

Desenvolvimento e validação de metodologia analítica empregando CLAE-UV para determinar fungicida tebuconazol em farelo de arroz.

Ednei G. Primel*(PQ)¹, Eliana B. Furlong (PQ)¹, Viviane de M. S. Rodrigues (PG)¹, Débora C. Vieira (IC)¹, Renato Zanella (PQ)²

¹FURG-Departamento de Química, Campus Carreiros, Avenida Itália km 08, CEP.:96201-900 dqmednei@furg.br

²UFSM-Departamento de Química, Campus UFSM, CEP 97105-900

Palavras Chave: Validação, Tebuconazol, Farelo de arroz.

Introdução

A produção mundial de arroz em 2003, foi de 589.125.843 toneladas. O Brasil foi o nono produtor mundial e o primeiro da América Latina com produção de 10.319.925 toneladas. O Rio Grande do Sul participou com 4.708.695 toneladas na safra 2002-2003, sendo essa cultura uma de suas principais fontes econômicas¹. No cultivo do arroz são utilizados pesticidas para manter a boa qualidade do arrozal dentre estes se encontra o fungicida tebuconazol, sistêmico de ação protetora, curativa, e erradicante, mundialmente utilizado na agricultura, pertencente ao grupo químico triazol. Porém o consumo de triazóis cronicamente por humanos e animais pode acarretar danos ao metabolismo humano e animal, variando desde a limitação de absorção de nutrientes até efeitos tóxicos inespecíficos.

Após sua aplicação ele pode se distribuir na casca, no grão ou no farelo do arroz, caso isto ocorra o uso do farelo em formulações alimentícias para consumo humano ou animal é uma situação de risco, especialmente porque o farelo é largamente empregado para compor multi-mistura em diferentes regiões do país².

O objetivo desse trabalho é desenvolver e validar uma metodologia analítica empregando CLAE-UV para investigar a ocorrência do fungicida tebuconazol no farelo do arroz. Os parâmetros avaliados na etapa de validação foram curva analítica, linearidade, precisão (intermediária e repetibilidade), exatidão (recuperação), LOD e LOQ,

Resultados e Discussão

O sistema cromatográfico empregado foi bomba isocrática Merck-Hitachi D6000, detector Kratos Spectroflow 783, e sistema de aquisição de dados PK-DOS, coluna Bondesil C18 (250x4,5 d.i, 5 µ), injetor Rheodyne 7010 com "loop" de 20 µL. A Fase móvel MeOH/água 80:20 v/v ajustada até pH 4,00 com ácido fosfórico 1:1, vazão de 0,8 mL min⁻¹ foi a que apresentou um tempo de retenção de 7,45 min. sem interferências da matriz. O comprimento de onda escolhido foi de 222 nm onde obteve-se melhor resposta. O limite de quantificação do método foi de 0,31 mg L⁻¹.

29ª Reunião Anual da Sociedade Brasileira de Química

A curva analítica $y=a+bx$ ($y=6,97+32,08x$) apresentou linearidade dentro da faixa de 0,625 até 25 mg L⁻¹ com um valor de $r^2=0,9992$. A precisão foi avaliada preparando-se as soluções analíticas (0,625; 1,25; 2,50; 5,00; 8,00; 10,0 e 25,00 mg L⁻¹) por diferentes analistas e injetando-se as mesmas em triplicata em dias diferentes e, os resultados obtidos, em termos de Desvio Padrão Relativo Percentual, foram todos menores do que 15% valor recomendado pela literatura. Para avaliar a exatidão do procedimento realizaram-se ensaios de fortificação ao nível de 1 mg kg⁻¹, onde foi adicionado 5 mL da solução 1 mg L⁻¹ da solução analítica do tebuconazole em 5,0 g do farelo de arroz, evaporou-se o solvente a temperatura do laboratório e extraiu-se com 10 mL de Acetonitrila e injetou-se uma alíquota no sistema CLAE-UV, obteve-se um valor médio de recuperação de 82%.

Conclusões

Os resultados obtidos até o momento permitem concluir que o procedimento proposto é simples e eficiente, apresentando precisão e exatidão dentro dos parâmetros recomendados pela literatura, podendo ser portanto aplicado na rotina do laboratório para investigar a ocorrência desse fungicida em amostras comerciais do farelo de arroz.

Agradecimentos

FAPERGS, CNPq, LARP-UFSM, Milenia.

¹ Food and Agriculture Organization of the United Nations. FAO, FAOSTAT Database. Disponível em:<http://faostat.fao.org> acesso em 12/2005.

² Silva, M. A. da; Sanches, C.; Amarante, E. R. Farelo de Arroz, composição e propriedades. **Óleos e Grãos**. São Paulo: Ed. Aden, Ano X, n° 61, p. 34-42, jul/ago, 2001.