: oiano@ctaa.embrapa.br

Palavras-chave: limonóides, *Citrus*, limonina.

As espécies do gênero *Citrus* apresentam grande importância comercial, sendo o Brasil o maior produtor mundial. No entanto, o aparecimento do sabor amargo nos sucos cítricos, após o processamento, é causado pela produção dos limonóides limonina e nomilina, prejudicando assim sua comercialização. Os limonóides são triterpenos altamente oxigenados que ocorrem naturalmente nas espécies de *Citrus* e as sementes constituem seu reservatório natural. Os frutos intactos contêm naturalmente os precursores biossintéticos da limonina e nomilina, sendo gradativamente convertidos após o processamento. Atualmente, a pasteurização é a metodologia mais aplicada para aumentar a vida útil dos alimentos sem alterar suas características nutricionais e sensoriais. O objetivo deste trabalho foi isolar padrões desses limonóides a partir das sementes de tangerina, utilizá-los no desenvolvimento da metodologia de CLAE e avaliar o efeito da pasteurização na inibição da formação enzimática desses compostos no suco processado. Não existe padrão comercial de nomilina e a limonina disponível possui baixa pureza (75%) e elevado valor comercial (US\$ 200/5mg). As sementes de três lotes (800g no total) foram secas, moídas e desengorduradas com éter de petróleo e os limonóides extraídos com acetona, produzindo um total de 63,9g de extrato bruto. Os extratos de dois lotes foram purificados sucessivamente em coluna cromatográfica de sílica gel 60 e misturas ternárias de $C_6H_{14}:CH_2Cl_2:CH_3OH$ em diferentes proporções. O terceiro extrato, por apresentar excessiva pigmentação, foi inicialmente recristalizado em $CH_2Cl_2:C_2H_5OH$ (1:3) e submetido, em seguida, à purificação em coluna. Para revelar as placas cromatográficas utilizou-se mistura de vanilina:ácido sulfúrico:ácido acético 1:1:100 (m/v/v). Ao final dessas etapas de pré-purificação, obteve-se 13g de uma mistura com quatro limonóides (rendimento de 1,6%). Devido à semelhança dos valores de R_f observados em placa cromatográfica, a separação final dessa mistura será feita por CLAE preparativa e a identidade química de cada limonóide será confirmada por espectroscopia de RMN 1H e RMN ^{13}C .