

Desenvolvimento e validação de uma metodologia por HPLC para a análise de ácidos fenólicos em melancia (*Citrullus lanatus*)

Paulo Antunes^{1,*}, Ana Silveira², Fátima Peres²

¹CATAA - Associação Centro de Apoio Tecnológico Agro Alimentar, 6000-459 Castelo Branco, Portugal

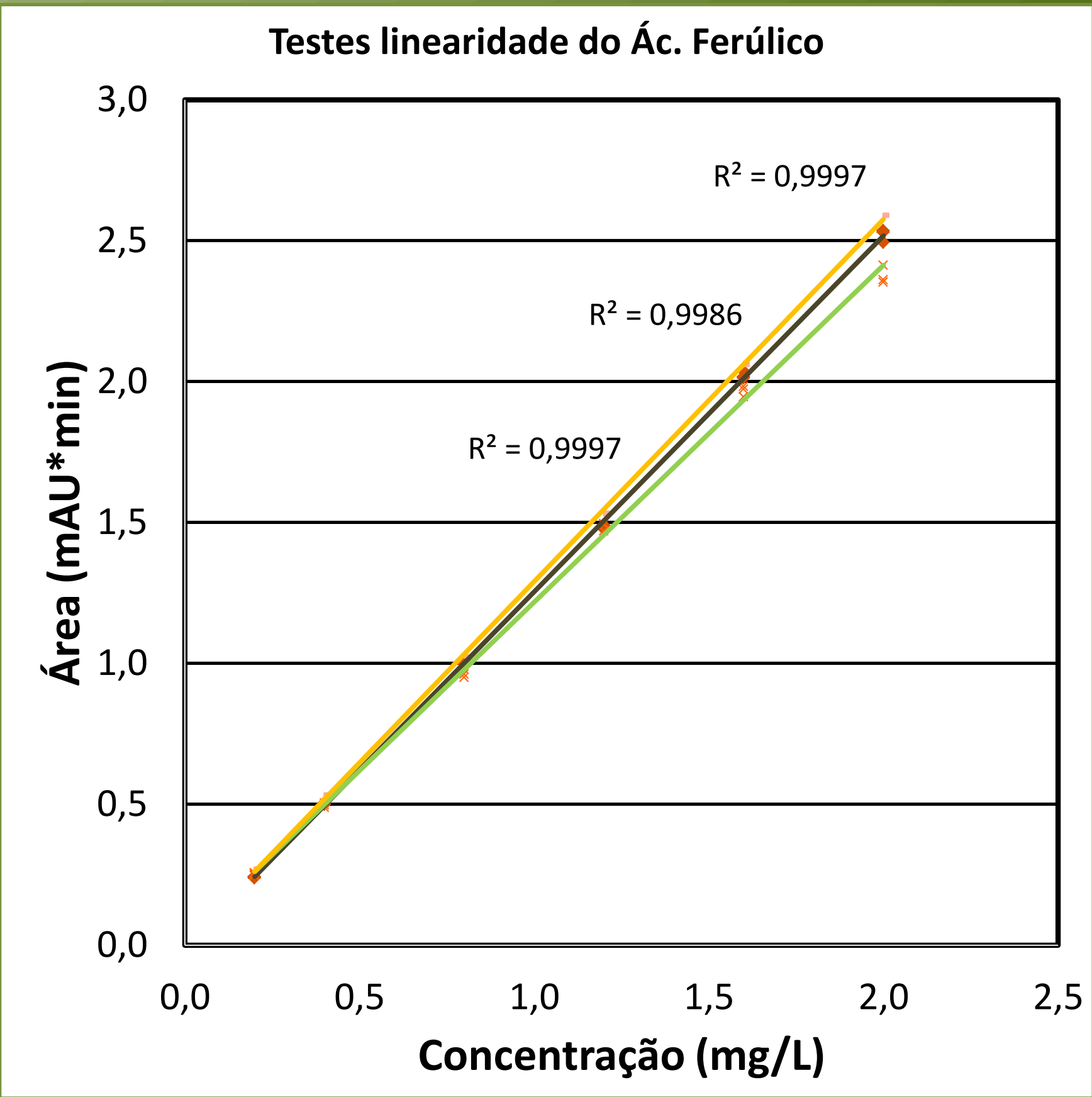
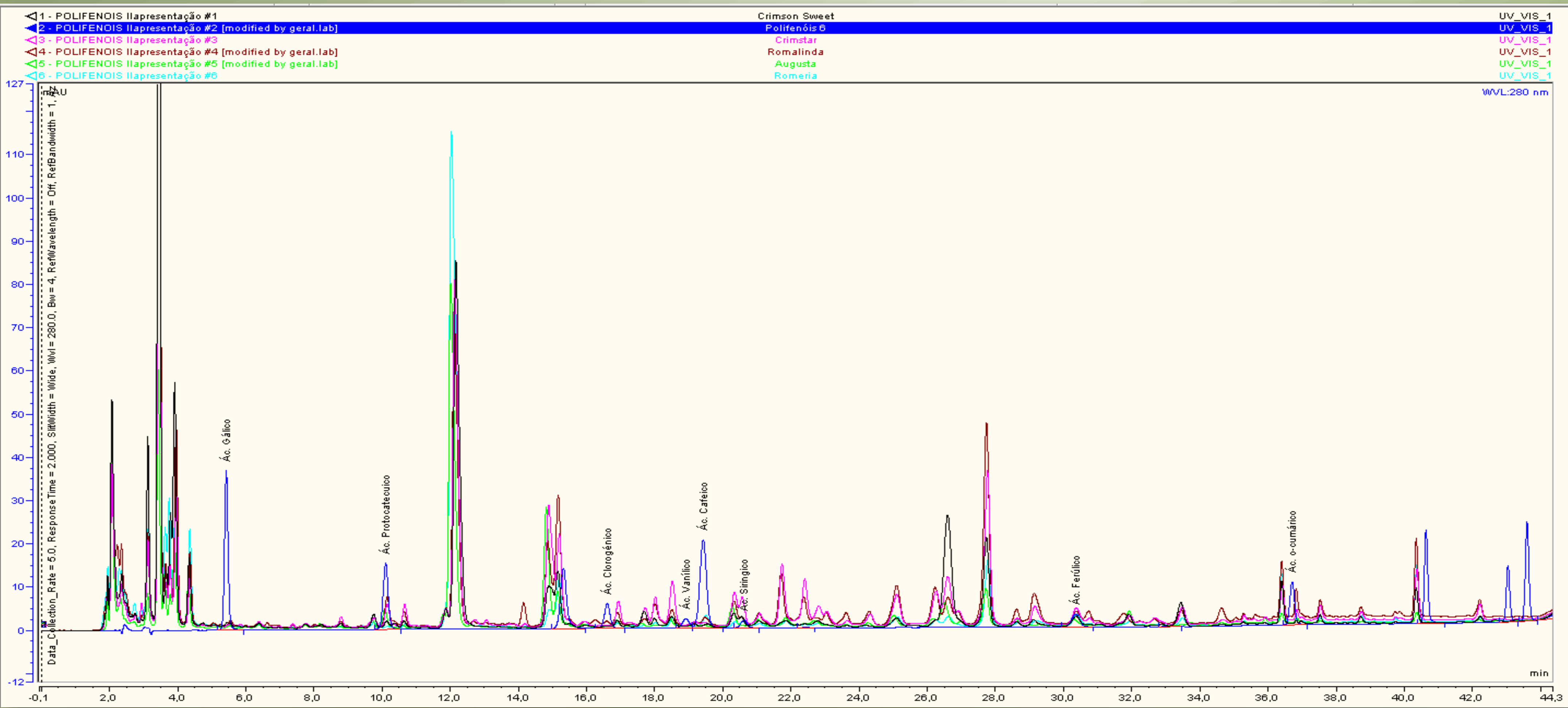
²Instituto Politécnico de Castelo Branco, Escola Superior Agrária, 6001-909 Castelo Branco, Portugal

Objetivo

Desenvolver e validar uma metodologia para a quantificação de ácidos fenólicos na melancia, utilizando HPLC.

Material e Métodos

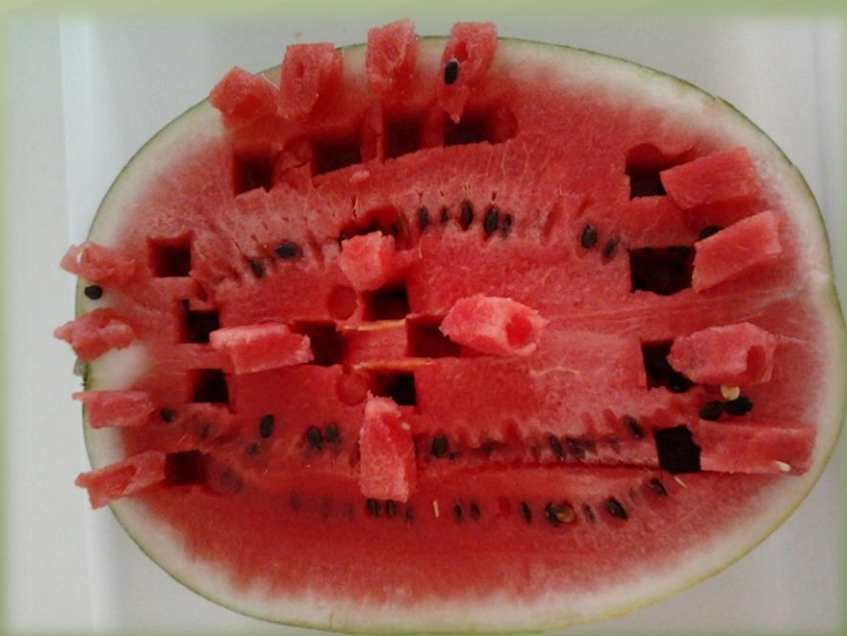
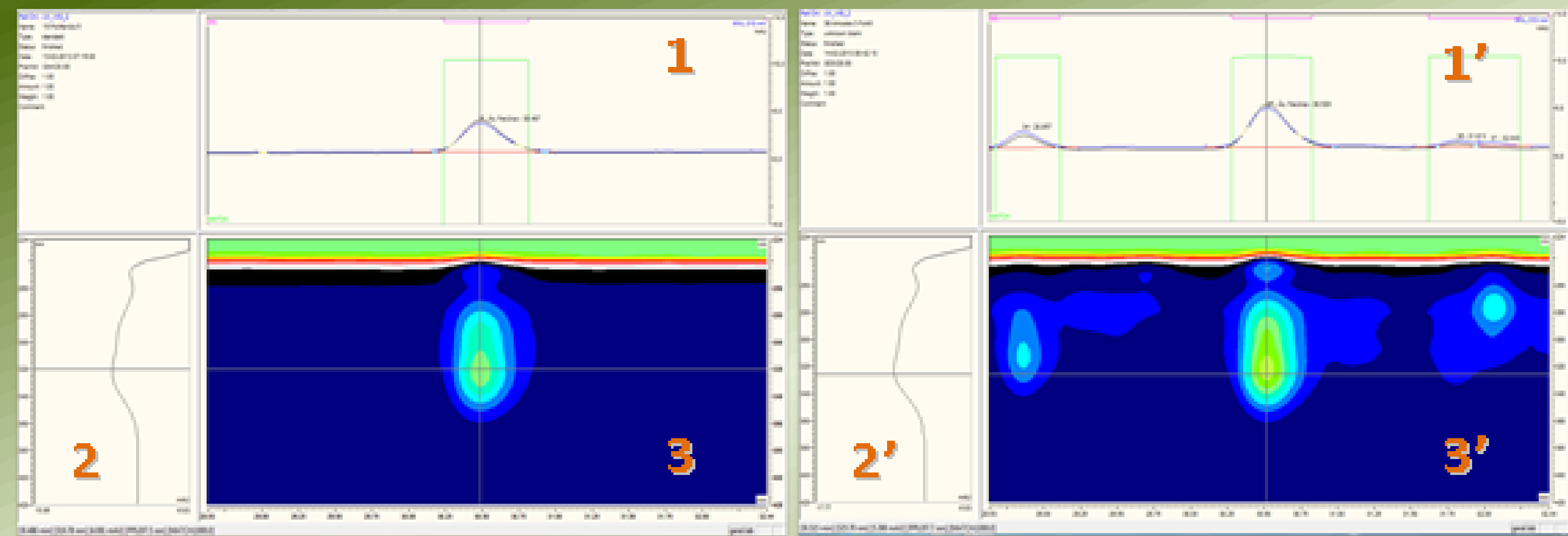
- **Cultivares de melancia:** Crimson sweet, Augusta, Crimstar, Romeria e Romalinda.
- **Padrões:** ácido gálico, ácido protocatecuico, ácido gentísico, ácido clorogénico, ácido vanílico, ácido cafeico, o ácido ferúlico e o ácido o-cumárico.
- **Sistema Cromatográfico:** HPLC Dionex Ultimate 3000, com detetor DAD e coluna Restek Pinnacle C18 (5µm x 250 mm x 4,6 mm).
- **Monitorização:** 280, 310 e 340 nm.
- **Eluição:** Gradiente de 4 a 50% de acetonitrilo em ácido fórmico a 0,1%, com um fluxo de 1,2 mL/min, durante 65 minutos.



Confirmação compostos

Padrão

Amostra



Parâmetro

Crítérios de aceitação

Verificação dos critérios

Reprodutibilidade do sistema	CV < 10%	✓
Especificidade/ Seletividade	-	✓
Linearidade/ Sensibilidade	R ² ≥ 0,99 Desvio < 10% b não ≠ 0	✓
Limite de Detecção e de Quantificação	-	✓ Diferente para cada composto.
Amplitude	-	✓ Diferente para cada composto
Exatidão - Precisão	CV < 10%	✓ Alerta: ácido ferúlico
Exatidão - Recuperação	70% < Recuperação < 120%	✓ Alerta: ácido vanílico e ferúlico.
Estabilidade	Desvio < 5%	✓ 2ª semana

Considerações Finais

- **Validação:** Conseguida para os oito ácidos fenólicos testados.
 - Reprodutível: 0,5-5,3 %
 - Específico: confirmação através de espectros dos oito compostos e resoluções > 1,25
 - Linear: para todos os compostos
 - Precisão: entre 1,5 a 11,4%
 - Recuperação: entre 98,3 a 117,3%
 - LQ: entre 0,1 a 0,8 mg/L
 - Estabilidade: Conseguida na primeira semana.
- **Identificação e Quantificação:** ácido gálico, ácido clorogénico, ácido cafeico e ácido ferúlico

Agradecimentos:

Este trabalho foi financiado no âmbito do projeto Rede de Investigação Transfronteiriça da Extremadura, Centro e Alentejo (RITECA), financiado pelo Fundo Europeu de Desenvolvimento Regional (FEDER), através do Programa Operacional de Cooperação Transfronteiriça Portugal/Espanha 2007-2013 (POCTEP). Os autores agradecem às Hortas d'Idanha, S.A. por ceder frutos analisados neste trabalho.

