

OTIMIZAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODO PARA A DETERMINAÇÃO DE HPAS EM RAPADURA

Silva FS¹, Cristale J¹, Marchi MRR¹, Ribeiro ML².

Departamento de Química Analítica, Instituto de Química, Unesp, Araraquara, SP¹;
Centro Universitário de Araraquara (UNIARA)²; e-mail: mssqam@iq.unesp.br

Introdução: A rapadura é um alimento obtido pela concentração do caldo da cana-de-açúcar (*Saccharum officinarum*). Este alimento faz parte do Programa Nacional de Alimentação Escolar (PNAE), e seu consumo no Brasil é estimado de 180.000 toneladas por ano. Durante a produção da rapadura alguns contaminantes perigosos podem se inserir neste alimento, como, por exemplo os hidrocarbonetos policíclicos aromáticos (HPAs), que são uma grande classe de compostos contendo dois ou mais anéis aromáticos, constituídos somente por átomos de H e C. O monitoramento destes compostos é de grande importância, uma vez que alguns deles são considerados carcinogênicos, mutagênicos e alteradores endócrinos. **Objetivos:** Otimizar e validar método simples e rápido para a análise de 16 HPAs, considerados como prioritários pela USEPA (*U.S. Environmental Protection Agency*), utilizando-se cromatografia líquida de alta eficiência com detecção por fluorescência (CLAE-DFI) em amostras de rapadura obtidas em diferentes regiões do Brasil. **Experimental:** Os parâmetros cromatográficos otimizados foram: gradiente acetonitrila (ACN) 60% em água, aumento até 100% de ACN em 20 min., permanecendo por 15 min. nesta condição; vazão da fase móvel: 1,5 mL min⁻¹. O método consistiu em extrair 10 gramas de amostra com 3 vezes de 33 mL de n-hexano, em banho de ultrassom, evaporação até a secura e redissolução em ACN e análise por CLAE-DFI. **Resultados e discussão:** A separação cromatográfica entre os HPAs foi excelente (resolução >1,5), a exatidão e a precisão para os HPAs investigados foi satisfatória (recuperação entre 78-94%, CV < 11%), com exceção do benzo[a]pireno (recuperação = 57% e CV=18%), para três níveis de concentração entre 0,05 e 9,4 µg kg⁻¹. Os HPAs foram quantificados em 80% (n=21) das amostras em concentrações que estiveram entre 0,07 e 4,03 µg kg⁻¹. Para benzo[a]pireno a concentração média (n=7) nas amostras foi de 0,6 µg kg⁻¹. **Conclusões:** Foi proposto um método para determinação de HPAs em rapadura, sendo avaliados parâmetros de mérito analítico como: sensibilidade, seletividade, linearidade, precisão e exatidão. O método apresentou-se com baixa exatidão apenas para o benzo[a]pireno (57%), porém com precisão adequada para os 16 HPAs investigados (CV < 18%), sendo aplicado a amostras comerciais (n=21) que apresentaram grande variabilidade nas concentrações dos HPAs.