

Carla Cristina Bauermann Brasil
(Organizadora)



ALIMENTOS: TOXICOLOGIA E MICROBIOLOGIA & QUÍMICA E BIOQUÍMICA

Carla Cristina Bauermann Brasil
(Organizadora)



ALIMENTOS: TOXICOLOGIA E MICROBIOLOGIA & QUÍMICA E BIOQUÍMICA

Editora chefe

Profª Drª Antonella Carvalho de Oliveira

Editora executiva

Natalia Oliveira

Assistente editorial

Flávia Roberta Barão

Bibliotecária

Janaina Ramos

Projeto gráfico

Camila Alves de Cremo

Daphynny Pamplona

Gabriel Motomu Teshima

Luiza Alves Batista

Natália Sandrini de Azevedo

Imagens da capa

iStock

Edição de arte

Luiza Alves Batista

2022 by Atena Editora

Copyright © Atena Editora

Copyright do texto © 2022 Os autores

Copyright da edição © 2022 Atena Editora

Direitos para esta edição cedidos à Atena Editora pelos autores.

Open access publication by Atena Editora



Todo o conteúdo deste livro está licenciado sob uma Licença de Atribuição *Creative Commons*. Atribuição-Não-Comercial-NãoDerivativos 4.0 Internacional (CC BY-NC-ND 4.0).

O conteúdo dos artigos e seus dados em sua forma, correção e confiabilidade são de responsabilidade exclusiva dos autores, inclusive não representam necessariamente a posição oficial da Atena Editora. Permitido o *download* da obra e o compartilhamento desde que sejam atribuídos créditos aos autores, mas sem a possibilidade de alterá-la de nenhuma forma ou utilizá-la para fins comerciais.

Todos os manuscritos foram previamente submetidos à avaliação cega pelos pares, membros do Conselho Editorial desta Editora, tendo sido aprovados para a publicação com base em critérios de neutralidade e imparcialidade acadêmica.

A Atena Editora é comprometida em garantir a integridade editorial em todas as etapas do processo de publicação, evitando plágio, dados ou resultados fraudulentos e impedindo que interesses financeiros comprometam os padrões éticos da publicação. Situações suspeitas de má conduta científica serão investigadas sob o mais alto padrão de rigor acadêmico e ético.

Conselho Editorial**Ciências Agrárias e Multidisciplinar**

Prof. Dr. Alexandre Igor Azevedo Pereira – Instituto Federal Goiano

Profª Drª Amanda Vasconcelos Guimarães – Universidade Federal de Lavras

Profª Drª Andrezza Miguel da Silva – Universidade do Estado de Mato Grosso

Prof. Dr. Arinaldo Pereira da Silva – Universidade Federal do Sul e Sudeste do Pará

Prof. Dr. Antonio Pasqualetto – Pontifícia Universidade Católica de Goiás

Profª Drª Carla Cristina Bauermann Brasil – Universidade Federal de Santa Maria



Prof. Dr. Cleberton Correia Santos – Universidade Federal da Grande Dourados
Prof^o Dr^a Diocléa Almeida Seabra Silva – Universidade Federal Rural da Amazônia
Prof. Dr. Écio Souza Diniz – Universidade Federal de Viçosa
Prof. Dr. Edevaldo de Castro Monteiro – Universidade Federal Rural do Rio de Janeiro
Prof. Dr. Fábio Steiner – Universidade Estadual de Mato Grosso do Sul
Prof. Dr. Fágner Cavalcante Patrocínio dos Santos – Universidade Federal do Ceará
Prof^o Dr^a Girlene Santos de Souza – Universidade Federal do Recôncavo da Bahia
Prof. Dr. Guilherme Renato Gomes – Universidade Norte do Paraná
Prof. Dr. Jael Soares Batista – Universidade Federal Rural do Semi-Árido
Prof. Dr. Jayme Augusto Peres – Universidade Estadual do Centro-Oeste
Prof. Dr. Júlio César Ribeiro – Universidade Federal Rural do Rio de Janeiro
Prof^o Dr^a Lina Raquel Santos Araújo – Universidade Estadual do Ceará
Prof. Dr. Pedro Manuel Villa – Universidade Federal de Viçosa
Prof^o Dr^a Raissa Rachel Salustriano da Silva Matos – Universidade Federal do Maranhão
Prof. Dr. Renato Jaqueto Goes – Universidade Federal de Goiás
Prof. Dr. Ronilson Freitas de Souza – Universidade do Estado do Pará
Prof^o Dr^a Talita de Santos Matos – Universidade Federal Rural do Rio de Janeiro
Prof. Dr. Tiago da Silva Teófilo – Universidade Federal Rural do Semi-Árido
Prof. Dr. Valdemar Antonio Paffaro Junior – Universidade Federal de Alfenas



Alimentos: toxicologia e microbiologia & química e bioquímica

Diagramação: Gabriel Motomu Teshima
Correção: Mariane Aparecida Freitas
Indexação: Amanda Kelly da Costa Veiga
Revisão: Os autores
Organizadora: Carla Cristina Bauermann Brasil

Dados Internacionais de Catalogação na Publicação (CIP)

A411 Alimentos: toxicologia e microbiologia & química e bioquímica / Organizadora Carla Cristina Bauermann Brasil. – Ponta Grossa - PR: Atena, 2022.

Formato: PDF

Requisitos de sistema: Adobe Acrobat Reader

Modo de acesso: World Wide Web

Inclui bibliografia

ISBN 978-65-5983-837-0

DOI: <https://doi.org/10.22533/at.ed.370221701>

1. Alimentos. I. Brasil, Carla Cristina Bauermann (Organizadora). II. Título.

CDD 641.3

Elaborado por Bibliotecária Janaina Ramos – CRB-8/9166

Atena Editora
Ponta Grossa – Paraná – Brasil
Telefone: +55 (42) 3323-5493
www.atenaeditora.com.br
contato@atenaeditora.com.br



Atena
Editora
Ano 2022

DECLARAÇÃO DOS AUTORES

Os autores desta obra: 1. Atestam não possuir qualquer interesse comercial que constitua um conflito de interesses em relação ao artigo científico publicado; 2. Declaram que participaram ativamente da construção dos respectivos manuscritos, preferencialmente na: a) Concepção do estudo, e/ou aquisição de dados, e/ou análise e interpretação de dados; b) Elaboração do artigo ou revisão com vistas a tornar o material intelectualmente relevante; c) Aprovação final do manuscrito para submissão; 3. Certificam que os artigos científicos publicados estão completamente isentos de dados e/ou resultados fraudulentos; 4. Confirmam a citação e a referência correta de todos os dados e de interpretações de dados de outras pesquisas; 5. Reconhecem terem informado todas as fontes de financiamento recebidas para a consecução da pesquisa; 6. Autorizam a edição da obra, que incluem os registros de ficha catalográfica, ISBN, DOI e demais indexadores, projeto visual e criação de capa, diagramação de miolo, assim como lançamento e divulgação da mesma conforme critérios da Atena Editora.



DECLARAÇÃO DA EDITORA

A Atena Editora declara, para os devidos fins de direito, que: 1. A presente publicação constitui apenas transferência temporária dos direitos autorais, direito sobre a publicação, inclusive não constitui responsabilidade solidária na criação dos manuscritos publicados, nos termos previstos na Lei sobre direitos autorais (Lei 9610/98), no art. 184 do Código Penal e no art. 927 do Código Civil; 2. Autoriza e incentiva os autores a assinarem contratos com repositórios institucionais, com fins exclusivos de divulgação da obra, desde que com o devido reconhecimento de autoria e edição e sem qualquer finalidade comercial; 3. Todos os e-book são *open access*, *desta forma* não os comercializa em seu site, sites parceiros, plataformas de *e-commerce*, ou qualquer outro meio virtual ou físico, portanto, está isenta de repasses de direitos autorais aos autores; 4. Todos os membros do conselho editorial são doutores e vinculados a instituições de ensino superior públicas, conforme recomendação da CAPES para obtenção do Qualis livro; 5. Não cede, comercializa ou autoriza a utilização dos nomes e e-mails dos autores, bem como nenhum outro dado dos mesmos, para qualquer finalidade que não o escopo da divulgação desta obra.



APRESENTAÇÃO

A obra "Alimentos: Toxicologia e microbiologia & Química e bioquímica" publicada no formato *e-book* explana o olhar multidisciplinar da área de alimentos. O principal objetivo desse e-book foi apresentar de forma categorizada os estudos, relatos de caso e revisões desenvolvidas em diversas instituições de ensino e pesquisa do país, os quais transitam nos diversos caminhos da ciência e tecnologia de alimentos. Em todos esses trabalhos a linha condutora foi o aspecto relacionado a caracterização de alimentos; análise e parâmetros físico-químicos e microbiológicos de alimentos; desenvolvimento de novos produtos alimentícios, legislação dos alimentos e áreas correlatas.

Temas diversos e interessantes são, deste modo, discutidos nestes 19 capítulos com a proposta de fundamentar o conhecimento de acadêmicos, mestres e todos aqueles que de alguma forma se interessam pela área da ciência e tecnologia de alimentos e seus aspectos. Portanto, possuir um material científico que demonstre com dados substanciais de regiões específicas do país é muito relevante, assim como abordar temas atuais e de interesse direto da sociedade. Deste modo a obra "Alimentos: Toxicologia e microbiologia & Química e bioquímica" se constitui em uma interessante ferramenta para que o leitor, tenha acesso a um panorama do que tem sido construído na área em nosso país.

Uma ótima leitura a todos(as)!

Carla Cristina Bauermann Brasil


SUMÁRIO

CAPÍTULO 1..... 1

ASPECTOS DA FERMENTAÇÃO MALOLÁTICA NO PROCESSO DE VINIFICAÇÃO DE VINHOS ARGENTINOS E BRASILEIROS

Maria Mariana Oliveira Souza

Thamyres Fernanda Moura Pedrosa Souza

 <https://doi.org/10.22533/at.ed.3702217011>

CAPÍTULO 2..... 11


AVALIAÇÃO DA ATIVIDADE ANTIOXIDANTE EM MALTE FERMENTADO COM *AGARICUS BRASILIENSIS*

Mariane Daniella da Silva

Herta Stutz

Fernanda Maria Pagane Guerreschi Ernandes

Crispin Humberto Garcia-Cruz


 <https://doi.org/10.22533/at.ed.3702217012>

CAPÍTULO 3..... 18

AVALIAÇÃO DA VIABILIDADE CELULAR DE *Lactobacillus plantarum* APÓS INCORPORAÇÃO EM CHOCOLATES ARTESANAIS COM ALTO TEOR DE CACAU

Kassiany Pedroso Dalmora

Thabata Maria Alvarez


 <https://doi.org/10.22533/at.ed.3702217013>

CAPÍTULO 4..... 29

PROSPECÇÃO TECNOLÓGICA: USO DO MESOCARPO DE BABAÇU NAS ÁREAS DE ALIMENTOS, FÁRMACOS E COSMÉTICOS

Itaceni de Araújo Sousa

Tonicley Alexandre da Silva

 <https://doi.org/10.22533/at.ed.3702217014>

CAPÍTULO 5..... 39

AVALIAÇÃO DA QUALIDADE MICROBIOLÓGICA DE FARINHA DE MANDIOCA COMERCIALIZADA EM MACEIÓ – AL

Genildo Cavalcante Ferreira Júnior

Heitor Barbosa Gomes de Messias


Eduarda Mendes de Almeida

Lucas Pedrosa Souto Maior

Eliane Costa Souza

Thiago José Matos Rocha

Jammily de Oliveira Vieira Moreira


 <https://doi.org/10.22533/at.ed.3702217015>

CAPÍTULO 6..... 47

DIFERENTES POTENCIALIDADES E USOS DO ÓLEO DE MACAÚBA : UMA BREVE

REVISÃO


Thaynara Cavalcanti Lima
Cristhiane Maria Bazílio de Omena Messias
Marianne Louise Marinho Mendes

 <https://doi.org/10.22533/at.ed.3702217016>

CAPÍTULO 7.....53

ANÁLISE NUTRICIONAL, QUÍMICA E ANATÔMICA DE MARUPAZINHO (*Eleutherine bulbosa* (Mill.) Urb – IRIDACEAE) DE BELÉM DO PARÁ, BRASIL


Ana Paula Ribeiro de Carvalho Ferreira
Mariana Aparecida de Almeida Souza
João Paulo Guedes Novais
Dayane Praxedes da Silva
Mirian Ribeiro Leite Moura
Ana Cláudia de Macêdo Vieira

 <https://doi.org/10.22533/at.ed.3702217017>

CAPÍTULO 8.....73

DESENVOLVIMENTO E CARACTERIZAÇÃO DE DOCE DE CUMBARU (*Dipteryx alata* Vog.) ACRESCIDO DE FARINHA DE BAGAÇO DE MALTE


Drielle Suely de Souza Oliveira
Márcia Helena Scabora
Daiane Alves Cardoso
Dayane Sandri Stellato

 <https://doi.org/10.22533/at.ed.3702217018>

CAPÍTULO 9.....87

EXTRAÇÃO DE ÓLEO ESSENCIAL DE CAPIM-LIMÃO (*Cymbopogon citratus* (D. C.) Stapf) POR HIDRODESTILAÇÃO


Marília Assunta Sfredo
Carina Tasso
Daniele Bergmeier
Cristiane Reinaldo Lisboa
José Roberto Delalibera Finzer

 <https://doi.org/10.22533/at.ed.3702217019>

CAPÍTULO 10.....102

AVALIAÇÃO DOS PARÂMETROS FÍSICOQUÍMICOS DE SALSICHA RESFRIADA TIPO HOT DOG COMERCIALIZADA EM UBERABA, MINAS GERAIS

Priscila Renata da Costa
Claudia Maria Tomás Melo

 <https://doi.org/10.22533/at.ed.37022170110>

CAPÍTULO 11.....108

RENDIMENTO DE CARÇAÇA E CORTES EM FRANGOS DE CORTE - HÍBRIDOS COMERCIAIS (*Gallus gallus domesticus*)

Carlos Eduardo da Silva Soares


Fabiano Dahlke
Lucélia Haupti
Priscila de Oliveira Moraes
Priscila Arrigucci Bernardes
André Luís Ferreira Lima - Bernardes
Diego Peres Neto
Juliano de Dea Lindner

 <https://doi.org/10.22533/at.ed.37022170111>

CAPÍTULO 12..... 123

ÓLEOS VEGETAIS EM PRODUTOS CÁRNEOS: PERSPECTIVAS FUTURAS PARA SUBSTITUIÇÃO DA GORDURA ANIMAL


Juliana de Andrade Mesquita
Erika Cristina Rodrigues
Katiuchia Pereira Takeuchi
Edgar Nascimento
Rozilaine Aparecida Pelegrine Gomes de Faria

 <https://doi.org/10.22533/at.ed.37022170112>

CAPÍTULO 13..... 146

EVALUATION OF TWO TOXIN BINDERS EFFECTIVNESS IN REDUCING ZEARALENONE TOXIC EFFECTS ON GILTS

José Antonio Fierro
Juan Carlos Medina
Luis Miguel Dong
Elizabeth Rodríguez

 <https://doi.org/10.22533/at.ed.37022170113>

CAPÍTULO 14..... 152

LIPASE B FROM *Candida antarctica*: ACTIVITY AND STABILITY studies in DIFFERENT PH AND TEMPERATURES

Mirian Cristina Feiten

 <https://doi.org/10.22533/at.ed.37022170114>

CAPÍTULO 15..... 163

MICROSCOPIA DE ALIMENTOS: DIFICULDADES E LEGISLAÇÃO VIGENTE NA IDENTIFICAÇÃO E ANÁLISE DE CONTAMINANTES BIOLÓGICOS

Gustavo Paim de Carvalho
André Luis de Alcantara Guimarães

 <https://doi.org/10.22533/at.ed.37022170115>

CAPÍTULO 16..... 173

IDENTIFICAÇÃO MICROSCÓPICA DE ADULTERANTES E MATÉRIAS ESTRANHAS NA COMPOSIÇÃO DOS ALIMENTOS E OS IMPACTOS NA SAÚDE PÚBLICA

Ludilaine Fiuza Barreto de Oliveira
André Luis de Alcantara Guimarães

 <https://doi.org/10.22533/at.ed.37022170116>

CAPÍTULO 17..... 185

ATIVIDADE IMUNOMODULADORA DO ÓLEO E DA NANOEMULSÃO DE MAURITIA FLEXUOSA NA INTERAÇÃO ENTRE FAGÓCITOS E ENTAMOEBAS HISTOLYTICAS

Marianny Carolina Custódio da Silva Brito

Núbia Andrade Silva

Victor Pena Ribeiro

Adenilda Cristina Honório-França

Eduardo Luzia França

Kellen Menezes de Oliveira

Silvana de Oliveira Castro

Juliana Francielle Martins de Camargo

Guilherme Alves Sena


Valmir André Peccini

Mateus Abreu Milani

Ana Beatriz dos Santos Matsubara

Matheus Leal Lira Alves

Lucélia Campelo de Albuquerque Moraes

 <https://doi.org/10.22533/at.ed.37022170117>

CAPÍTULO 18..... 204

DETERMINAÇÃO DE HERBICIDAS EM ÁGUA DE ABASTECIMENTO DE ESCOLAS DA REGIÃO RURAL DO MUNICÍPIO DE SANTA MARIA/RS


Rosselei Caiel da Silva

Jonatan Vinicius Dias

Jefferson Soares de Jesus

Ionara Regina Pizzutti

Rochele Cassanta Rossi

 <https://doi.org/10.22533/at.ed.37022170118>

CAPÍTULO 19..... 215


SUCO DE LIMÃO: PRODUÇÃO, COMPOSIÇÃO E PROCESSAMENTO

Lucia Maria Jaeger de Carvalho

Antonio Gomes Soares

Marcos José de Oliveira Fonseca

José Luiz Viana de Carvalho

 <https://doi.org/10.22533/at.ed.37022170119>

SOBRE A ORGANIZADORA..... 246

ÍNDICE REMISSIVO..... 247

DETERMINAÇÃO DE HERBICIDAS EM ÁGUA DE ABASTECIMENTO DE ESCOLAS DA REGIÃO RURAL DO MUNICÍPIO DE SANTA MARIA/RS

Data de aceite: 01/11/2021

Data de Submissão: 14/10/2021

Rosselei Caiel da Silva

Universidade Federal de Santa Maria (UFSM)
Departamento de Química
Centro de Pesquisa e Análise de Resíduos e
Contaminantes (CEPARC)
Santa Maria/RS
<http://lattes.cnpq.br/2187197138622302>

Jonatan Vinicius Dias

Wageningen Food Safety Research (WFRS)
Wageningen/Holanda
<http://lattes.cnpq.br/3658970367781237>

Jefferson Soares de Jesus

Universidade Federal do Pampa
Uruguaiana/RS
<http://lattes.cnpq.br/5947188699512688>

Ionara Regina Pizzutti

Universidade Federal de Santa Maria (UFSM)
Departamento de Química
Centro de Pesquisa e Análise de Resíduos e
Contaminantes (CEPARC)
Santa Maria/RS
<http://lattes.cnpq.br/3883506164936996>

Rochele Cassanta Rossi

Universidade do Vale do Rio dos Sinos - Escola
de Saúde
São Leopoldo/RS
<http://lattes.cnpq.br/0627260486404735>

potável tem aumentado com as intensivas práticas agrícolas, isto se deve à grande quantidade de agrotóxicos utilizados pelos agricultores. Para controlar a qualidade da água potável, diferentes métodos analíticos estão sendo estudados. Este trabalho teve como objetivo, desenvolver e validar um método para determinar herbicidas (2,4-D, bentazona, propanil e quincloaque) utilizando Cromatografia a Líquido com Detecção por Arranjo de Diodos (HPLC-DAD), em águas de poços artesianos e fontes. Para extração dos analitos, utilizou-se extração em fase sólida (SPE), já que esta técnica apresenta algumas vantagens como baixo consumo de solventes, pouco trabalhoso e fácil automação. Para a validação do método desenvolvido, os parâmetros avaliados foram linearidade, efeito matriz, limite de detecção (LOD) e de quantificação (LOQ), exatidão e precisão. A curva analítica apresentou coeficiente de correlação maior que 0,99. O efeito matriz foi positivo para todos os compostos, exceto o quincloaque. LOD na faixa de 0,8 a 0,16 $\mu\text{g kg}^{-1}$, e LOQ na faixa de 0,24 a 1,0 $\mu\text{g kg}^{-1}$. As medias das recuperações dos ensaios de fortificação foram na faixa de 76 a 113% e precisão apresentou valor de RSD inferior a 12%. Tendo em vista os resultados obtidos para cada parâmetro avaliado, pode-se concluir que o método desenvolvido para determinar herbicidas em água mostrou-se eficiente, sensível, rápido e simples, podendo ser aplicado para avaliar a qualidade das águas da região. Nenhuma das amostras de água que abastece as escolas estava contaminada com os herbicidas estudados.

RESUMO: A contaminação das fontes de água

PALAVRAS-CHAVE: Água. Agrotóxicos.

DETERMINATION OF HERBICIDES IN DRINKING WATER FROM SCHOOLS IN THE RURAL REGION OF SANTA MARIA/RS

ABSTRACT: Contamination of drinking water sources has increased with intensive agricultural practices, this is due to the large amount of pesticides used by farmers. To control the quality of drinking water, different analytical methods are being studied. This work aimed to develop and validate a method to determine herbicides (2,4-D, bentazone, propanyl and quinchlorac) using High Performance Liquid Chromatography Diode Array Detection (HPLC-DAD) in water from artesian wells and springs. For extracting the analytes, solid phase extraction (SPE) is used, as this technique has some advantages such as low solvent consumption, little labor and easy automation. For the validation of the developed method, the parameters obtained were linearity, matrix effect, limit of detection (LOD) and limit of quantification (LOQ), accuracy and precision. The analytical curve showing a correlation coefficient greater than 0.99. The matrix effect was positive for all compounds except quinchlorac. LOD in the range of 0.8 to 0.16 $\mu\text{g kg}^{-1}$, and LOQ in the range of 0.24 to 1.0 $\mu\text{g kg}^{-1}$. The averages of the recoveries of the fortification tests were in the range of 76 to 113% and the precision presented a RSD value inferior to 12%. In view of the results obtained for each parameter evaluated, it can be realized that the method developed to determine herbicides in water is efficient, sensitive, fast and simple, and can be evaluated to assess the quality of water in the region. None of the drinking water sample of the schools were contaminated with the studied herbicides.

KEYWORDS: Water. Pesticides. Method validation. Monitoring.

1 | INTRODUÇÃO

O aumento da atividade agrícola desenvolvida em áreas de mananciais tem causado preocupação quanto ao potencial de contaminação decorrente da aplicação de agrotóxicos. Sabe-se que a agricultura é uma das possíveis fontes de contaminação ambiental, geralmente apontada como importante contribuinte de poluentes. (BRITO et al., 2001). Embora não seja o único agente responsável pela perda da qualidade da água, a agricultura, direta ou indiretamente, contribui para a degradação dos mananciais.

Ao longo das últimas décadas, a expansão das áreas agrícolas e a maior intensidade de uso de agrotóxicos nessas áreas fizeram com que houvesse um aumento na preocupação com seus resíduos no ambiente. A presença de compostos químicos em concentrações acima dos especificados nas normas padrão podem provocar risco à saúde da população. Esse fato despertou o interesse em verificar a ocorrência de contaminação das águas, pois os agrotóxicos em contato com o sistema aquático podem associar-se aos materiais em suspensão e, eventualmente, migrar para os sedimentos, como também podem ser liberados na água ou serem absorvidos, alterados ou degradados por microrganismos. (DORES & DE-LAMONICA-FREIRE, 2001).

Portanto, faz-se necessário um eficiente e preciso monitoramento dos resíduos de

agrotóxicos em fontes de água e em águas para consumo humano. A principal técnica analítica utilizada na determinação de agrotóxicos é a cromatografia, acoplada a sistemas de detecção.

Um dos passos mais críticos para a análise em diversas matrizes é o preparo e a extração da amostra. Tradicionalmente, a extração líquido-líquido (LLE) tem sido utilizada para esta finalidade. No entanto, é uma etapa demorada além de utilizar grande volume de solventes orgânicos. Em consequência, diferentes técnicas de extração têm sido desenvolvidas a fim de ultrapassar estes problemas. (RODRIGUES et al., 2007).

Atualmente, a extração em fase sólida (SPE) é uma técnica bem estabelecida e tem sido utilizada para a pré-concentração e purificação de diversas classes de compostos em uma variedade de matrizes. Os analitos contidos numa matriz aquosa são extraídos, juntamente com os compostos interferentes, após passarem por um cartucho contendo adsorvente. Um solvente orgânico seletivo é geralmente utilizado para remover os interferentes e então, outro solvente é usado para lavar os analitos de interesse. (BARRIONUEVO & LANÇAS, 2001). SPE oferece a possibilidade de reduzir o volume de amostra, sem perda de sensibilidade, minimizando a utilização de solventes orgânicos. (FRITZ & MACKA, 2000).

Desta forma, o objetivo deste trabalho foi o desenvolvimento e validação de um método analítico para determinação de 4 herbicidas (2,4-diclorofenoxiacético (2,4-D), bentazona, propanil e quincloraque) empregando cromatografia líquida de alto desempenho com detector de arranjo de diodos (HPLC-DAD). O método foi aplicado para análise de amostras de água provenientes de poços artesianos e fontes que abastecem 4 escolas públicas localizadas na área rural de Santa Maria/RS, nas quais foi desenvolvido um projeto de conscientização ambiental.

2 | MATERIAIS E MÉTODOS

2.1 Reagentes e soluções analíticas

Utilizaram-se padrões analíticos de 2,4-D 99% (Milênia), bentazona 97% (Dr. Ehrenstofer), propanil 99,3% (Herbitecnica) e quincloraque 99,2% (BASF). Soluções estoque (1000 mg L^{-1}) e soluções analíticas de trabalho foram preparadas em metanol (Mallinkrodt, EUA), e armazenadas em frascos âmbar a temperatura de $-18 \text{ }^{\circ}\text{C}$. Foram usados ácido fosfórico grau analítico 85% (Merck, Alemanha) e água ultrapura (Millipore, Bedford, MA, USA). Cartuchos de SPE (C18, 500 mg, $40 \text{ }\mu\text{m}$, 4 mL) foram obtidos da Varian.

2.2 Desenvolvimento e validação do método

2.2.1 Instrumentação e condições cromatográficas

Para os testes da composição da fase móvel utilizaram-se as composições metanol:água 50:50, 65:35 e 80:20 (v/v), nas vazões de 0,5; 0,6; 0,8; 1,0 e 1,2 mL min⁻¹. Todas as composições foram acidificadas com solução aquosa de ácido fosfórico 1:1 (v/v), ajustadas a pH 3,5. Determinou-se a vazão apropriada, a partir da melhor separação, no menor tempo total da corrida cromatográfica.

Para a determinação do comprimento de onda (λ) de máxima absorção individual de cada analito, foi efetuada uma varredura na faixa de 200 a 400 nm. Para isto, foi preparada uma mistura com os 4 analitos na concentração de 1,0 mg L⁻¹ e posteriormente injetou-se 20 μ L da mistura no sistema HPLC-DAD. Na Tabela 1, encontram-se as condições cromatográficas estabelecidas e otimizadas neste estudo.

Coluna analítica	Bondesil C18 (250 mm x 4,6 mm, 5 μ m)
Fase móvel	Metanol:água 65:35 (v/v), pH 3,5
Vazão da fase móvel	1,0 mL min ⁻¹
Volume de injeção	20 μ L
Tempo de corrida	20 minutos

Tabela 1. Condições cromatográficas otimizadas.

2.2.2 Estabelecimento do procedimento de extração

Vários testes foram realizados para a otimização do procedimento de extração. Foram testados parâmetros que afetam o processo de extração como quantidade de água, quantidade ideal de adsorvente, força do vácuo e vazão. O adsorvente escolhido para SPE foi C18 (500 mg) com tamanho médio de partículas de 40 μ m, em tubo de 4 mL de capacidade.

O cartucho de SPE foi primeiramente condicionado passando-se 6 mL do solvente de eluição metanol e 6 mL de água ultra pura (para retirar o excesso de metanol). Uma solução de 250 mL de água a pH 3,5, contendo os analitos de interesse, previamente filtrada em membrana de nylon, foi percolada através do material adsorvente do cartucho de SPE à uma vazão de 5 mL min⁻¹, sob vácuo.

Após a etapa de pré-concentração foram adicionados 3 mL de água ultra pura para retirar substâncias interferentes solúveis em água, seguido de vácuo por 2 minutos. Esta etapa melhora a extração e a reprodutibilidade, tornando a extração mais homogênea além de diminuir as interferências no sistema HPLC-DAD. Em seguida, os cartuchos foram secos sob vácuo por 10 minutos. Os analitos retidos no adsorvente foram eluídos com 2 alíquotas de 500 mL de metanol. Recolheu-se o eluato em um tubo de ensaio o qual foi

evaporado até securo, empregando nitrogênio (N_2). Para a análise via HPLC-DAD foi feita a redissolução em 1 mL da fase móvel.

2.2.3 Validação do método

A linearidade corresponde à capacidade do método em fornecer resultados diretamente proporcionais à concentração da substância analisada, dentro de uma determinada faixa de aplicação. A linearidade do método foi obtida pela equação de regressão linear ($y = ax + b$). Um coeficiente de determinação (r^2) maior que 0,999 é considerado como evidência de um ajuste ideal dos dados para a linha de regressão (FEINBERG, 2007; EU, 2019).

Para o estudo de linearidade e efeito matriz preparou-se uma solução mistura dos padrões dos agrotóxicos em estudo tanto em fase móvel (metanol/ H_2O 65:35) como em matriz (no caso, água de poço isenta de agrotóxicos) nas concentrações de 0,06; 0,08; 0,1; 0,125; 0,2; 0,25; 0,4; 0,6; 1; 2; 3 e 4 $mg L^{-1}$, a partir da solução estoque de concentração 10 $mg L^{-1}$.

Através das curvas analíticas obtidas com as soluções preparadas tanto em fase móvel como em matriz, foi possível calcular o efeito matriz, sendo também este um importante parâmetro de desempenho que deve ser avaliado cuidadosamente durante o processo de validação. O efeito matriz pode causar aumento ou diminuição da resposta do detector (MORELLI et al, 2008). Quando a média das respostas das soluções preparadas na matriz for $\geq 20\%$ das médias das respostas das soluções preparadas em solvente (fase móvel), o efeito matriz pode ser considerado significativo nos resultados analíticos quantitativos da amostra. Desta forma, as soluções analíticas utilizadas para a construção das curvas analíticas devem ser necessariamente preparadas em matriz.

O LOD representa a menor concentração da substância em análise que pode ser detectada, mas não necessariamente quantificada, utilizando um determinado procedimento experimental; é definido como a concentração do analito, que resulta em um sinal três vezes maior que o ruído da linha base, nas proximidades do sinal do analito ($LOD = 3S/R$). O LOQ é a menor concentração da substância em análise que pode ser quantificada com precisão e exatidão aceitáveis nas condições experimentais; é a concentração do analito que resulta um sinal dez vezes maior que o sinal do ruído da linha base ($LOQ = 10 S/R$).

Para os estudos de recuperação, que avaliam a exatidão do método, fortificaram-se as amostras “branco” de água de poço com a solução analítica mistura (1,0 $mg L^{-1}$) contendo todos os compostos em estudo, em três diferentes níveis de concentração: 0,5; 1,0 e 5,0 $\mu g L^{-1}$.

A precisão, em termos de repetitividade da resposta do instrumento, empregada no método cromatográfico, foi avaliada efetuando-se 6 injeções de cada solução ($n=6$), em 7 concentrações. A repetitividade, em termos do método analítico (RSD_{mm}), foi avaliada

efetuando-se o procedimento de extração e análise das amostras “branco” fortificadas, em três níveis de concentração, seis extrações (n= 6) e três injeções para cada extração (n= 3).

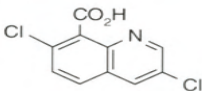
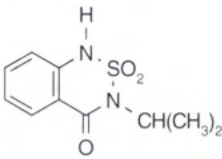
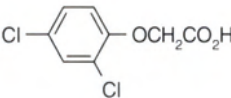
2.3 Aplicabilidade do método

O método foi aplicado para análise de água de fontes (vertentes) e poços artesianos de 4 escolas da área rural de Santa Maria/RS, as quais eram participantes de projeto de extensão cujo objetivo foi trabalhar a problemática do uso e descarte incorreto de agrotóxicos e alertar dos malefícios à saúde e ao meio ambiente.

A escolha das escolas foi devido a localização destas e a proximidade a lavouras de cultivo de arroz, em região próxima das margens de cursos de água, o que potencializa o risco de contaminação, em razão das descargas naturais ou do manejo das lavoura.

3 | RESULTADOS E DISCUSSÃO

Foi determinado o melhor comprimento de onda (λ) de cada analito cujos valores encontram-se na tabela 2, junto a fórmula estrutural e o tempo de retenção de cada um dos agrotóxicos estudados.

Agrotóxico	Fórmula estrutural	Tempo de retenção (min)	λ de máxima absorção (nm)
Quincloraque		5,9	255
Bentazona		7,3	220
2,4-D		9,3	231

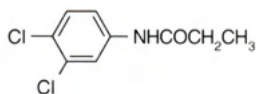


Tabela 2. Fórmula estrutural, tempo de retenção e comprimento de onda de máxima absorção dos agrotóxicos estudados.

As condições cromatográficas otimizadas neste estudo permitiram a separação e quantificação com sensibilidade apropriada. Na Figura 1, observa-se o cromatograma obtido para solução analítica contendo os quatro agrotóxicos em estudo, na concentração $1,0 \text{ mg L}^{-1}$.

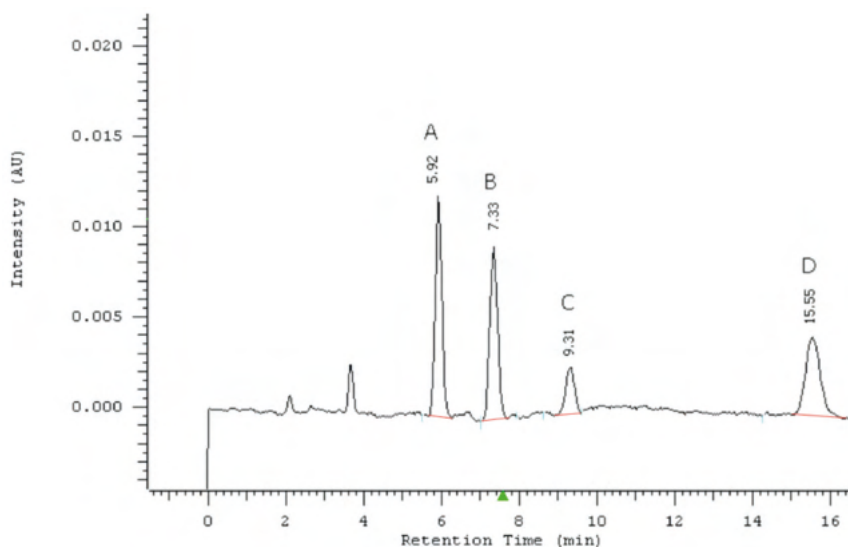


Figura 1. Cromatograma obtido por HPLC-DAD, nas condições cromatográficas otimizadas, a partir da injeção da solução de concentração $1,0 \text{ mg L}^{-1}$, contendo os agrotóxicos quincloraque (A), bentazona (B), 2,4-D (C) e propanil (D).

As curvas analíticas foram obtidas com o auxílio do programa Excel 7.0 (Microsoft), o qual forneceu o coeficiente de correlação (r^2), a inclinação (a) o intercepto (b) e as respectivas estimativas de desvio-padrão, sendo os resultados apresentados a seguir na tabela 3.

Agrotóxico	Faixa Linear (mg L ⁻¹)	Fase móvel		Água de poço	
		Equação da reta $y = ax+b$	r ²	Equação da reta $y = ax+b$	r ²
Quincloraque	0,06 – 1,0	$y = 80005x + 1754,1$	0,9955	$y = 59226x - 274,4$	0,9983
Bentazona	0,06 – 1,0	$y = 66454x + 279,2$	0,9949	$y = 74602x + 64,119$	0,9993
2,4 D	0,25 – 4,0	$y = 23656x - 778,58$	0,9983	$y = 29026x + 468,53$	0,9967
Propanil	0,2 – 2,0	$y = 59160x - 762,88$	0,9969	$y = 63101x + 352,48$	0,9963

Tabela 3. Faixa linear do método obtida com as soluções analíticas preparadas em fase móvel e em matriz (água de poço).

Analisando-se as curvas obtidas pode-se concluir que o modelo linear é bastante adequado já que os coeficientes de determinação (r²) foram maiores que 0,99. Todos os agrotóxicos apresentaram efeito matriz positivo, com exceção do quincloraque que apresentou efeito matriz negativo. Assim, as soluções das curvas analíticas utilizadas para a validação foram preparadas em matriz.

Na tabela 4, encontram-se os valores do LOD e LOQ do instrumento e do método, para os agrotóxicos avaliados.

Agrotóxico	LOD _i (mg L ⁻¹)	LOQ _i (mg L ⁻¹)	LOD _m (mg L ⁻¹)	LOQ _m (mg L ⁻¹)
Quincloraque	0,04	0,06	0,16	0,24
Bentazona	0,05	0,06	0,2	0,24
Propanil	0,1	0,12	0,4	0,48
2,4 D	0,2	0,25	0,8	1,0

Tabela 4. LOD e LOQ do instrumento (i) e do método (m).

Os valores de LOD e LOQ teóricos do instrumento foram satisfatórios. Os valores de LOD_i ficaram entre 0,04 e 0,2 mg L⁻¹. Já os valores de LOQ_i entre 0,06 e 0,25 mg L⁻¹. Através da etapa de pré-concentração adotada, a amostra de água pode ser concentrada até 250 vezes, os valores de LOD e de LOQ do método ficaram entre 0,16 e 0,8 µg L⁻¹, e 0,24 e 1,0 µg L⁻¹, respectivamente, o que se considera limites satisfatórios para determinação de agrotóxicos em água.

A exatidão do método foi avaliada através da fortificação de 6 amostras “branco” em 3 níveis de concentração (0,5; 1,0 e 5,0 $\mu\text{g L}^{-1}$); cada extrato foi injetado 3 vezes no sistema HPLC-DAD.

Neste estudo a precisão foi avaliada em termos de repetitividade, que representa a concordância entre resultados de medições sucessivas de um mesmo método, efetuadas sob mesmas condições de medição, mesmo procedimento, mesmo analista, mesmo instrumento sob as mesmas condições, mesmo local e repetições em um curto intervalo de tempo.

A tabela 5 apresenta os resultados da exatidão do método em termos de recuperação percentual, obtidos através dos ensaios de recuperação, assim como os resultados de precisão, expressos como desvio padrão relativo.

Agrotóxico	Nível de fortificação ($\mu\text{g L}^{-1}$)	Média da recuperação* (%)	RSD (%)
Quincloraque	0,5	113	5
	1,0	88	12
	5,0	98	12
Bentazona	0,5	112	8
	1,0	85	6
	5,0	91	7
2,4 D	0,5	76	11
	1,0	80	8
	5,0	77	7
Propanil	0,5	98	6
	1,0	88	6
	5,0	88	9

Tabela 5. Resultados dos ensaios de fortificação e recuperação, e desvio padrão relative (RSD%).

* 6 extrações, 3 injeções.

Para a validação de métodos cromatográficos, as recuperações devem estar entre

70 e 120%. (EU, 2019). Todos os valores obtidos apresentaram-se dentro desse intervalo. Os valores de RSD obtidos são satisfatórios, uma vez que são aceites valores de até 20% para a determinação de agrotóxicos nesta faixa de concentração.

Após a validação do método foi possível empregá-lo para análise das amostras, sendo que nenhum dos quatro analitos foi detectado nas amostras analisadas.

4 | CONCLUSÃO

O método para análise de quatro herbicidas em água potável desenvolvido e validado no presente trabalho demonstrou ser simples, seletivo, exato e preciso. Dentre as vantagens, o método de extração mostrou-se eficiente além de utilizar menos solvente orgânico gerando, assim, menor quantidade de resíduos.

Nenhum dos agrotóxicos foi detectado nas amostras dentro do período estudado. No entanto, ressalta-se a necessidade de que se tenha uma avaliação sistemática quanto à presença destes compostos nas fontes de água potável, principalmente em regiões como a estudada, com intensa atividade agrícola. Vale destacar também a importância de projetos de conscientização junto à comunidade escolar.

REFERÊNCIAS

BARRIONUEVO, W. R., LANCAS, F. M. Extração em fase sólida (SPE) e micro extração em fase sólida (SPME) de piretróides em água. **Química Nova**. vol.24, n.2, pp. 172-175, 2001.

BRITO, N. M. et al. Risco de contaminação de águas por pesticidas aplicados em plantações de eucaliptos e coqueiros: análise preliminar. Pesticidas: **Revista de Ecotoxicologia e Meio Ambiente**, v. 11, p. 93-104, 2001.

DORES, E. F. G. C.; DE-LAMONICA-FREIRE, E. M. Contaminação do ambiente aquático por pesticidas. Estudo de caso: Águas usadas para consumo humano em Primavera do Leste, Mato Grosso – Análise preliminar. **Química Nova**, v.24, n. 1, p. 27-36, 2001.

EU - European Commission. Document n° SANTE/12682/2019. **Guidance document on analytical quality control and method validation procedures for pesticide residues and analysis in food and feed**. Disponível em: <https://www.eurl-pesticides.eu/userfiles/file/EurlALL/AqcGuidance_SANTE_2019_12682.pdf>. Acesso em: 01 outubro 2021.

FEINBERG, M. Validation of analytical methods based on accuracy profiles. **Journal of Chromatography A**, v.1158, p. 174–183, 2007.

FRITZ, J. S.; MACKA, M. Solid-phase trapping of solutes for further chromatographic or electrophoretic analysis. **Journal of Chromatography A**, 902 p. 137–166, 2000.

MORELLI, M., H., W., et al., Efeito da resposta cromatográfica acentuada ou induzida pela matriz: estudo de casos em tomates, **Revista Analytica**, Abril/Maio, n° 34, 2008.

RODRIGUES, A. M. et al. Determination of several pesticides in water by solid-phase extraction, liquid chromatography and electrospray tandem mass spectrometry. **Journal of Chromatography A**, 1150, p. 267–278, 2007.

ÍNDICE REMISSIVO

A

Ácidos graxos insaturados 51, 125, 130

Acrocomia aculeata (jacq.) Lodd 49

Agaricus blazei 12, 13, 17

Agrotóxicos 205, 206, 207, 209, 210, 211, 212, 214

Água 8, 14, 21, 22, 23, 26, 27, 43, 59, 67, 80, 81, 84, 88, 91, 93, 94, 95, 96, 97, 98, 107, 112, 113, 116, 117, 133, 134, 135, 165, 168, 171, 176, 181, 188, 205, 206, 207, 208, 209, 210, 212, 214, 219, 220, 221, 224, 226, 227, 230, 232, 233, 234, 235, 236, 237, 239, 241

Alimentos funcionais 18, 19, 86

Alimentos ready-to-eat 125

Análise de Alimentos 108

Análise química, 55, 64

Análises físico-químicas 76, 103, 104, 107, 178

Artrópodes 164, 168, 169, 172

Avicultura 109, 110, 121, 122, 123

B

Babaçu 5, 29, 30, 31, 32, 33, 34, 35, 37, 38, 39

Bacillus cereus 40, 41, 42, 43, 44, 45, 46, 47, 182

Bactérias do ácido láctico 1, 2, 8

C

Caracterização anatômica 55

Chocolate intenso 18

Citral 88, 89, 90, 91, 101, 220, 240, 242

Citrus latifolia 216, 218, 244, 245

Coliformes 40, 42, 43, 44, 45, 46, 74, 80, 84, 86, 182

Composição centesimal 54, 55, 58, 59, 66, 67, 68, 69, 103, 108

Consumo 2, 8, 13, 27, 41, 50, 51, 57, 64, 75, 85, 110, 111, 112, 115, 116, 119, 125, 131, 144, 167, 169, 171, 172, 177, 180, 181, 205, 207, 214, 224, 231, 234, 237, 243

Cor do vinho 1, 3, 7, 8

Coxa 109, 110, 114, 115, 117, 118, 119, 120

Cultivo submerso 11, 12, 13, 14, 15

Cumbaru 6, 74, 75, 76, 77, 78, 80, 83, 85

D

Destilação 89, 90, 91, 93, 190, 235, 241, 242

Dpph• 11, 12, 14, 16

E

Eleutherine bulbosa 6, 54, 55, 56, 57, 58, 59, 60, 61, 62, 63, 64, 66, 68, 69, 71

Embutidos cárneos 103, 104, 108

Enologia 1, 3

Essência 89, 90, 99

F

Farinha de bagaço de malte 6, 74, 75, 76, 77, 78, 82, 83, 84, 85

Fermentação 5, 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9, 10, 11, 12, 19, 20, 75

Fermentação malolática 5, 1, 2, 3, 4, 6, 7, 8, 9, 10

G

Gilts 7, 147, 148, 149

H

Híbridos comerciais 6, 109, 110, 111, 117, 118, 119, 120

Hyperestrogenism 147

I

Inovação 5, 29, 38, 39, 52, 70, 166

L

Lima ácida 216, 217, 218, 219, 220, 221, 223, 224, 244, 245

Literatura científica 48, 183

M

Manteiga de cacau 18, 20, 21, 23, 24, 25, 26, 27

Mesocarpo 5, 29, 30, 31, 32, 33, 34, 35, 36, 37, 38

Monitoramento 45, 206

O

Organoaluminosilicate 147, 149, 150, 151

P

Peito 109, 110, 112, 115, 117, 118, 119, 120, 122

Ph 7, 153, 155

Potencial mercadológico 48

probióticos 18, 19, 20, 23, 25, 26, 27, 134

PROBIÓTICOS 23

Processamento 8, 5, 30, 40, 42, 45, 51, 76, 77, 79, 80, 122, 133, 145, 165, 166, 167, 179, 216, 222, 224, 225, 231, 232, 233, 234, 235

Prospecção 5, 20, 29, 30, 39, 59

R

Reproduction 147

Roedores 164, 167, 168, 169, 172, 176

S

Salmonela sp 40

Salsichas 103, 104, 106, 107, 108, 124, 133, 135, 136

Saudabilidade 50, 125, 133

Stability 7, 28, 139, 140, 142, 143, 144, 146, 153, 154, 160, 162, 163

Suco de limão 8, 216, 217, 218, 219, 220, 221, 223, 224, 225, 227, 231, 232, 233, 234, 235, 236, 237, 239, 245

T

Taninos 1, 2, 3, 5, 7, 8, 55, 58, 63, 64, 65, 68, 69, 72

Temperature 47, 153, 154, 155, 156, 158, 159, 160

Toxin binders 7, 147, 149

Tricologia 164, 168

V

Validação de método 206

Vigilância sanitária 40, 42, 44, 46, 69, 100, 164, 165, 166, 169, 171, 172, 174, 175, 182, 184, 185, 243, 246, 247

Vulvovaginitis 147, 148

Y

Yeast cell walls 147, 149, 152

Z

Zearalenone 7, 147, 148, 150, 152

www.atenaeditora.com.br
contato@atenaeditora.com.br
@atenaeditora
www.facebook.com/atenaeditora.com.br



ALIMENTOS: TOXICOLOGIA E MICROBIOLOGIA & QUÍMICA E BIOQUÍMICA

🌐 www.atenaeditora.com.br
✉ contato@atenaeditora.com.br
📷 @atenaeditora
📘 www.facebook.com/atenaeditora.com.br



ALIMENTOS: TOXICOLOGIA E MICROBIOLOGIA & QUÍMICA E BIOQUÍMICA