

## Desenvolvimento e otimização de método de extração em fase sólida (EFS) para determinação de HPAs em óleos comestíveis por CG-EM.

Renata F. C. Belo<sup>1</sup> (PQ), Carolina M. Nunes<sup>1</sup> (TC), Eleonora V. dos Santos<sup>1</sup> (PQ), Daniella V. Augusti<sup>1</sup> (PQ)\*, Rafael Pissinatti<sup>1</sup> (PQ).

\*daniella.augusti@agricultura.gov.br

1 – Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento (MAPA) – Laboratório Nacional Agropecuário (LANAGRO-MG) – Av. Rômulo Joviano, s/n, 33600-000, Pedro Leopoldo, MG

Palavras Chave: HPAs, óleos comestíveis, EFS, CG-EM.

### Introdução

Os hidrocarbonetos policíclicos aromáticos (HPAs) constituem uma grande classe de contaminantes orgânicos provenientes da queima incompleta de matéria orgânica. Devido à extensa distribuição de HPAs no ambiente e a sua natureza lipofílica, óleos e gorduras podem ser altamente contaminados por essas substâncias.

A exposição aos HPAs aumenta o risco de câncer em humanos<sup>1</sup>. A preocupação com esses efeitos dos HPAs levou o Brasil a implantar um programa de controle desses compostos.

O objetivo desse estudo foi desenvolver e otimizar um método de extração em fase sólida (EFS) para a determinação de oito HPAs (Tabela 1), considerados carcinogênicos ou potencialmente carcinogênicos<sup>1</sup>, em amostras de óleo de soja, girassol e oliva.

O método proposto foi desenvolvido com base em estudos descritos na literatura<sup>2,3</sup>. Nesse método, é realizada uma extração líquido-líquido com hexano e solução aquosa de n,n-dimetilformamida (90%, v/v), seguida de *clean-up* com cartucho de C18 (2 g). Houve a necessidade de incluir outra etapa de *clean-up* com cartucho de 2 g de sílica (10% hidratada). O extrato final foi concentrado sob fluxo de nitrogênio até quase seca.

A separação e a detecção dos HPAs foram realizadas em cromatógrafo a gás acoplado a espectrômetro de massas (CG-EM) com analisador do tipo simples quadrupolo, marca *Thermo Scientific*, modelo *Focus GC-DSQ*. As condições do equipamento utilizadas foram: coluna capilar DB5-MS (30 m x 0,25 mm x 0,25 µm), injetor em modo *splitless* a 250°C, interface a 280°C, fonte de íons a 250°C, fluxo de gás hélio a 1,0 mL/min. Programação de temperatura do forno: 50°C por 1 min; 40°C/min até 160°C; 6°C/min até 300°C por 10 min.

### Resultados e Discussão

Os parâmetros de linearidade, efeito de matriz e recuperação do método foram estudados. Pela análise de curvas de padrões dos oito HPAs, verificou-se que o modelo linear é adequado na

faixa de 0 a 4 µg/Kg, englobando o limite máximo permitido para o Benzo(a)pireno, 2 µg/Kg<sup>4</sup>. Como limite de quantificação, foi adotado o primeiro ponto da curva, 0,75 µg/Kg. O efeito de matriz foi estudado pela análise simultânea de curvas de soluções padrão e curvas das matrizes adicionadas de padrão. Pela comparação da inclinação e intersecção das curvas obtidas, confirmou-se o efeito de matriz nos óleos de soja, girassol e oliva.

As recuperações dos oito HPAs foram calculadas pela curva de calibração na matriz de óleo de oliva.

**Tabela 1.** Recuperações (%) dos 8 HPAs estudados em diferentes níveis de concentração (n = 6 por nível).

HPAs	Soja (0,75 µg/Kg)	Girassol (2 µg/Kg)	Oliva (4 µg/Kg)
Criseno	86,3	77,5	76,8
Benzo(a)antraceno	104,2	92,5	93,9
Benzo(b)fluoranteno	105,0	89,6	90,0
Benzo(k)fluoranteno	95,3	115,2	86,7
Benzo(a)pireno	76,3	93,1	88,7
Indeno(1,2,3-cd)pireno	106,9	117,1	94,5
Dibenzo(a,h)antraceno	91,0	94,5	93,1
Benzo(g,h,i)perileno	82,4	89,8	97,5

### Conclusões

O método proposto mostrou-se linear na faixa estudada (0 a 4 µg/Kg) com efeito de matriz em todos os óleos analisados. As recuperações dos compostos estudados situaram-se dentro da faixa aceitável de 50 a 120%, assim como o limite de quantificação (LQ < 0,9 µg/Kg) de acordo com a legislação europeia<sup>5</sup>. O método será validado com o objetivo de ser aplicado em análises de amostras do Plano Nacional de Controle de Resíduos e Contaminantes (PNCRC) do MAPA.

### Agradecimentos

MAPA, CNPq.

<sup>1</sup> IARC. IARC Scientific Publications no 148. Lyon: International Agency for Research on Cancer. World Health Organization, p. 505, 1999.

<sup>2</sup> Mandalakis, M.; Zebhör, Y.; Gustafsson, Ö. *Journal of Chromatography A*, v. 1041, p. 111-117, 2004.

<sup>3</sup> Barranco, A.; Alonso-Salces, R. M.; Bakkali, A.; Berrueta, L. A.; Gallo, B.; Vicente, F.; Sarobe, M. *Journal of Chromatography A*, v. 988, i. 1, p. 33-40, 2003.

<sup>4</sup> União Europeia. *Jornal Oficial da União Europeia*, Bruxelas, 19 dez. 2006. L 364, p. 5-24.

<sup>5</sup> União Europeia. *Jornal Oficial da União Europeia*, Bruxelas, 29 mar. 2007. L 88, p. 29-38.