

**Autor correspondente:**

Débora Renata Cassoli de Souza  
D. C. Souza Souza  
Empresa Brasileira de Pesquisa  
Agropecuária - Laboratório de  
Resíduos e Contaminantes  
Jaguariúna (SP), Brasil

**Email:**  
debora@cnpma.embrapa.br

# DESENVOLVIMENTO E VALIDAÇÃO DE METODOLOGIA PARA DETERMINAÇÃO DE HIDROCARBONETOS POLICÍCLICOS AROMÁTICOS (HPA's) EM GRÃOS DE MILHO

Souza, Débora Renata Cassoli de Souza D. C. Souza\*; de Queiroz, Sonia Claudia do Nascimento; Paraíba, Lourival Costa; Tavares, Marley Mendonça; Ferracini, Vera Lucia

Os Hidrocarbonetos Policíclicos Aromáticos (HPA's) são provenientes de fontes naturais ou antropogênicas como derramamento de petróleo, queima de combustível e resíduos industriais. Devido ao potencial tóxico carcinogênico e mutagênico dos HPA's e o fato de serem acumulativos no meio ambiente, há grande necessidade em monitorar os seus resíduos em amostras ambientais e alimentos. O uso de lodo de esgoto, por ser um reaproveitamento de resíduos na agricultura, passou a ser um caminho econômico. Entretanto há necessidade de verificar a possível presença de contaminantes, que possam comprometer a segurança dos produtos agrícolas que receberam tratamento com lodo. O presente trabalho mostra o desenvolvimento e validação de uma metodologia analítica para determinação de 16 HPA's em amostras de grãos de milho que foram cultivadas com aplicação de lodo. A metodologia baseou-se na extração por ultra-som, uso de solventes diclorometano e n-hexano, purificação com sílica gel, identificação e quantificação por cromatografia gasosa acoplada ao espectrômetro de massas (Ion Trap) em modo MS/MS para os 16 HPA's. Foram testados diferentes solventes durante a extração e o tempo de extração. A metodologia estabelecida foi simples e rápida evitando-se procedimentos laborosos como extração por Soxhlet, KOH metanólico, dentre outros. Durante a validação, os limites de detecção (LD) e limites de quantificação (LQ) foram calculados pela razão sinal-ruído, variando de  $1,6 \mu\text{g L}^{-1}$  a  $25 \mu\text{g L}^{-1}$  e  $1,1 \mu\text{g Kg}^{-1}$  a  $12,8 \mu\text{g Kg}^{-1}$ , respectivamente. As curvas analíticas mostraram ser linear na faixa de trabalho. Amostras testemunha de milho foram fortificadas nos níveis  $10 \mu\text{g Kg}^{-1}$ ,  $20 \mu\text{g Kg}^{-1}$ , e  $50 \mu\text{g Kg}^{-1}$  e os valores médios de recuperações obtidas foram na faixa de 63% a 103%. Os HPA's foram analisados em 24 amostras de grãos de milho que receberam aplicação de lodo no solo. O método mostrou ser fácil e eficiente na extração dos HPA's, sendo que para 13 deles a recuperação ficou na faixa aceitável (70-120%). Quantidades de acenafileno, fenantreno, fluoranteno e pireno foram quantificadas em algumas das amostras de grãos de milho.