



Emprego de DES como fase extratora na técnica de extração líquido-líquido de membrana microporosa de fibra oca (HF-MMLLE) para determinação de HPAs em amostras de chá

Natália Zardo^a (IC), Amanda Vitória Santos^a (PG), Camila Will^b (PG), Eduardo Carasek da Rocha^a (PQ)*

eduardo.carasek@ufsc.br

^aDepartamento de Química – Universidade Federal de Santa Catarina (UFSC) – Florianópolis, SC.

^bInstituto de Química de São Carlos – Universidade de São Paulo (USP) – São Carlos, SP.

Palavras Chave: Preparo de amostras, HPAs, DES, 96 poços de amostragem, HF-MMLLE, Química Analítica Verde.

Introdução

Os hidrocarbonetos policíclicos aromáticos (HPAs) são poluentes orgânicos prioritários, além de potenciais agentes mutagênicos e carcinogênicos. A ingestão de alimentos contaminados com HPAs é a principal via de exposição humana, sendo esta contribuição dietética amplamente relatada em bebidas como chás. Este estudo propõe o uso de solventes eutéticos profundos (DES) como fase extratora da HF-MMLLE, visando reduzir toxicidade e impacto ambiental do processo de preparo de amostras, associado a um sistema de 96 poços de amostragem, para determinação simultânea de 13 HPAs (NPH, FLR, PHE, ANT, FA, PY, CHR, BaA, BbFA, BaP, DBaH, BghiP e IP) em amostras de chá.

Resultados e discussão

Os parâmetros da HF-MMLLE foram otimizados por abordagens uni e multivariadas, e através de ANOVA de dois fatores RM e Tukey. Para a seleção do solvente extrator (DES), foram testadas 8 combinações binárias, e timol:cânfora (1:1) foi selecionado como condição otimizada. O solvente de dessorção foi selecionado a partir da superfície de resposta obtida através de um planejamento simplex-centróide, onde foram avaliados MeOH, ACN e AcEt; MeOH foi selecionado como condição otimizada. A condição otimizada para os tempos de dessorção e extração foram compostas por 45 minutos de extração e 30 minutos de dessorção. Os parâmetros analíticos de mérito foram determinados, com LOQs e LODs de 10 e 3,03 $\mu\text{g L}^{-1}$, respectivamente, para os 13 analitos, e coeficientes de determinação superiores a 0,9908. A faixa de trabalho variou de 10 a 500 $\mu\text{g L}^{-1}$. A precisão intradia e interdia variou de 1,55 a 17,72% (n=3) e 9,85 a 22,63% (n=9), respectivamente, enquanto a exatidão foi verificada por ensaios de recuperação, que variaram de 84,6 a 120,3%, estando em conformidade com as diretrizes da AOAC.

A metodologia foi então aplicada em 7 amostras. A infusão de chá de hortelã apresentou 6x mais concentração de HPAs que do chá de hortelã *in natura*.

O chá mate industrializado apresentou cerca de 3x a concentração de HPAs da infusão de chá mate. Enquanto chá de camomila é a 2º menor contaminação entre as amostras avaliadas, e chá verde e chá preto apresentaram uma presença pronunciada de HPAs. O BaP, HPA comprovadamente cancerígeno foi encontrado apenas na infusão de chá preto.



Figura 1. Metodologia HF-MMLLE proposta.

Analitos	Concentração dos analitos nas amostras de chá avaliadas ($\mu\text{g L}^{-1}$ e s)					
	Mate (industrializado)	Hortelã domiciliar (infusão)	Mate (infusão comercial)	Hortelã (infusão comercial)	Preto	Verde
NPH	*	*	51,3 ($\pm 3,2$)	55,0 ($\pm 7,4$)	*	12,5 ($\pm 2,6$)
PHE	*	*	10,4 ($\pm 1,3$)	*	*	10,7 ($\pm 0,5$)
ANT	12,1 ($\pm 5,4$)	15,5 ($\pm 9,5$)	*	*	12,9 ($\pm 6,0$)	16,7 ($\pm 2,4$)
CHR e BaA	32,5 ($\pm 1,2$)	*	26,2 ($\pm 3,3$)	*	29,7 ($\pm 0,9$)	*
BaP	*	*	*	54,0 ($\pm 14,1$)	*	*
DBaH	*	*	*	39,4 ($\pm 12,0$)	*	*
BghiP	116,4 ($\pm 12,0$)	*	*	171,6 ($\pm 6,1$)	124,8 ($\pm 2,8$)	*

* não quantificado

Figura 2. Aplicação da metodologia em amostras de chá.

Conclusões

A metodologia foi otimizada e validada com sucesso. A configuração proposta oferece um aumento significativo na frequência analítica (0,88 min/amostra), além de vantagens ambientais (microextração e uso dos DES), tornando o método simples e ambientalmente amigável.

Agradecimentos

A Universidade Federal de Santa Catarina pela estrutura, e aos órgãos de fomento CNPq e CAPES.

Referências e notas

- (1) INCA. Ambiente, Trabalho e Câncer: aspectos epidemiológicos, toxicológicos e regulatórios. **2021**.
- (2) ATSDR. Case Studies in Environmental Medicine: PAHs. **2023**.
- (3) IARC. Drinking Coffee, Mate, and Very Hot Beverages. In: IARC Monographs on the Evaluation of Carcinogenic Risks to Humans. **2018**.