



Universidade do Minho
Escola de Ciências

Análise de antioxidantes em alimentos por *LC-MS*

Analysis of antioxidants in food using LC-MS

Joana Margarida Oliveira Ribeiro

Orientadores: Professora Doutora Dulce Geraldo

Departamento de Química da Universidade do Minho

Professora Doutora Ana Paula Bettencourt

Departamento de Química da Universidade do Minho

Mestrado em Técnicas de Caracterização e Análise Química

Resumo

Os antioxidantes são compostos bastante abundantes nos alimentos podendo ser encontrados em vinhos, chás, frutos e vegetais. São compostos que apresentam uma grande importância na área da saúde, sendo reconhecido o seu papel na prevenção de diversas doenças. Deste modo tem surgido um grande interesse no desenvolvimento de métodos que permitem identificar e quantificar estes compostos nos alimentos.

Neste trabalho apresentam-se métodos para a análise de três compostos fenólicos (ácido síngico, propil galato e catequina) por cromatografia líquida acoplada a espectrometria de massa.

Numa primeira fase do trabalho optimizaram-se as condições de análise que permitem obter cromatogramas com os picos bem definidos e resolvidos. Foram traçadas rectas de calibração das áreas de pico obtidas pelo detector de massa com o método SIM (monitorização selectiva de iões) e com o método MS-MS (espectrometria de massa tandem) e ainda com o detector PDA (conjunto de fotodiodos). Os métodos desenvolvidos foram comparados relativamente a gama de trabalho, limiares analíticos e sensibilidade.

Realizou-se também a validação dos métodos desenvolvidos para a análise da catequina, tendo sido avaliado diversos parâmetros de desempenho., nomeadamente, linearidade, sensibilidade, limiares analíticos, exactidão, repetibilidade e taxas de recuperação.

Os métodos desenvolvidos foram aplicados a quantificação de catequina em diversas amostras, nomeadamente vinho branco, chá verde, sumo de frutos vermelhos e morangos, após um tratamento adequado da amostra.

Abstract

Antioxidants are very abundant in food and can be found in wines, teas, fruits and vegetables. These compounds have great importance for health, and it is recognized their role in the prevention of several

diseases. Thus a great interest in the development of methods for the identification and quantification of these compounds in food has arisen. This work presents methods for the analysis of three phenolic compounds (syringic acid, propyl gallate and catechin) by liquid chromatography-mass spectrometry.

In the first phase of the work, the analysis conditions were optimized in order to obtain chromatograms with well-defined and resolved peaks. Calibration curves were plotted from peak areas by mass detector using SIM (Single ion monitoring) and MS/MS (Mass spectrometry - mass spectrometry) methods and also with PDA (Photodiode array) detector. The developed methods were compared regarding to the linearity range, thresholds and sensitivity.

The validation of the developed methods for analysis of catechin was carried out and several performance parameters were evaluated, namely, linearity, sensitivity, analytical threshold, accuracy, repeatability and recovery rates.

The developed methods were applied to the quantification of catechin in several samples including, white wine, green tea, fruit juice and strawberries, after an appropriate sample preparation.