

Validação de metodologia utilizando QuEChERS e HPLC-FLD para análise de hidrocarbonetos policíclicos aromáticos em infusão de chá

Silvia A. V. Tfouni^{1*}, Raquel M. Reis², Fernanda M. L. Gomes¹, Marcelo A. Morgano¹, Regina P. Z. Furlani¹

¹ Instituto de Tecnologia de Alimentos (PQ) *tfouni@ital.sp.gov.br

² Universidade Estadual de Campinas (IC)

Palavras Chave: HPA, chá, validação, QuEChERS

Introdução

Os hidrocarbonetos policíclicos aromáticos (HPAs) são importantes contaminantes ambientais e alguns deles são considerados carcinogênicos e genotóxicos. Os HPAs podem ser formados durante o processamento de alimentos em processos envolvendo altas temperaturas, como torrefação, defumação e secagem. A presença desses compostos em chás tem sido relatada na literatura, sendo os principais responsáveis a poluição ambiental e a secagem direta das folhas.

O método QuEChERS¹ de preparo de amostras foi desenvolvido inicialmente para análise de pesticidas e tem sido testado e utilizado para extração e análise de diferentes compostos em alimentos.

O objetivo do presente trabalho foi validar uma metodologia analítica de acordo com as orientações do INMETRO² utilizando QuEChERS e HPLC-FLD para determinação, em infusão de chá, dos 4 compostos indicados pela EFSA como marcadores da presença de HPAs em alimentos (benzo[a]antraceno, criseno, benzo[b]fluoranteno, benzo[a]pireno)³. Para a validação foi utilizada uma amostra branco de infusão de chá verde. A extração foi feita com acetato de etila e o *cleanup* com os sorventes PSA (amina primária-secundária) e sílica.

Resultados e Discussão

Os resultados apresentados nas tabelas 1 e 2 mostram que a metodologia atende aos critérios de desempenho propostos pela União Europeia⁴ para análise de BaP em alimentos, onde é estabelecido que os limites de detecção (LOD) e quantificação (LOQ) sejam menores que 0,3 e 0,9 µg/kg, respectivamente, e que a recuperação fique na faixa de 50 a 120%.

A precisão intermediária (n=10) determinada em dias diferentes variou de 4% (benzo[b]fluoranteno) a 7% (criseno).

Tabela 1. Resultados de exatidão e precisão (repetitividade) para a metodologia de análise de HPAs em infusão de chá

	Recuperação média (CV) (%) (n=5)			
	Nível 1 (0,1 µg/L)	Nível 2 (0,3 µg/L)	Nível 3 (1,0 µg/L)	Nível 4 (5,0 µg/L)
BaA	93 (12)	88 (2)	95 (3)	97 (2)
Chr	54 (20)	90 (9)	93 (9)	97 (1)
BbF	78 (10)	96 (7)	99 (3)	98 (4)
BaP	90 (5)	86 (2)	92 (1)	97 (3)

CV: coeficiente de variação, BaA: benzo[a]antraceno, Chr: criseno, BbF: benzo[b]fluoranteno, BaP: benzo[a]pireno

Tabela 2. Faixa linear, coeficiente de correlação linear (r), LOD e LOQ para a metodologia de análise de HPAs em infusão de chá

HPA	Faixa linear (ng/mL)	r	LOD (µg/L)	LOQ (µg/L)
BaA	0,10 – 25,0	0,9998	0,04	0,1
Chy	0,10 – 25,0	0,9997	0,05	0,1
BbF	0,10 – 25,0	0,9999	0,04	0,1
BaP	0,10 – 25,0	0,9998	0,03	0,1

BaA: benzo[a]antraceno, Chr: criseno, BbF: benzo[b]fluoranteno, BaP: benzo[a]pireno

Conclusões

A utilização do método QuEChERS para preparo da amostras com detecção por HPLC-FLD se mostrou adequada para a determinação dos quatro compostos em infusão de chá.

Agradecimentos

À Fapesp pelo auxílio financeiro (Processo 2012/19142-7) e ao CNPq pela bolsa de iniciação científica (PIBIC/CNPq).

¹ Anastassiades, M.; Lehotay, S. J.; Stajnbaher, D.; Schenck, F. J. J. *AOAC Int.* **2003**, *86*, 412.

² INMETRO. DOQ-CGCRE-008. Julho, 2011

³ EFSA. *The EFSA Journal.* **2008**, *724*, 1.

⁴ CEC. *Commission Regulation (EC) No 333/2007 of 28 March 2007.* Official Journal of European Union, 29.03.2007.