

EFEITO pH DO MEIO TAMPONANTE NA RECUPERAÇÃO DE DEOXINIVALENOL

**KRAUS, Rosana Basso; TUSNSKI, Domingues Cíntia; FELTRIN, Ana Carla
Penteado
BUFFON, Jaqueline Garda
rosana_basso_kraus@hotmail.com**

**Evento: XXIV Congresso de Iniciação Científica
Área do conhecimento: Ciências Agrárias**

Palavras-chave: micotoxina; método analítico; extração

1 INTRODUÇÃO

A detecção da micotoxina Deoxinivalenol (DON) em diferentes matrizes tem sido um problema, pois necessita de um método rápido e simples de extração. As técnicas mais utilizadas nos últimos anos para a extração de sistemas líquidos são: microextração líquido-líquido dispersiva (DLLME) e extração líquido-líquido (LLE)¹. É importante salientar a influenciado pH no meio, onde será realizada a extração, pois em ambas as técnicas o pH influencia diretamente na solubilização de compostos orgânicos e conseqüentemente na separação das fases². Dessa forma, o objetivo desse trabalho foi avaliar o efeito do pH do meio tamponante na recuperação da micotoxina DON visando o uso de sistemas tamponantes em processos de biodegradação de micotoxinas.

2 REFERENCIAL TEÓRICO

A microextração líquido-líquido se baseia na partição de analito entre duas fases líquidas imiscíveis, sendo uma fase aquosa (amostra) e a outra orgânica (solvente orgânico). A mistura dos solventes ocorre através de uma injeção rápida e a partição é realizada somente uma vez². Por outro lado, a extração líquido-líquido também ocorre pela partição de duas fases imiscíveis, porém apresenta algumas vantagens, como a constante de distribuição (k_D) entre as fases. Este k_D (relação da distribuição do soluto entre as fases líquidas) pode ser aumentado por meio do ajuste de pH através da ionização de ácidos ou bases e redução ou aumento da solubilidade dos compostos orgânicos na fase aquosa³.

3 MATERIAIS E MÉTODOS (ou PROCEDIMENTO METODOLÓGICO)

A partir da solução padrão da micotoxina Deoxinivalenol (DON) de 33,3 $\mu\text{g mL}^{-1}$, 1 μg da micotoxina foi seco e posteriormente solubilizada em 1 mL de tampão fosfato 0,05 mol L^{-1} em pH 5,0 ou 7,0, essa solubilização ocorreu através da agitação em vórtex (30 s) e banho ultrassônico (3 min). Após, foi adicionado 2,3 mL de acetonitrila (ACN) seguida da agitação. Ao sistema, foi adicionado cloreto de sódio (NaCl) até saturação do meio e agitado. Nesse momento, foi retirado 1,8 mL da fase de topo do sistema com ACN, repetindo por mais duas vezes a extração por partição com 1 e 0,5 mL de ACN. As fases com ACN foram homogeneizadas e secas sob corrente de ar a 70 °C e solubilizada em 1 mL de ACN para quantificação em Cromatografia Líquida de Alta Eficiência com detector Ultra-violeta (CLAE-UV), nas

seguintes condições: coluna Phenomenex Gemini C18 com tamanho de partícula de 5 μm e 250 mm x 4,6 mm de diâmetro interno, os solventes utilizados para eluição foram ACN:H₂O ultra-pura (70:30, v v⁻¹) em uma vazão de 0,5 mL min⁻¹, utilizando um comprimento de onda de 220 nm.

4 RESULTADOS e DISCUSSÃO

Os resultados dos ensaios de recuperação realizados no pH 5,0 e 7,0 estão descritos na Tabela 1.

Tabela 1 - Recuperação de DON (%) em pH 5,0 e 7,0.

Ensaio	pH 5,0		pH 7,0	
	Recuperação (%)	CV* (%)	Recuperação (%)	CV* (%)
1	92,3	0,39**	101,4	0,14**
2	85,7	0,65**	87,2	0,21**
3	110,8	1,48**	70,9	0,74**
Média	96,3 ^a	13,6***	86,5 ^a	17,6***

*CV – coeficiente de variação (%), ** CV de triplicata de análise instrumental, *** CV de triplicata de experimento.

A recuperação de DON não apresentou diferença significativa entre o pH 5 e 7 avaliado. Isto indica que não há uma forte ionização na estrutura do DON em pH 5,0 comparado ao pH neutro (7,0). Para muitos compostos orgânicos, esta ionização deve ser avaliada e evitada pela adequação do pH, pois a formação de par iônico com solutos ionizáveis pode aumentar a solubilidade de compostos orgânicos na fase aquosa³, reduzindo a recuperação do analito quando utilizada a técnica de LLE. Por esse motivo, nota-se que o ajuste do pH no sistema de extração não demonstrou alteração na recuperação, estando dentro dos limites aceitáveis para validação de metodologia analítica indicados pela ANVISA⁴, o que possibilita seu emprego em estudos de degradação de DON por ação enzimática em meio tamponante com variação de pH.

5 CONSIDERAÇÕES FINAIS

O uso de meio tamponante em pH 5,0 e 7,0 pode ser utilizado na ação catalítica de enzimas com garantia qualidade analítica quanto a recuperação de DON visando a quantificação da redução da concentração da micotoxina.

REFERÊNCIAS

¹ LATTANZIO, V. M. T.; SOLFRIZZO, M.; POWERS, S.; VISCONTI, A. **Rapid Communications in Mass Spectrometry**, v. 21, p. 3253-3261, 2007.

² MARTINS, M. L.; PRIMEL, E. G.; CALDAS, S. S.; PRESTES, O. D.; ADAIME, M. B.; ZANELLA, R. **Microextração Líquido-Líquido Dispersiva (DLLME): fundamentos e aplicações**, v. 4, p. 35-51, 2012.

³ QUEIROZ, S. C. N.; COLLINS, C. H.; JARDIM, I. C. S. F. **Métodos de extração e/ou concentração de compostos encontrados em fluidos biológicos para posterior determinação cromatográfica**, v. 24, p. 68-76, 2001.

⁴ **AGÊNCIA NACIONAL DE VIGILÂNCIA SANITÁRIA - ANVISA**, Resolução RE nº 899, de 29 de maio de 2003 - Guia para validação de métodos analíticos e bioanalíticos". Disponível em: <www.anvisa.gov.br>. Acesso em: 15 de julho de 2015.