18º ENCONTRO NACIONAL DE QUÍMICA ANALÍTICA
FLORIANÓPOLIS, SC, 2016

DETERMINAÇÃO SIMULTÂNEA DOS ÁCIDOS CÍTRICO E MÁLICO EM FOLHAS DE AZEVEM ANUAL (*Lolium multiflorum* Lam.) POR CZE-UV

Jemima G. P. da Fonseca[a] (PG), Fernando A. S. Vaz[a] (PG), Marcone A. L. de Oliveira[a] (PQ) Leônidas P. Passos[b] (PQ), Jober C. Freitas[c] (PG), Lucas P. Eiterer[d] (IC), Andrea Mitelimman[b] (PQ), Júlio J. da Silva[a,d] (PQ)

[a]Universidade Federal de Juiz de Fora (UFJF), Departamento de Química, Juiz de Fora, MG, Brasil, 36036-900
[b]Embrapa Gado de Leite (EMBRAPA), Juiz de Fora, MG, Brasil, 36038-330
[c]Universidade Federal de Juiz de Fora (UFJF), Instituto de Ciências Biológicas, Juiz de Fora, MG, Brasil, 36036-900
[d]Centro de Ensino Superior de Juiz de Fora (CES/JF), Juiz de Fora, MG, Brasil, 36016-000
[e]Instituto Nacional de Ciência e Tecnologia, Acqua, Universidade Federal de Minas Gerais, BH, MG, Brasil, 31270-901
*e-mail: jemimagoncalves@yahoo.com.br

INTRODUÇÃO

Os ácidos orgânicos de baixa massa molecular (AOBMM) presentes nas plantas desempenham um papel essencial na dissolução de metais através da formação de complexos solúveis. Neste trabalho foram consideradas algumas figuras de mérito de validação para o método de eletroforese capilar de zona (CZE) otimizado na determinação simultânea de ácido cítrico (AC) e málico (AM) em folhas de azevém anual (figura 01), a qual é uma forrageira com importantes características nutricionais utilizada na alimentação de gado leiteiro no Brasil.

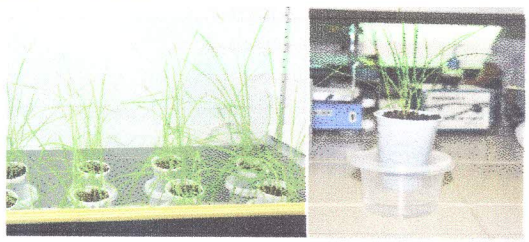

Figura 01 : Sistema de cultivo do azevém anual – câmara de

METODOLOGIA

Método de extração dos AOBMM (figura 02)

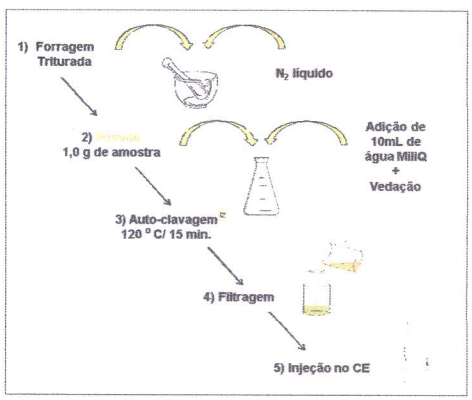

Figura 02 : Fluxograma do método de extração para AOBMM

Os extratos foram introduzidos por injeção hidrodinâmica (25 mbar por 2 s), em um capilar de sílica fundida. O eletrólito de corrida (pH 3,45), foi composto de ácido ftálico (19 mmol.L^{-1}), tris (hidroximetil) aminometano (16 mmol.L^{-1}) e brometo de cetiltrimetilamônio (0,8 mmol.L^{-1}). As corridas foram realizadas com -20 kW, 300 µA e 6.0 W, a 25 °C, com detecção indireta em 230 nm[1].

RESULTADOS E DISCUSSÃO

A quantificação dos AOBMM foi obtida pelo cálculo da concentração em função do fator de resposta (Fr), utilizando o ácido tartárico como padrão interno (1,0mM), com valores de 0.249 ± 0.04 mmol.L^{-1} para o ácido cítrico e de 0.710 ± 0.11 mmol.L^{-1} para o ácido málico. (Tabela 01).

AOBMM	C. angular	Intercepto	R^2	$R^2_{máx}$	F_r	F_{faj}	F_{sig}	F_{tab}
Ác. Cítrico	0,6122 (± 0,0102)	0,0498 (±0,0358)	0,9960	0,9963	0,6122	2,74	3552,5	3,71
Ác. Málico	0,5613 (±0,0079)	0,03030 (±0,0275)	0,9972	0,9974	0,5613	2,18	5040,51	3,71

Tabela 01 : Cálculo do fator de resposta dos AOBMM

A seletividade foi verificada pela comparação entre o método de adição de padrão e a curva de padronização externa (figura 03). A precisão do método ao ser, avaliada pelo desvio padrão relativo (RSD; n = 3), resultou em valores abaixo de 2 %.

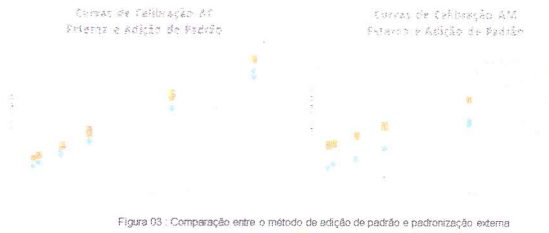

Figura 03 : Comparação entre o método de adição de padrão e padronização externa

Os limites de detecção (AC: 0,0952 mmol.L^{-1}; AM: 0,117 mmol.L^{-1}) e de quantificação (AC: 0,317 mmol.L^{-1}; AM: 0,3900 mmol.L^{-1}) foram determinados com base nos parâmetros das curvas analíticas. A exatidão foi verificada por recuperação feita em dois níveis para cada analito, com valores entre 98 e 105 % para o AC e entre 95 e 102 % para o AM.

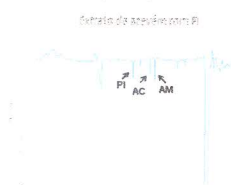

Figura 04: Eletroferograma dos AOBMM

CONCLUSÕES

Concluiu-se que o método proposto apresentou seletividade, linearidade, precisão e exatidão adequados para a quantificação dos AOBMM presentes nas folhas de azevém anual.

AGRADECIMENTOS

Ao Sr. Sebastião Evaristo do LBFV da Embrapa Gado de Leite Juiz de Fora/MG pelo auxílio na realização deste trabalho.

REFERÊNCIAS

[Gonçalves, A. S. Journal of Pharmaceutical Analysis, 2012;2(5)]

[1]Ribani, M. *et al*, Validação em Métodos Cromatográficos e Eletroforéticos. Quim. Nova, Vol. 27, No. 5, 771-780, 2004.