

DETERMINAÇÃO DO BISFENOL A E ÉTER DIGLICIDÍLICO DO BISFENOL A EM ALIMENTOS ENLATADOS

F. Vilarinho¹; A. Van der Kellen^{1,2}; R. Sendón³; Maria E. Figueira²; M. Fátima Vaz⁴; A. Sanches-Silva^{5,6}

¹Instituto Nacional de Saúde Doutor Ricardo Jorge (INSA, IP), I.P., Lisboa; ²Faculdade de Farmácia da Universidade de Lisboa, Lisboa; ³Departamento de Química Analítica, Nutrição e Bromatologia da Faculdade de Farmácia da Universidade de Santiago de Compostela, Espanha; ⁴IDMEC, Instituto Superior Técnico, Departamento de Engenharia Mecânica, Universidade de Lisboa., Lisboa, Portugal; ⁵Instituto Nacional de Investigação Agrária e Veterinária, I. P., Vairão, Vila do Conde; ⁶Centro de Estudos de Ciência Animal, Universidade do Porto, Porto.

INTRODUÇÃO

O Bisfenol A (BPA) é um composto químico produzido a larga escala. A produção mundial de BPA por ano é superior a 3,5 milhões de toneladas. Devido às suas características de resistência e elasticidade é utilizado na produção de diversos produtos, como policarbonato e resinas epóxi. As resinas epóxi são obtidas comercialmente a partir da reação entre o bisfenol A e a epícloridrina que resulta no éter diglicidílico de bisfenol A, também conhecido como BADGE e estão presentes no revestimento de embalagens de alimentos enlatados. A União Europeia estabeleceu um limite de migração específica (LME) para o BPA de 0,6 mg/kg de alimento (*Regulamento (EU) nº 10/2011 da comissão 2011*).

MATERIAIS E MÉTODOS

Foram analisadas 12 amostras de pescado enlatado, de diferentes marcas, disponíveis no mercado português, no período de Janeiro a Julho de 2017. Os parâmetros de validação determinados foram:

A Tabela 1 faz referência às condições cromatográficas do método.

Tabela 1: Condições cromatográficas do método de UHPLC-FL

Parâmetros	Condições cromatográficas
Pré-coluna	Pré-coluna UPLC® BEH Shield RP18 (2,1 x 5 mm, 1,7 µm tamanho de partícula) (Waters, Milford, MA, EUA)
Coluna cromatográfica	Coluna ACQUITY UPLC® BEH Shield RP18 (2,1 x 100 mm, 1,7 µm tamanho de partícula)
Composição da fase móvel	(A) Água; (B) Acetonitrilo
Modo de eluição	Gradiente
Fluxo da fase móvel	0,3 mL/min
Temperatura da coluna	25 °C
Detetor	Fluorescência (λ _{excitação} : 200-297 nm λ _{emissão} : 317 nm)
Volume de injeção	10 µL

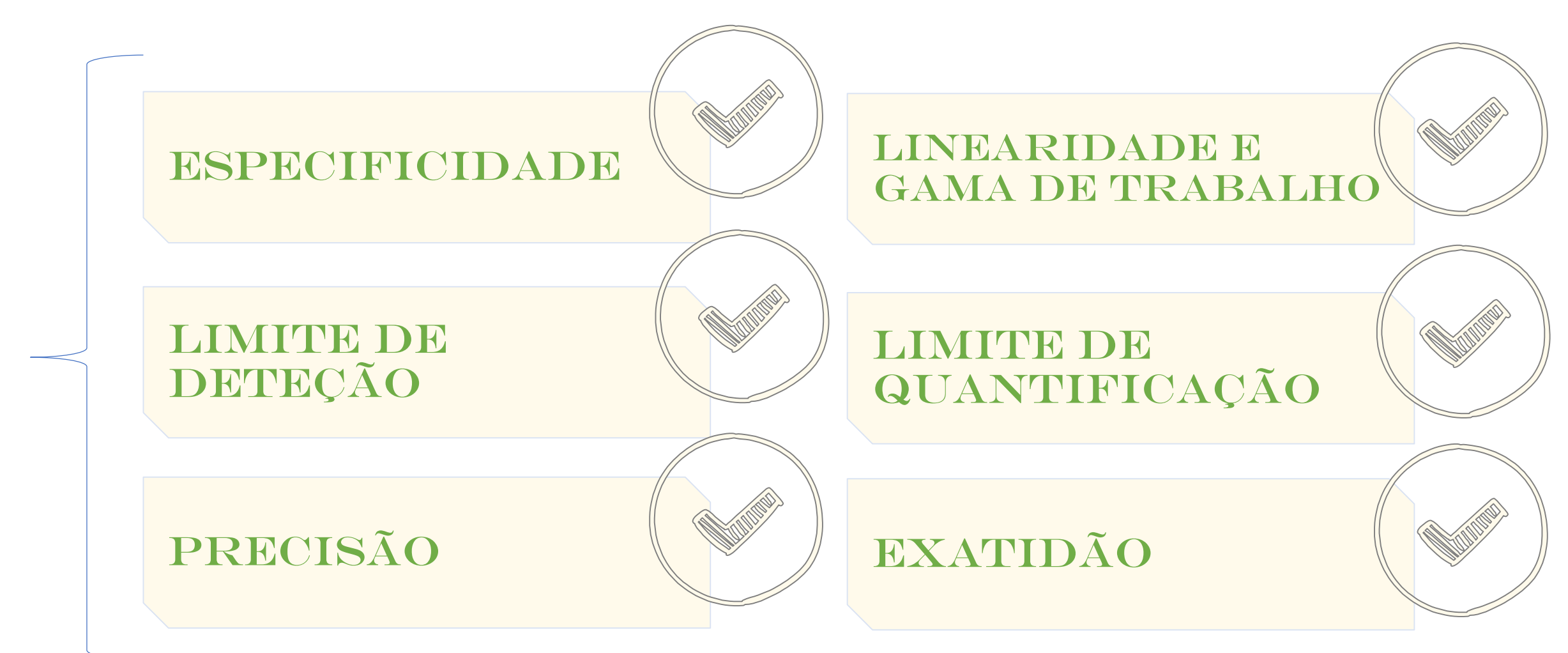
Os valores da precisão, avaliada através da determinação da repetibilidade e precisão intermédia (expressos em % de desvio padrão relativo) encontram-se em conformidade com os critérios de validação para métodos analíticos, tendo sido sempre inferiores a 4,9% e a recuperação foi aceitável nos 4 níveis de fortificação testados (Tabela 3). O método de extração efetuado nas amostras, para os ensaios de recuperação, segue o método de Fattore *et al.* (2015)

Tabela 3: Valores de Repetibilidade e Precisão intermédia dos compostos BPA e BADGE a 4 níveis de fortificação.

Compostos	Nível de fortificação (mg/kg)	Repetibilidade		Precisão Intermédia	
		Recuperação (Média ± SD)	RSD (%)	Recuperação (Média ± SD)	RSD (%)
BPA	0,4	108 ± 2,9	2,71	107 ± 4,7	4,42
	0,6	106 ± 3,5	3,29	108 ± 4,0	3,73
	0,8	109 ± 0,8	0,78	107 ± 2,6	2,45
	1,2	110 ± 1,1	1,0	109 ± 1,8	1,61
BADGE	0,4	83 ± 1,5	1,80	84 ± 2,4	2,88
	0,6	80 ± 1,1	1,40	84 ± 4,1	4,91
	0,8	81 ± 0,9	1,13	84 ± 2,3	2,79
	1,2	81 ± 0,9	1,08	83 ± 1,8	2,13

OBJECTIVO

O presente trabalho teve como propósito a determinação de BPA e de BADGE em materiais em contato com alimentos. Neste sentido, procedeu-se ao desenvolvimento, otimização e validação de um método para determinação destes dois compostos por Cromatografia Líquida de Ultra Eficiência acoplada a um Detetor de Fluorescência (UHPLC-FL).



RESULTADOS E DISCUSSÃO

O método descrito é linear ($r^2 > 0,9998$) na ampla gama de trabalho utilizada para os dois compostos em estudo. Na Tabela 2 encontram-se representadas: a gama de trabalho, a equação das curvas de calibração e os valores do coeficiente de determinação.

Tabela 2: Linearidade do método para determinar BPA e BADGE simultaneamente por UHPLC-FL.

Linearidade			
Compostos	Intervalo de linearidade (µg/mL)	Curva de calibração	r ²
BPA	0,025 - 5	$Y = 24,6 * 10^6 x + 6,0 * 10^5$	0,9998
BADGE	0,025 - 10	$Y = 37,7 * 10^6 x + 2,3 * 10^5$	0,9999

Na Figura 1 podemos observar o cromatograma obtido com as condições otimizadas do método, de uma solução mistura dos padrões, onde é possível observar uma boa resolução dos picos e a ordem de eluição dos compostos.

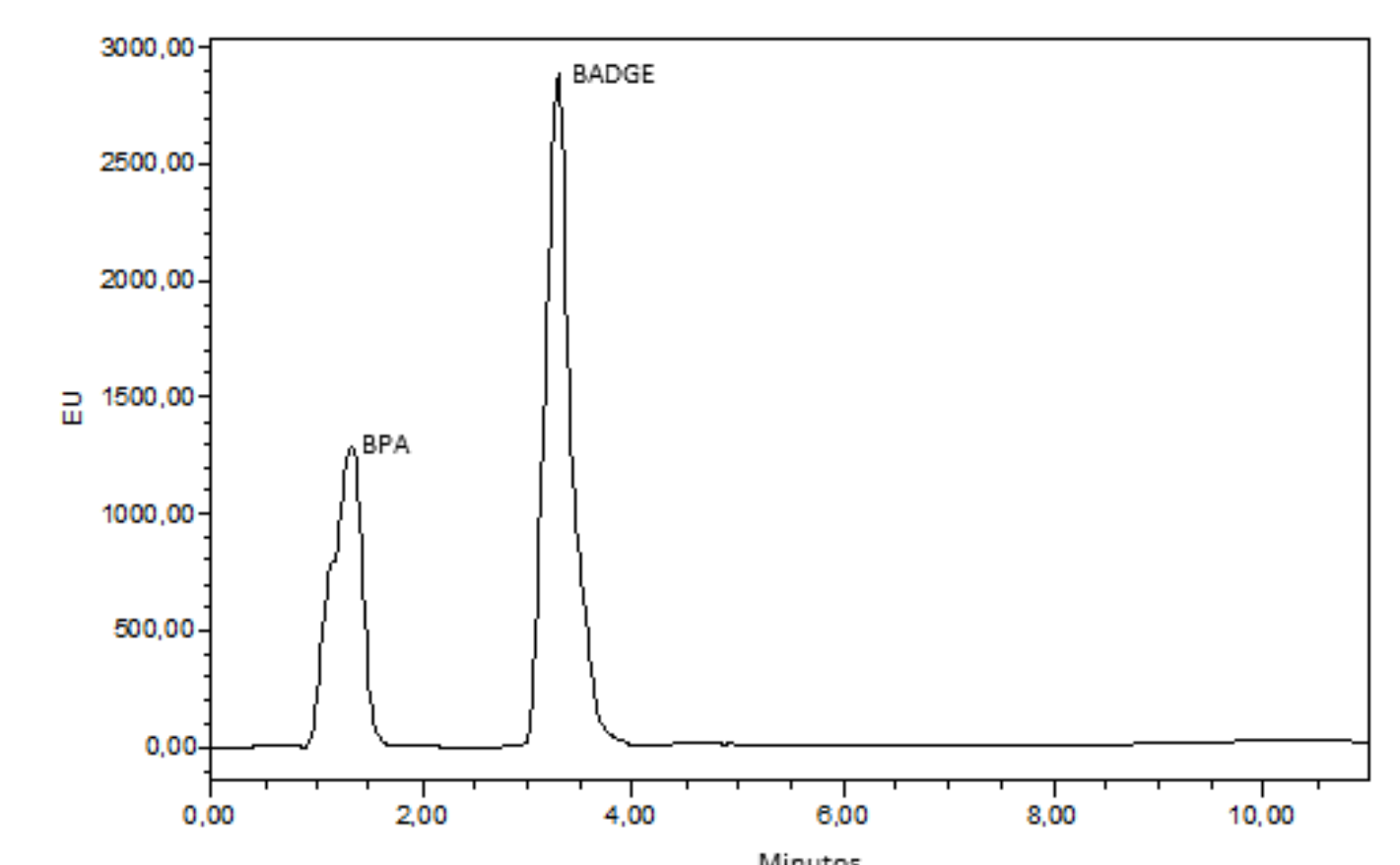


Figura 1: Cromatograma obtido por UHPLC-FL; λ_{excitação} = 230 e λ_{emissão} = 317 nm, a partir de uma solução mistura de BPA e BADGE.

CONCLUSÃO

Os resultados deste estudo, mostram que estamos perante um método adequado para a determinação de bisfenóis em alimentos enlatados. Para além disso, demonstram que os produtos enlatados analisados são seguros no que respeita à migração de BPA e BADGE.

REFERÊNCIAS

- Fattore, M., Russo, G., Barbato, F., Grumetto, L. & Albrizio, S. (2015). Monitoring of bisphenols in canned tuna from Italian markets. Food and Chemical Toxicology, 83, 68–75;
- Regulamento (UE) No 10/2011 da Comissão, 2011, Jornal Oficial da União Europeia.

AGRADECIMENTOS

O presente trabalho insere-se no projeto “Desenvolvimento de metodologias para avaliação de componentes de embalagens alimentares poliméricas e determinação das suas propriedades estruturais e mecânicas (2016 DAN 1283), financiado pelo Instituto Nacional de Saúde Doutor Ricardo Jorge.