

Uso do planejamento experimental para a obtenção das melhores condições de extração de hidrocarbonetos policíclicos aromáticos em amostras de alimentos

Michael Rafael Dresch¹ (IC), Ana Paula Mörschbacher*¹ (IC), Bruna Pereira Segatto¹ (IC), Júlio César Eloy¹ (IC), Mônica Manfroi¹ (IC), Tatiana da Costa¹ (IC), Cláucia Volken de Souza¹ (PQ), Eniz Conceição Oliveira¹ (PQ); *mrdresch@yahoo.com.br*

¹UNIVATES – Rua Avelino Tallini, 171 – Bairro Universitário/Lajeado/RS

Palavras Chave: HPA, planejamento experimental

Introdução

Os hidrocarbonetos policíclicos aromáticos (HPAs) constituem uma família de compostos caracterizada por possuírem dois ou mais anéis aromáticos condensados¹. Os HPAs são compostos orgânicos formados principalmente em processos de combustão incompleta de matéria orgânica e encontram-se amplamente distribuídos na natureza como contaminantes de solos, ar, água e alimentos². A ingestão de certos tipos de alimentos e a exposição à poluição do ar e da água pode causar à contaminação humana por estes compostos. Neste trabalho propõe-se o desenvolvimento de metodologia para definir as melhores condições de extração destes compostos em amostras de alimentos.

Resultados e Discussão

Para determinar as melhores condições de tempo de refluxo e concentração da solução de KOH metanólico, usados na extração dos HPAs de amostras de queijo foram realizados experimentos utilizando o planejamento fatorial completo e análise de superfície de resposta com 11 experimentos. Este planejamento também foi utilizado na determinação das melhores condições de fluxo de desorção dos analitos e proporção de solventes (acetona/hexano) de eluição para a pré-concentração dos HPAs em amostras aquosas. A otimização consistiu de um planejamento fatorial 2², incluindo quatro pontos axiais e três pontos centrais, resultando no total de onze experimentos, nos quais as variáveis foram estudadas em cinco níveis.

Uma mistura padrão contendo seis HPAs (fenantreno, fluoranteno, pireno, benzo[k]fluoranteno, benzo[a]pireno, e benzo[g,h,i]perileno) na concentração de 100 mg L⁻¹ foi utilizada em todas as condições de extração avaliadas. Para a análise cromatográfica utilizou-se um cromatógrafo a gás com detector de ionização em chama (CG-DIC) e coluna capilar OV5 com 0,25 mm de diâmetro, 0,25 µm de espessura de filme e 30 m de comprimento.

Para as amostras de queijo utilizaram-se 20 g que foi mantido sob refluxo, variando-se o tempo

deste entre 40 a 300 minutos e a concentração da solução de KOH metanólico, usada na saponificação, entre 0,5 e 1,5 M.

Para as amostras aquosas utilizaram-se 2,5 g de resina Amberlyst XAD-4, em coluna de vidro, variando-se o fluxo de desorção dos analitos entre 5 e 15 mL/min e a proporção de acetona/hexano para eluição entre 20/80 e 80/20%.

O planejamento experimental e a análise dos resultados foram realizados com o auxílio do software STATISTICA versão 7.0.

Conclusões

Para as amostras de queijo, conforme as condições de tempo de reação e concentração molar da solução de KOH metanólico as recuperações dos HPAs variam de 0 a 22,76% para o fenantreno, de 0 a 15,47% para o fluoranteno, de 0 a 16,82% para o pireno, de 0 a 21,00% para o benzo[k]fluoranteno, de 0 a 19,43% para o benzo[a]pireno e de 0 a 17,09% para o benzo[g,h,i]perileno, demonstrando a importância da determinação das condições de extração dos HPAs a fim de maximizar a recuperação dos mesmos em amostras de produtos de origem animal. Conforme as condições de fluxo de desorção e a proporção acetona/hexano as recuperações dos HPAs variam de 40,63 a 84,93% para o fenantreno, de 32,56 a 87,54% para o fluoranteno, de 33,23 a 88,54% para o pireno, de 15,62 a 82,33% para o benzo[k]fluoranteno, de 15,39 a 93,23% para o benzo[a]pireno e de 12,96 a 59,21% para o benzo[g,h,i]perileno, demonstrando a importância da determinação das condições de pré-concentração dos HPAs a fim de maximizar a recuperação dos mesmos em amostras aquosas.

Agradecimentos

UNIVATES

¹Pereira, N. A. D.; Moreira, J. C.; Dias, A. E. X. O.; Ferreira, L. F. V.; Oliveira, A. S.; Barck, J. *Química Nova*, 2000, v.23, n.6, p. 765-773.

²Camargo, M. C.R.; Toledo, M. C. F., *Ciência e tecnologia de alimentos*. 2002, vol. 22 n.1, 49-53.