

Análises de sementes de urucum

Marta Gomes da Silva

Amostragem



Representar o lote



Partes estranhas



Umidade adequada



Análises



Carotenoides em sementes e corantes lipossolúveis e hidrossolúveis

Análise espectrofotométrica

Carotenoides totais – bixina ou sais de norbixina



Umidade, Lipídios



Geranilgeraniol

CLAE - DAD



Tocotrienóis

CLAE - FLU



Bixina , Norbixina

Corantes – lipossolúveis e hidrossolúveis

CLAE - DAD

Análises - sementes



Geranilgeraniol e Tocotrienóis

Saponificação a quente

Extração do material insaponificável com solvente orgânico

Concentração e diluição no solvente adequado para cromatografia

CLAE

Análises - óleo



Geranilgeraniol e Tocotrienóis

Diluição no solvente adequado

CLAE

Análise - Geranilgeraniol

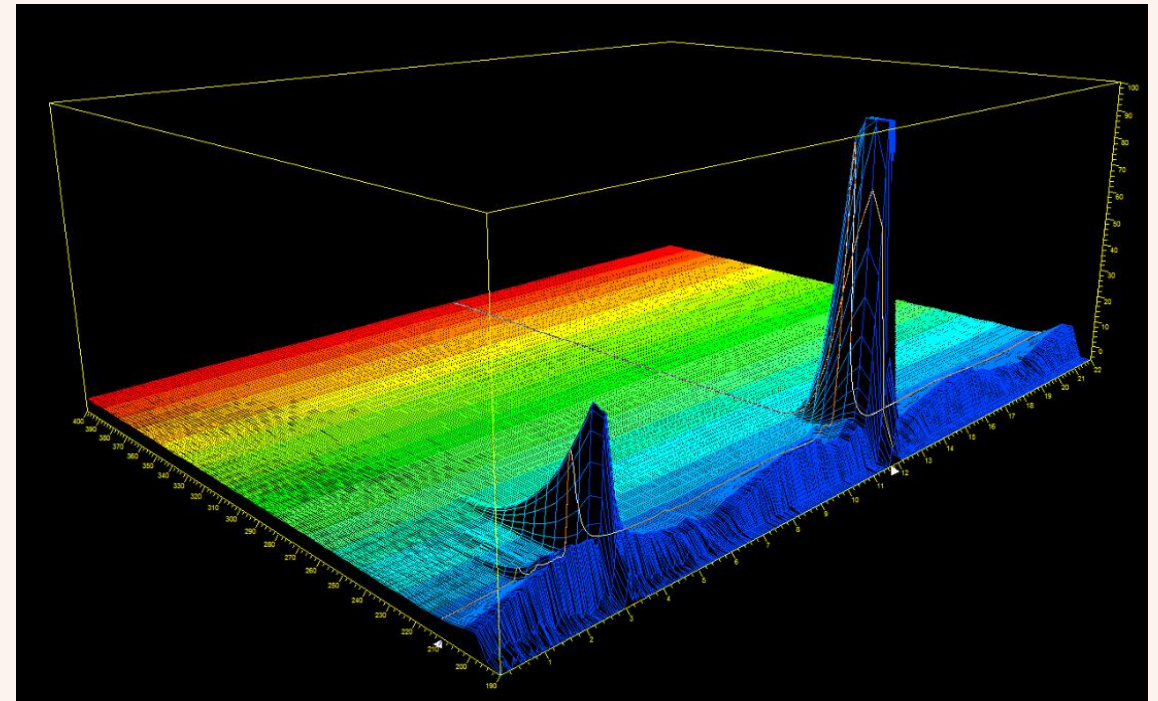
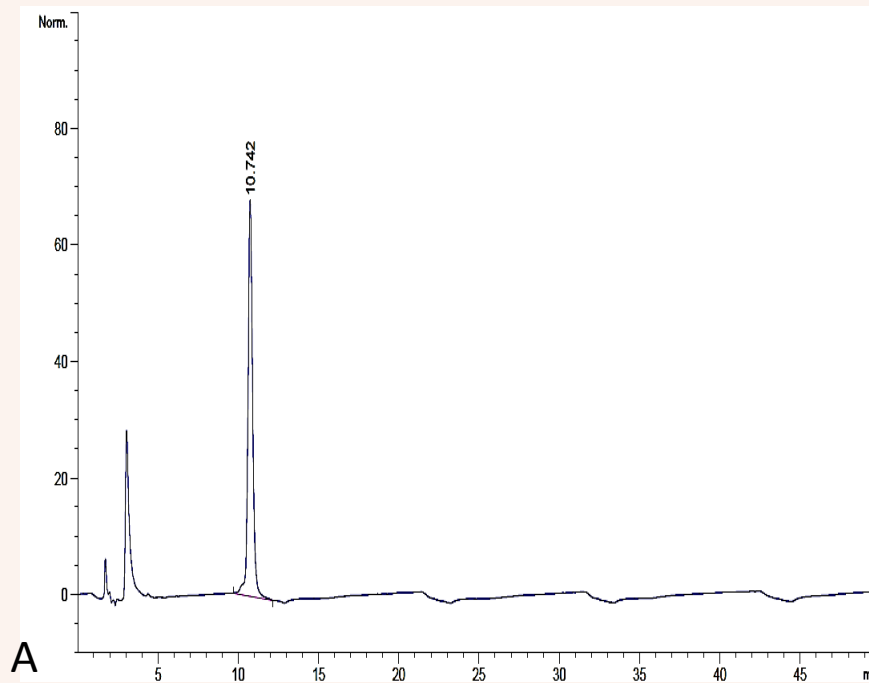


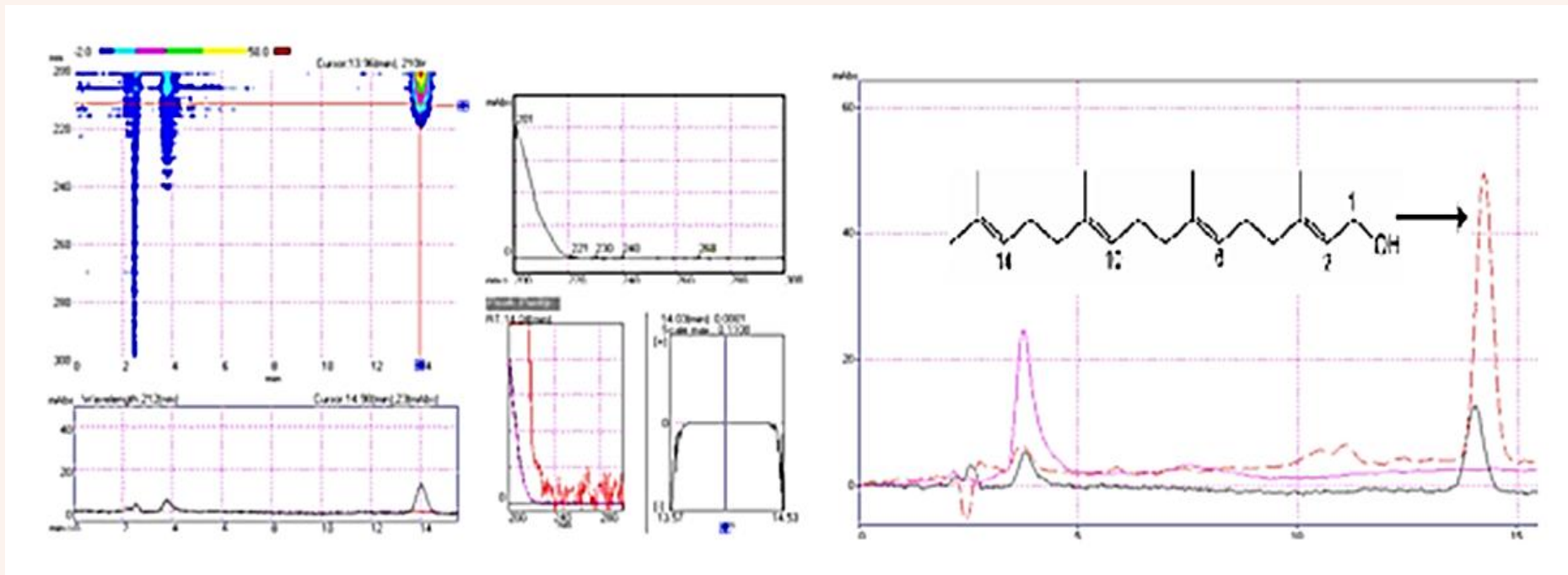
Figura A: geranylgeraniol. Cromatograma bidimensional, monitoração 210 nm.

Figura B: geranylgeraniol. Cromatograma tridimensional, monitoração 190 nm – 400 nm

Cromatógrafo marca Agilent, modelo Infinity 1260

Coluna RP-18 Lichrospher, 250 x 4 mm, 5 μ m. Fase móvel composta por metanol : acetato de amônio 50 mM (90:10, v/v), vazão de 1,0 mL min⁻¹

Análise - Geranilgeraniol



___ padrão de geranylgeraniol, ___ semente de urucum, ___ branco reagentes

Cromatógrafo marca Shimadzu, modelo Class 10, monitoração 200 nm - 300 nm
Coluna RP-18 Lichrospher, 250 x 4 mm, 5 μ m. Fase móvel composta por metanol :
acetato de amônio 50 mM (90:10, v/v), vazão de 1,0 mL min⁻¹

Análise - Geranilgeraniol

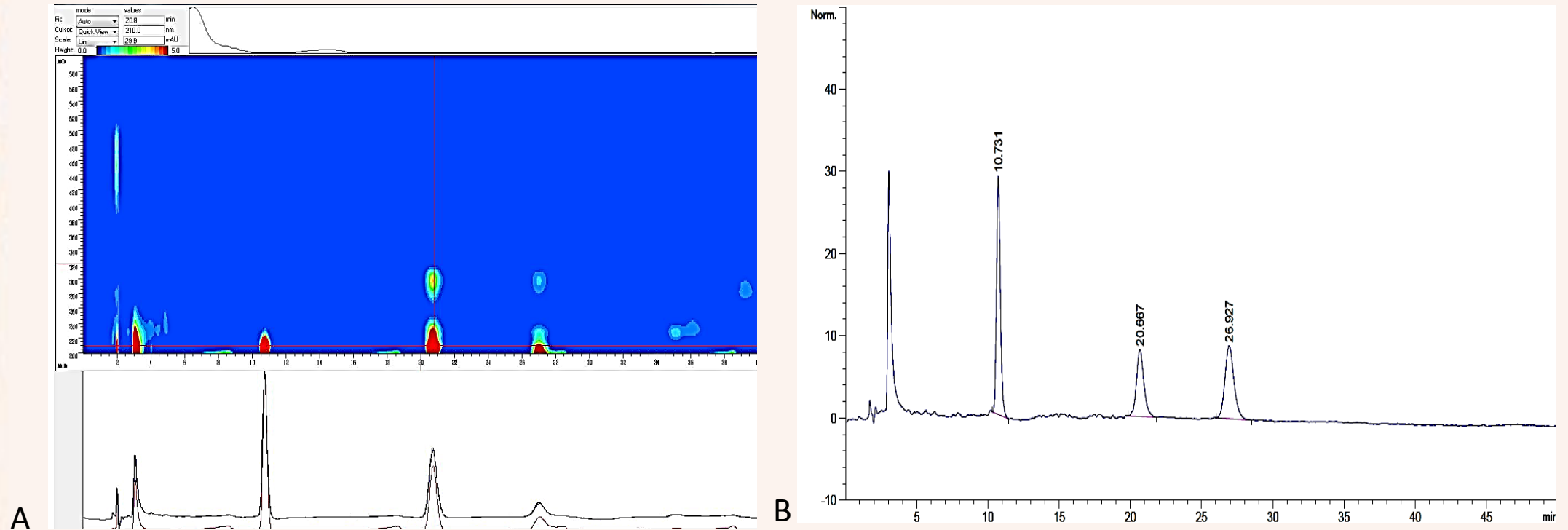


Figura A: Cromatograma planar, monitoração 200 nm – 600 nm.

Figura B: Cromatograma bidimensional, monitoração a 210 nm.
Amostra: óleo de urucum

Cromatógrafo marca Agilent, modelo Infinity 1260

Coluna RP-18 Lichrospher, 250 x 4 mm, 5 μ m. Fase móvel composta por metanol : acetato de amônio 50 mM (90:10, v/v), vazão de 1,0 mL min⁻¹

Análise - Geranilgeraniol

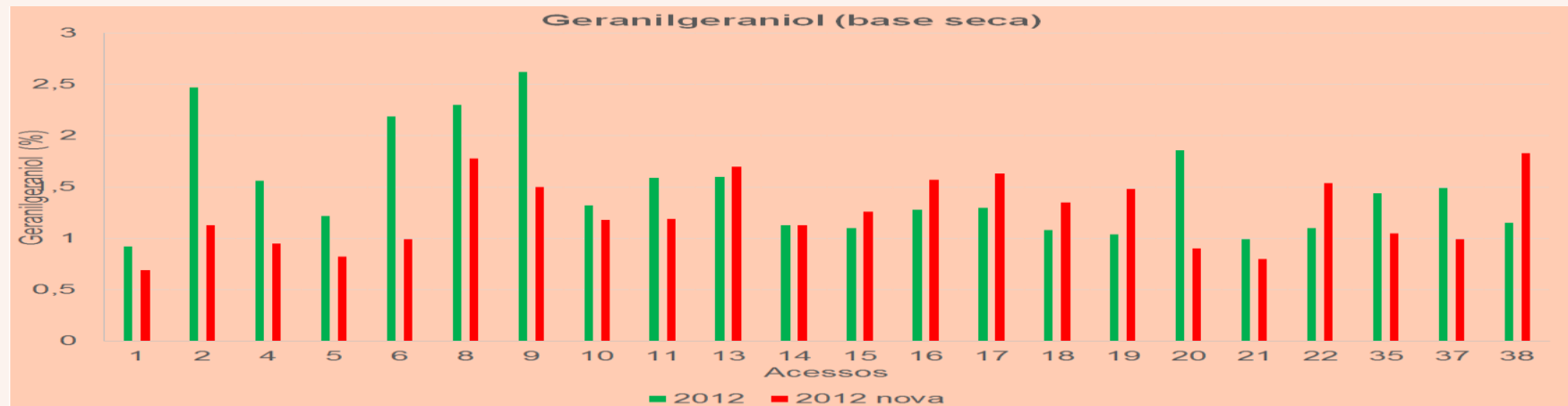
Geranilgeraniol. Banco de germoplasma do IAC – Pindorama-SP, safra 2011

Concentração de geranilgeraniol

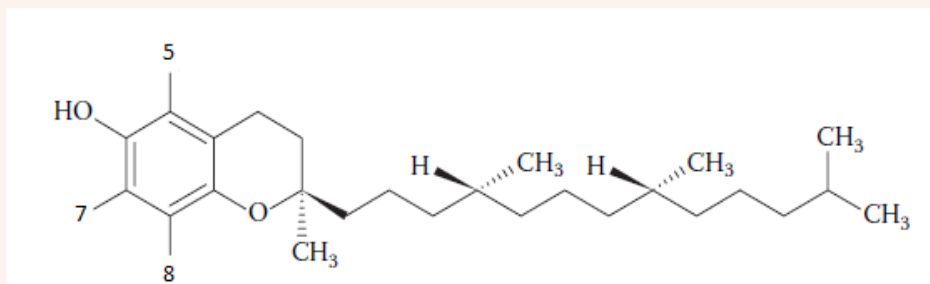
0,49 g 100g⁻¹ - 2,62 g 100g⁻¹

Óleo de urucum – produção de corante – processo alcalino

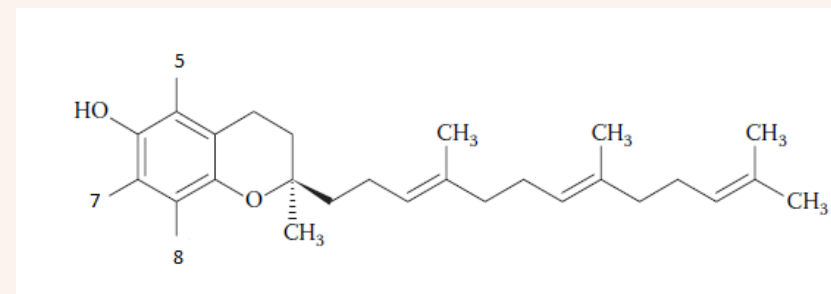
Geranilgeraniol – 29 g 100g⁻¹



Análise - Tocotrienóis



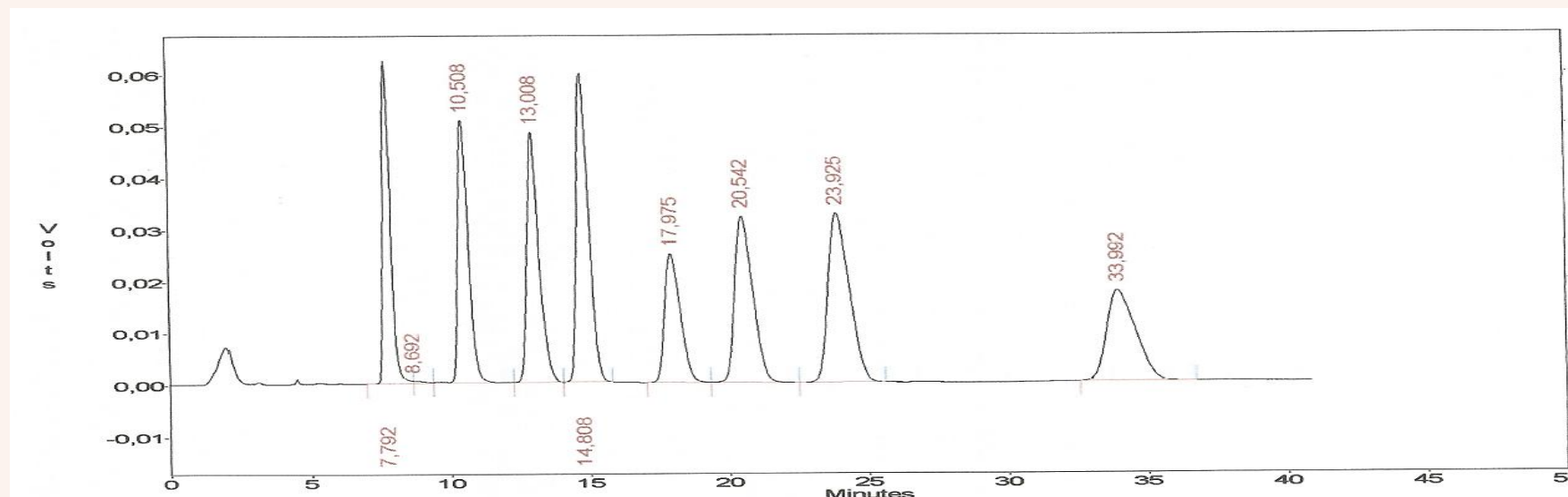
Tocoferol



Tocotrienol

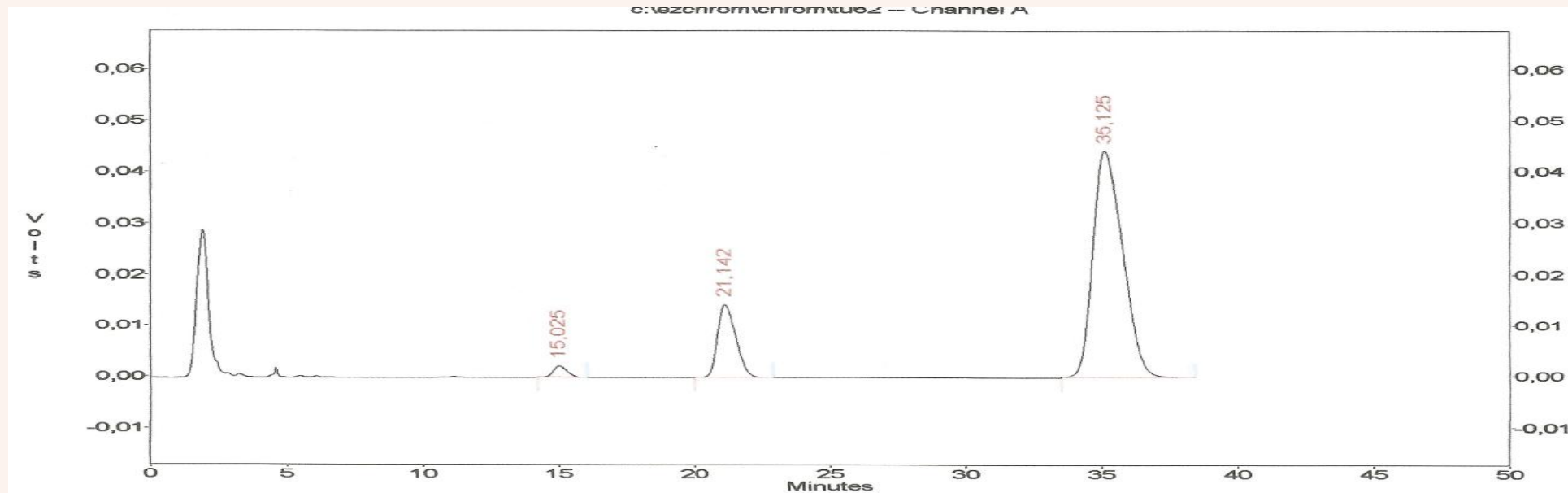
Posição grupo metil	Tocoferol / Tocotrienol
5,7,8 - trimetil	α -
5,8 - dimetil	β -
7,8 - dimetil	γ -
8 - monometil	δ -

Análise - Tocotrienóis



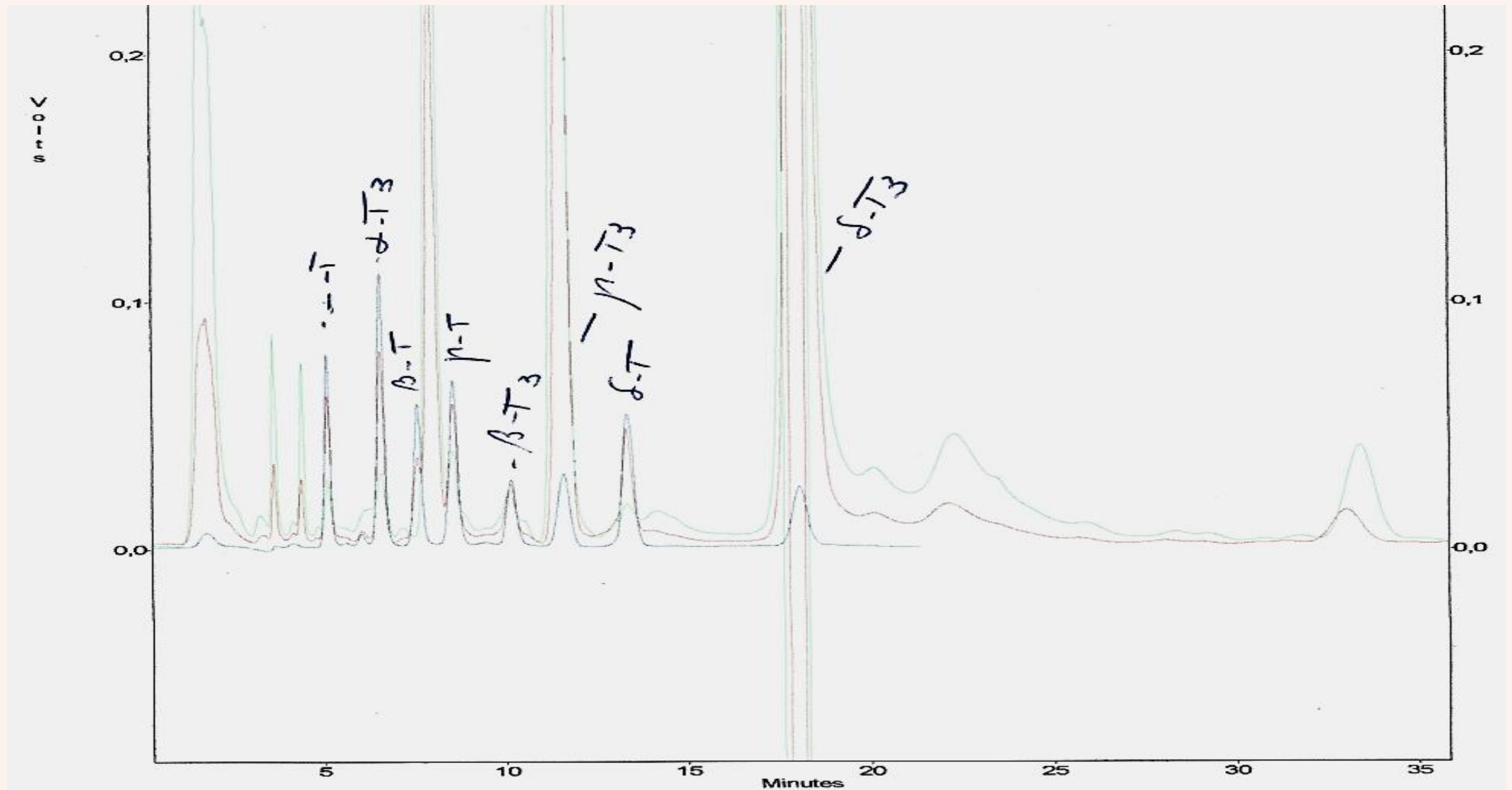
Bomba marca Lab Alliance, modelo Rad Pump II
Detector de fluorescência marca Waters, modelo 2475
Coluna Si-60 Lichrospher, 2500 x 4 mm, 5 μm . Fase móvel
composta por n-hexano : acetato de etila : ácido acético
(97,6:1,8:0,6, v/v/v), vazão de 1,5 mL min⁻¹

Análise - Tocotrienóis



Bomba marca Lab Alliance, modelo Rad Pump II
Detector de fluorescência marca Waters, modelo 2475
Coluna Si-60 Lichrospher, 2500 x 4 mm, 5 μ m. Fase móvel
composta por n-hexano : acetato de etila : ácido acético
(97,6:1,8:0,6, v/v/v), vazão de 1,5 mL min⁻¹

Análise - Tocotrienóis



Análise - Tocotrienóis

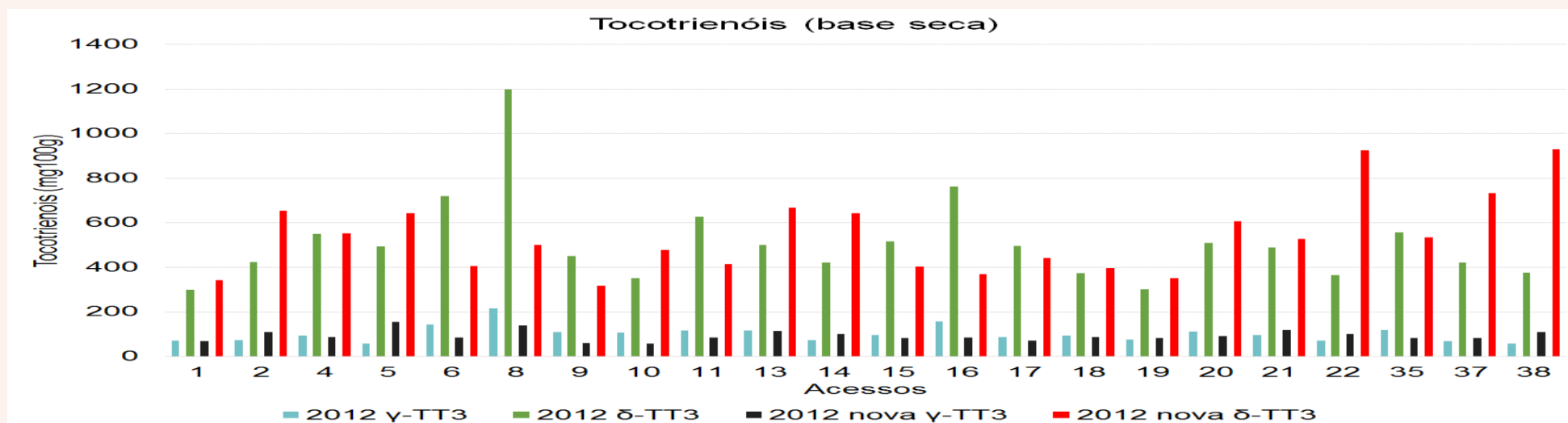
Tocotrienóis. Banco de germoplasma do IAC – Pindorama-SP, safra 2011

Concentração de tocotrienóis totais

0,25 g 100g⁻¹ - 1,41 g 100g⁻¹

Óleo de urucum – produção de corante – processo alcalino

Tocotrienóis totais – 10 g 100g⁻¹



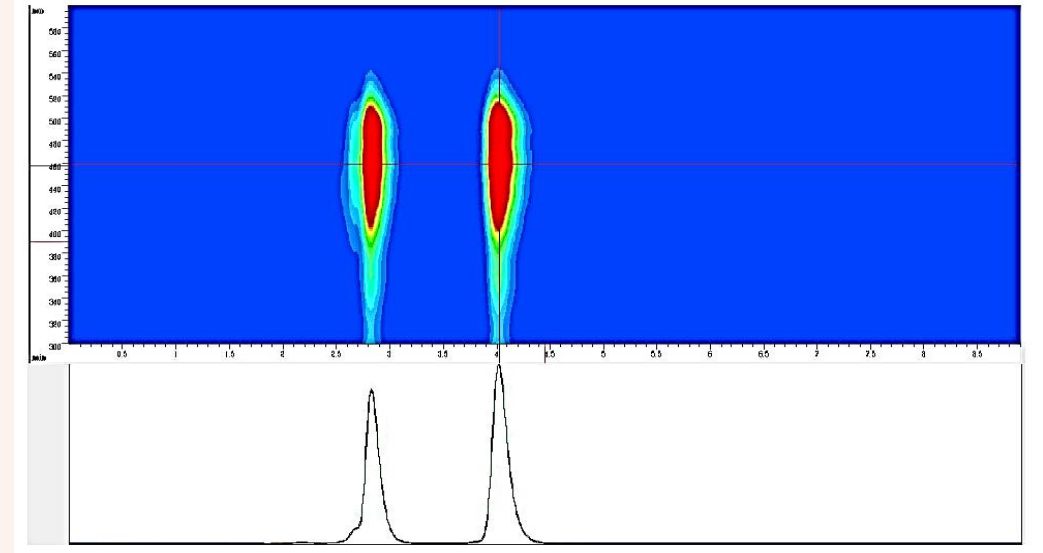
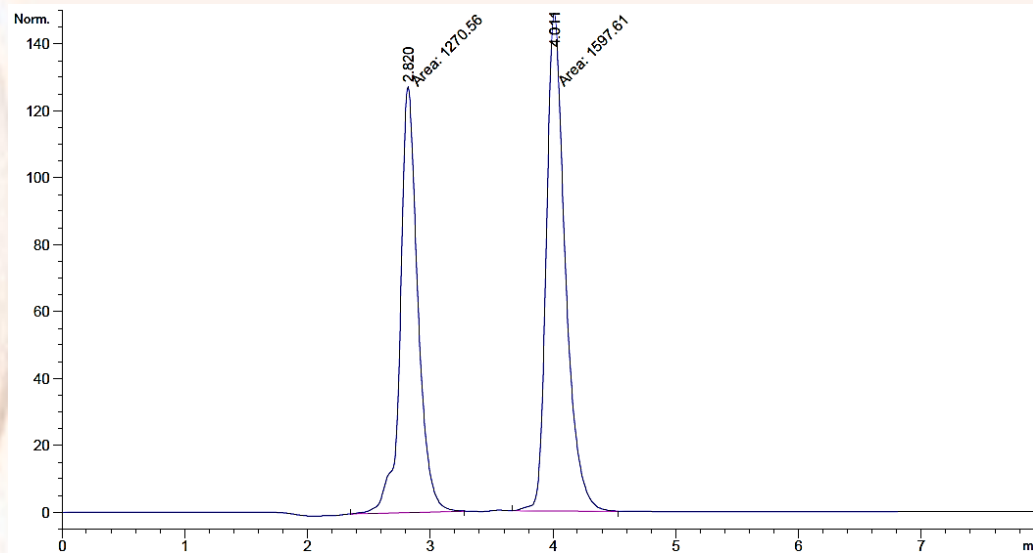
Análise – Bixina e Norbixina

Corantes – lipossolúveis e hidrossolúveis

Análise – CLAE-DAD

Solubilização em solvente adequado

Transferência para a fase móvel

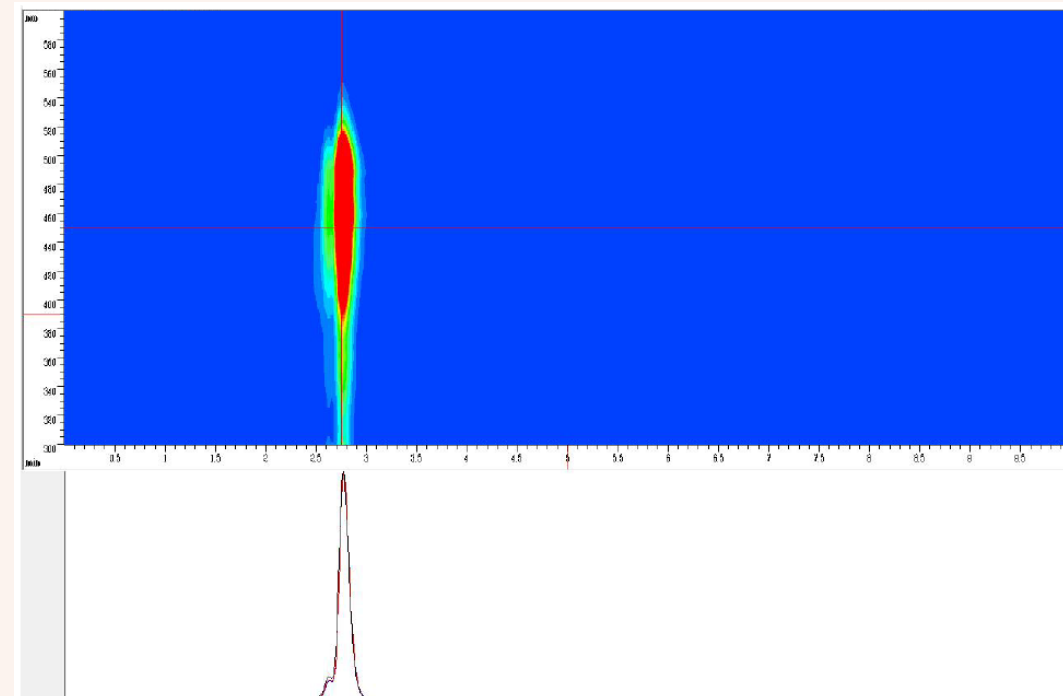
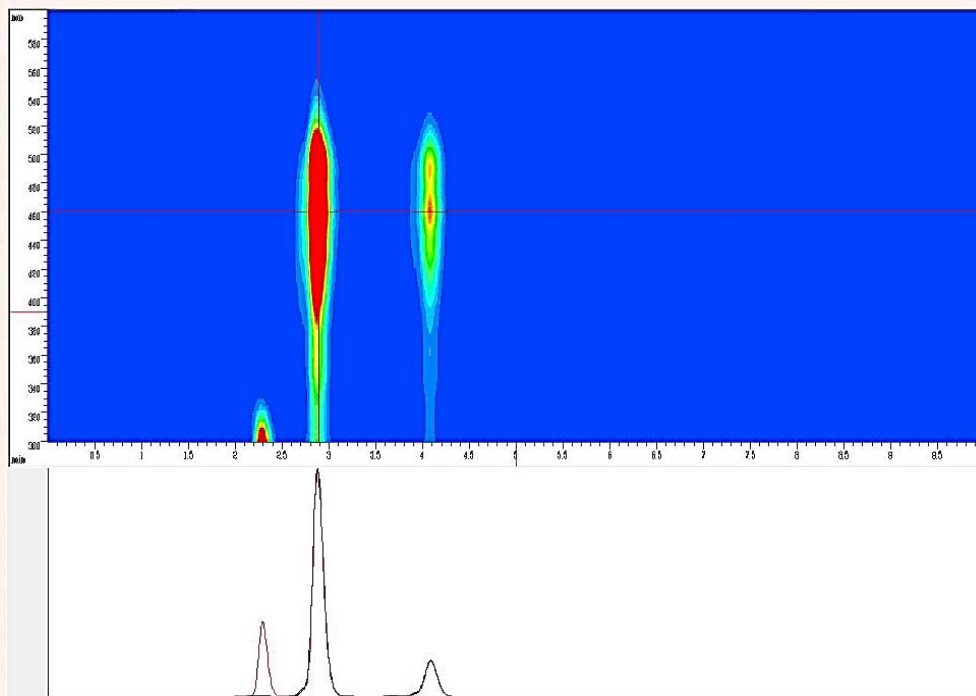


Norbixina e Bixina , monitoração 300 nm – 600 nm

Cromatógrafo marca Agilent, modelo Infinity 1260

Coluna RP-18 Lichrospher, 250 x 4 mm, 5 μ m. Fase móvel composta por acetonitrila : metanol : clorofórmio : ácido acético 6% (60:20:10:10, v/v/v/v), vazão de 1,0 mL min⁻¹

Análise – Bixina e Norbixina

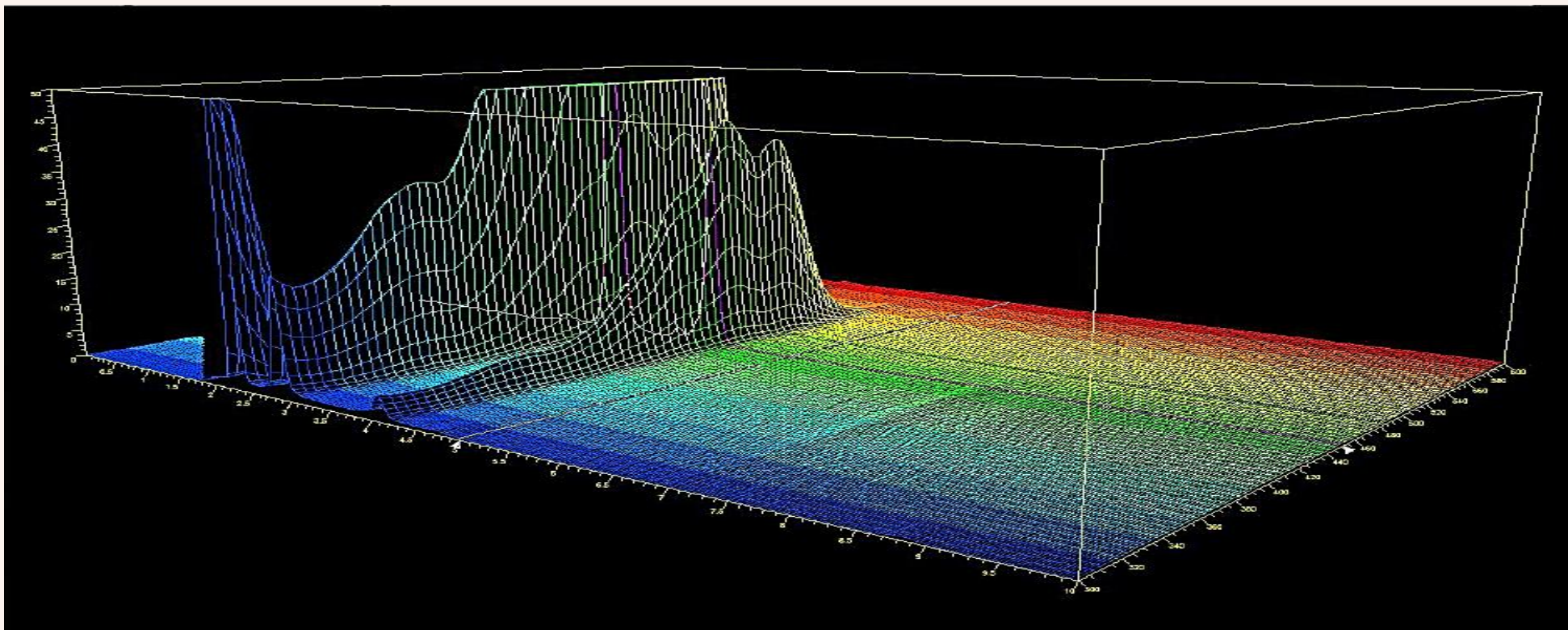


Corante hidrossolúvel , monitoração 300 nm – 600 nm

Cromatógrafo marca Agilent, modelo Infinity 1260

Coluna RP-18 Lichrospher, 250 x 4 mm, 5 μ m. Fase móvel composta por acetonitrila : metanol : clorofórmio : ácido acético 6% (60:20:10:10, v/v/v/v), vazão de 1,0 mL min⁻¹

Análise – Bixina e Norbixina



Norbixina e Bixina , monitoração 300 nm – 600 nm, cromatograma tridimensional
Cromatógrafo marca Agilent, modelo Infinity 1260
Coluna RP-18 Lichrospher, 250 x 4 mm, 5 μ m. Fase móvel composta por acetonitrila :
metanol : clorofórmio : ácido acético 6% (60:20:10:10, v/v/v/v), vazão de 1,0 mL min⁻¹

Análise – Carotenoides



Corantes hidrossolúveis e lipossolúveis
Diluição em solvente adequado
Leitura em espectrofotômetro

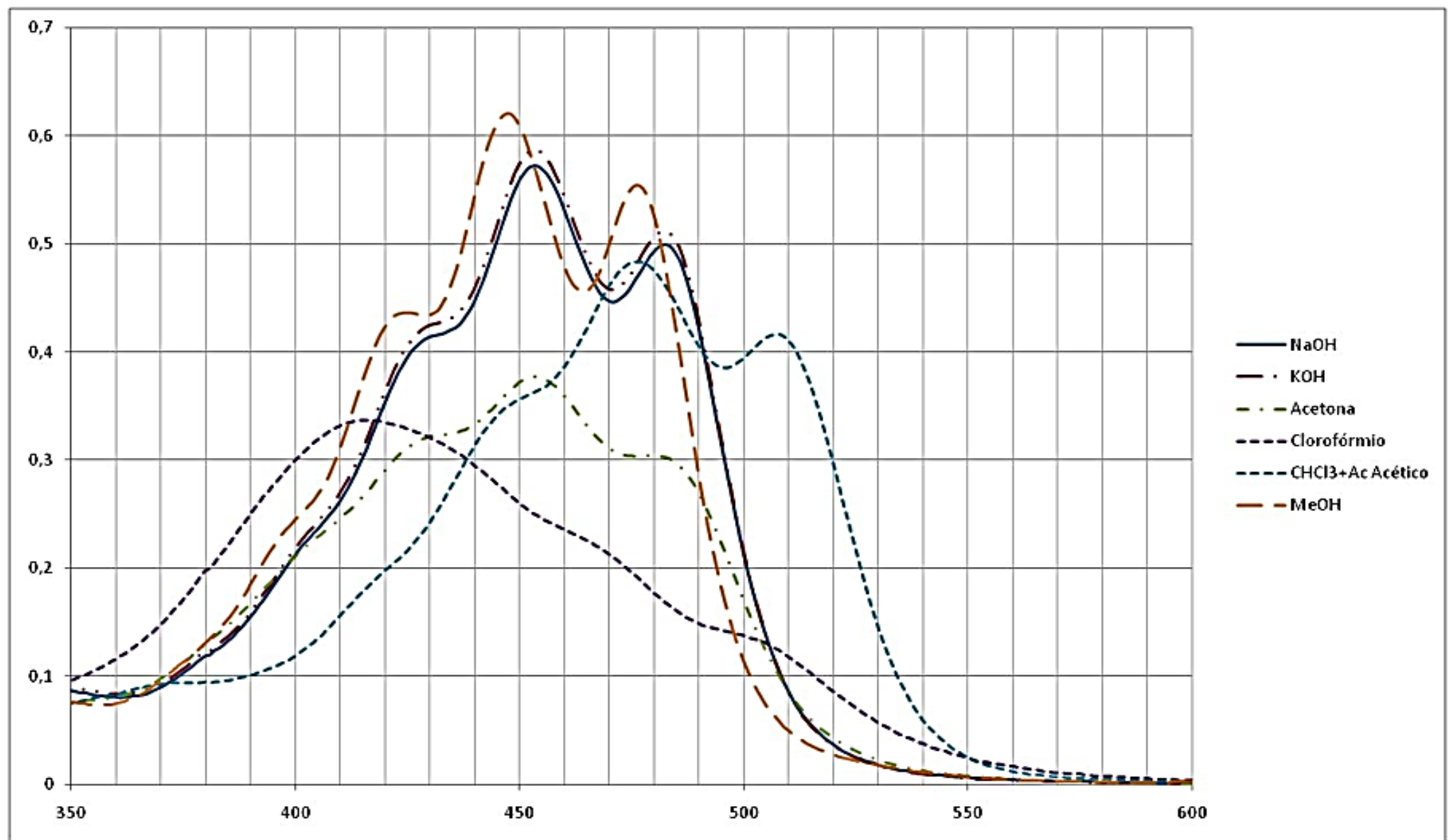


Sementes
Saponificação dos pigmentos com solução sabão (óleo de mamona e KOH)
Diluição em solução de KOH 0,5% e leitura em espectrofotômetro

Fatores que podem influenciar o resultado:

- Solvente
- Tempo de contato
- Comprimento de onda
- Coeficiente de absorção

Análise – Carotenoides



Análise – Carotenoides

Solvente	Comprimento de onda (nm)	Coefficiente de absorção ($E_{1cm}^{1\%}$)	Referência
KOH 0,1N	453	2850	Reith e Gielen, 1971; FAO/WHO,1975
		3473	FAO/WHO, 1981 – Hirata, 1989
		3208	Collins, 1990
		2870	FAO/WHO, 1992
		2818	Scotter et al, 1994
		3473	Levy e Rivadeneira, 2000
KOH 0,5%		2873±47	ITAL, 2015
KOH 0,1N	482	2550	Reith e Gielen, 1971; Smith, 1983
		2503	Scotter et al, 1994
		2870	FAO/WHO, 1996; EEC,1995; Levy e Rivadeneira, 2000
		2870	FAO/WHO, 2003, 2006
KOH 0,5%		2704±50	ITAL, 2015
NaOH 0,1N	453	2850	Reith e Gielen, 1971; Rodriguez-Amaya, 1988; Scotter at el., 1994
NaOH 0,5%		2670±46	ITAL, 2015
NaOH 0,1N	482	2550	Rodriguez-Amaya, 1988
NaOH 0,5%		2358±46	ITAL, 2015

Análise – Carotenoides

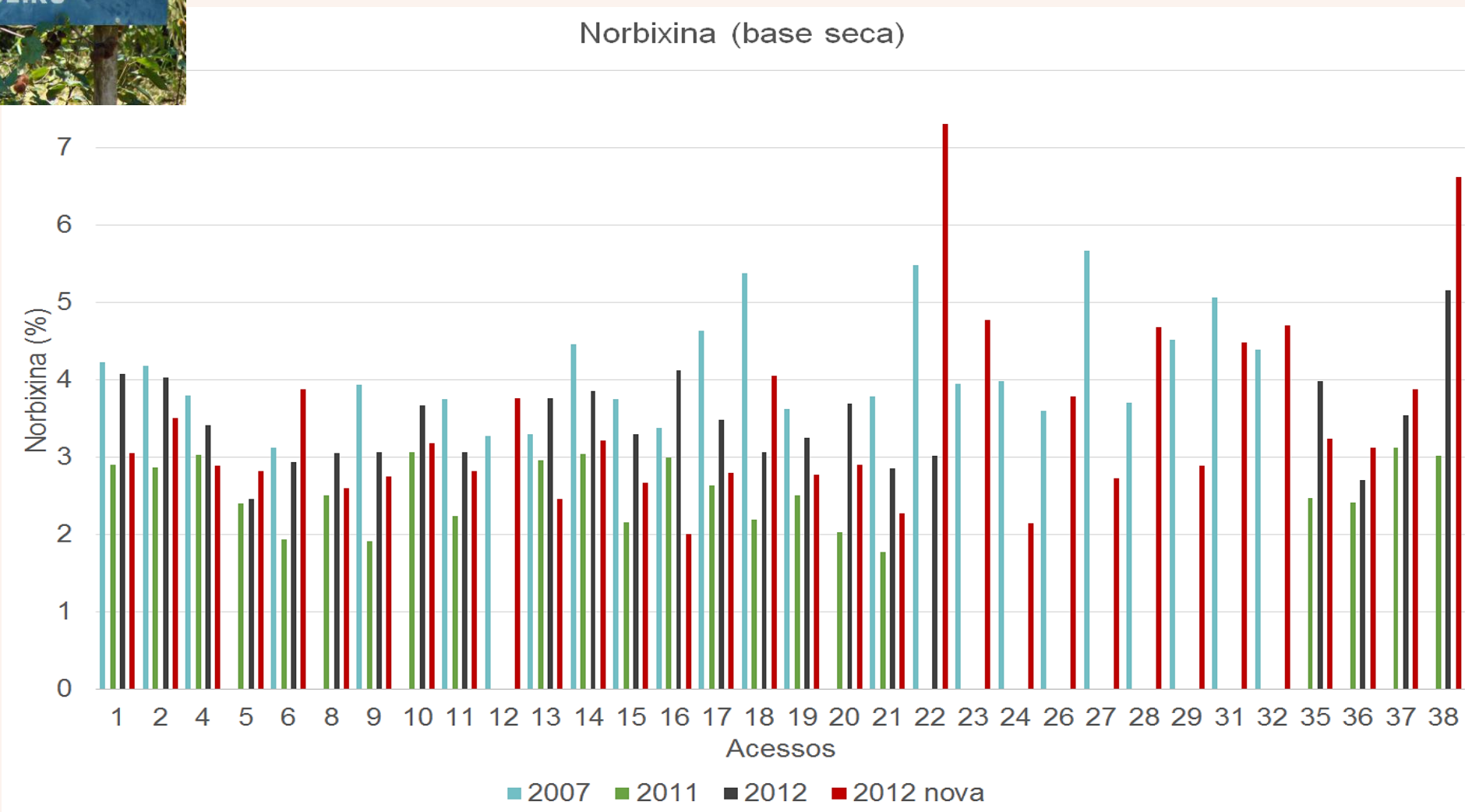
Metodologia	$E_{1cm}^{1\%}$	λ (nm)	Solução de leitura	Norbixina ¹ (g/100g)
FAO (1975)	2850	453	NaOH 0,1N	10,04
FAO (1982)	3473	453	NaOH 0,01N	8,23
FAO (2006)	2870	482	KOH 0,5%	8,92
REITH e GIELEN (1971) ²	2850	453	KOH 0,5%	10,30

¹ Sal de sódio ou potássio de norbixina; ² Valores utilizados pelos nossos laboratórios.

Diferença entre os valores obtidos com os coeficientes de absorção
FAO (2006) e Reith e Gielen (1971) $\longrightarrow$ 13%



Carotenoides – Banco de germoplasma IAC – Pindorama-SP





OBRIGADA!

Marta Gomes da Silva
martags@ital.sp.gov.br

Instituto de Tecnologia de Alimentos
Centro de Ciência e Qualidade de alimentos