

Análise de alcaloides harmônicos em suco de maracujá por um novo método SBSE-LC/Flu

Cíntia A. Matiucci Pereira¹ (PQ), Benedito M. dos Santos¹ (TC), Janete H. Yariwake¹ (PQ)*.

¹Instituto de Química de São Carlos, Universidade de São Paulo, São Carlos, SP, Brasil. *janete@iqsc.usp.br

Palavras Chave: alcaloides, maracujá, segurança alimentar, extração por sorção com barra magnética (SBSE-LC/Flu).

Introdução

O Brasil é o maior produtor mundial de maracujá azedo (*Passiflora edulis* fo. *flavicarpa* O. Degener) e de maracujá doce (*P. alata*). Os alcaloides harmônicos de *Passiflora* apresentam atividade farmacológica no SNC e são substâncias potencialmente tóxicas¹, mas a sua presença na polpa dos frutos ainda é questionável. Assim, o desenvolvimento de novos métodos analíticos pode contribuir para a avaliação da segurança alimentar de produtos preparados com frutos de maracujá, como p.ex. o suco. Neste trabalho apresentamos um novo método dual SBSE-LC/Flu (extração por sorção com barra magnética – cromatografia líquida/detecção por fluorescência) para a análise de alcaloides harmônicos na polpa de maracujá azedo e doce, com e sem sementes.

Resultados e Discussão

A extração por SBSE seguiu um procedimento dual²: simultaneamente, extraiu-se em diferentes condições duas alíquotas da mesma amostra de polpa de maracujá (com ou sem sementes), usando uma barra de SBSE por amostra (Twister Gerstel^R, 20 mm de comprimento, 0,5 mm de espessura do filme de PDMS). Para a análise de harmana, 1 mL de amostra, 2 mL de NaOH (pH 13), 5,0 g de NaCl e 7 mL de H₂O Milli-Q foram colocados em um frasco de 10 mL. Para a análise de harmina, 1 mL de amostra, 1 mL de NH₄OH (pH 10), 5,0 g de NaCl e 8 mL de H₂O Milli-Q foram colocadas em outro frasco de 10 mL. Agitou-se por 120 minutos a 1000 rpm, à temperatura ambiente. Na sequência, a barra de SBSE foi desorvida com 150 µL de MeOH. Após dessorção, a solução metanólica foi injetada diretamente em um cromatógrafo líquido (Waters Alliance 2695) acoplado a detector de arranjo de fotodiodos e de fluorescência, usando sistema de aquisição e tratamento de dados Empower (todos Waters). Foi utilizada coluna X-Terra[®] C18 Waters (250mm x 4,6 mm x 5 µm) com coluna de guarda (2,0 cm x 4,0mm x 5 µm), a 25°C. A fase móvel utilizada foi acetonitrila (solvente A) e H₂O (solvente B), ambas acidificadas com 0,5% de HCOOH, gradiente 20%-34% A em 10 min, 34%-20% A em 18 min; fluxo 1 mL/min e volume de injeção de 10 µL.

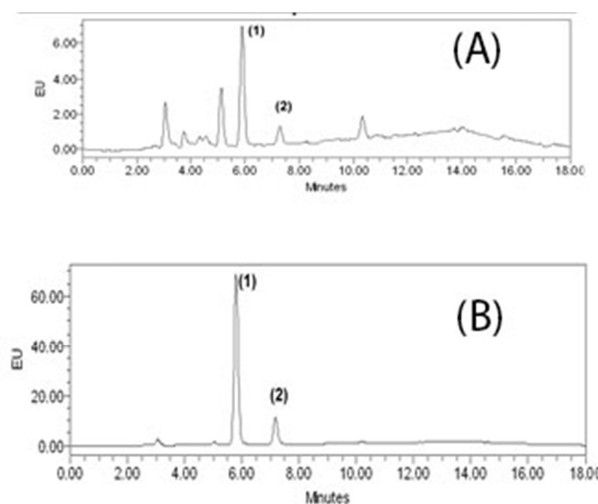


Figura 1. Cromatogramas SBSE-LC/Flu ($\lambda_{ex}=254\text{nm}$, $\lambda_{em} = 410 \text{ nm}$) dos extratos de polpa (A) maracujá doce com sementes (B) maracujá azedo com sementes. (1) Harmana, (2) Harmina.

O método apresentou boa linearidade ($R > 0.9825$) e repetibilidade (DPR $< 2,76\%$; LOD = $9,0 \text{ ngL}^{-1}$ e LOQ de $0,1 \text{ µgL}^{-1}$ para os dois alcaloides; obteve-se recuperação de [(93,05 \pm 0,77)% para harmana e (92,87 \pm 0,18)% para harmina].

Tabela 1. Resultados da quantificação de alcalóides harmônicos pelo método SBSE-LC/Flu.

	harmana μgL^{-1}	harmina μgL^{-1}
polpa de maracujá azedo		
sem sementes	(36,75 \pm 0,11)	(8,72 \pm 0,07)
com sementes	(69,80 \pm 0,08)	(14,55 \pm 0,10)
polpa de maracujá doce		
sem sementes	(14,61 \pm 0,13)	(5,82 \pm 0,08)
com sementes	(23,49 \pm 0,09)	(4,31 \pm 0,04)

Conclusões

O novo método SBSE-LC/Flu é simples e adequado para análise quantitativa de alcaloides da polpa os frutos de maracujá azedo e doce.

Agradecimentos

FAPESP (2010/05711-4), CNPq

¹ Curtis, M. D.; Shiu, K.; Butler, W. M. e Huffmann, J. C. *J. Am. Chem. Soc.* **1986**, *108*, 3335.

² Prieto, O.; Basauri, R. R.; Usobiaga, A.; Fernandez, L.A.; Etxebarria, N.; Zuloaga, O. *J. Chrom.A* 2010, 1217, 2642.