

Desenvolvimento de Método para Análise de Resíduos de Pesticidas em Manga utilizando MSPD e GC-MS.

Alberto Martins* (IC), Haroldo Silveira Dórea (PQ) e Sandro Navickiene (PQ).

Laboratório de Análise de Compostos Orgânicos Poluentes (LCP). Departamento de Química. Universidade Federal de Sergipe. Av. Marechal Rondon, s/n. Jardim Rosa Elze. São Cristóvão/SE. Tel: (079) 3212-6654.

*e-mail: alberto.chem@gmail.com

Palavras Chave: manga, pesticidas, GC-MS.

Introdução

A manga e outras frutas são susceptíveis à ação de pragas e, portanto, recebem uma grande quantidade de pesticidas durante o cultivo. Conseqüentemente, o tratamento com pesticidas deixa resíduos nas mangas, os quais podem representar um risco potencial à saúde da população, principalmente quando são consumidas in natura. Desta forma, métodos analíticos rápidos e eficientes têm de ser desenvolvidos para verificar se os níveis de concentração dos pesticidas estão de acordo com os estabelecidos pela legislação brasileira, a fim de resguardar a saúde do consumidor. Em vista disso, o presente trabalho objetiva desenvolver método para determinação de resíduos de seis pesticidas de diferentes grupos químicos, quais sejam: triclorfom, carbofurano, pirimetanil, tetraconazol, tebuconazol e fentiona em matriz de manga. O método é baseado nas técnicas da dispersão da matriz em fase sólida (MSPD) e cromatografia gasosa com espectrometria de massas (GC-MS).

Resultados e Discussão

As condições cromatográficas para a análise simultânea de triclorfom, carbofurano, pirimetanil, tetraconazol, tebuconazol e fentiona foram otimizadas em um cromatógrafo gasoso acoplado a espectrômetro de massas. Para tanto, soluções-padrão em mistura destes pesticidas foram avaliadas sob diferentes rampas de temperatura, utilizando uma coluna capilar DB-5 (5% fenil-95% dimetilpolisiloxano), injeção no modo splitless e operando inicialmente o espectrômetro de massas no modo SCAN para determinação dos tempos de retenção e para a obtenção dos íons para cada um dos pesticidas a serem utilizados no modo de monitoramento de íons selecionados (SIM). Hélio (99,999%) foi utilizado como gás de arraste. A programação de temperatura mais adequada nas análises foi: 60°C (1min), 10°C/min até 300°C (10 min). Os gráficos analíticos para estes pesticidas foram obtidos com coeficientes de determinação variando entre 0,998 e 0,999. Isto posto, o procedimento por dispersão da matriz em fase sólida está sendo desenvolvido, testando-se diferentes

quantidades de adsorventes como Florisil e C₁₈ (0,5 e 1,0 g), como também dos solventes (10 e 20 mL) para eluição dos pesticidas, tais como: acetato de etila, diclorometano, acetona e diferentes proporções entre eles. A coluna de MSPD foi preparada em uma seringa de polietileno de 20 mL de capacidade, colocando-se lã de vidro como base de sustentação, adicionando-se em seguida 2 g de sulfato de sódio anidro. Em seguida, o homogeneizado da matriz de manga (2,0 g) com Florisil foi transferido para a coluna e distribuído uniformemente. A eluição foi realizada com acetona:diclorometano (8:2, v/v) com auxílio de vácuo e com velocidade de fluxo constante. O eluato foi concentrado por evaporação do solvente em evaporador rotatório (65kPa, 45°C) até 2 mL e, em seguida, sob suave corrente de N₂ até 1 mL. A alíquota de 1µL foi analisada por GC-MS.

Conclusões

As condições cromatográficas de análise para os pesticidas selecionados foram estabelecidas por GC-MS no modo de monitoramento de íons selecionados (SIM). Resultados preliminares do estudo de recuperação indicaram que uma coluna de MSPD constituída pelo homogeneizado de 2,0 g de manga com 1,0 g de Florisil e eluição com 20 mL da mistura de solventes acetona:diclorometano (8:2, v/v) foi a mais eficiente na extração de alguns dos princípios ativos da matriz de manga, visto que com este sistema foi possível obter uma porcentagem de recuperação superior a 65% para carbofurano, pirimetanil, tetraconazol, triclorfom e tebuconazol e fentiona, considerando a concentração de fortificação de 0,5 mg/kg. Diante do exposto, experimentos adicionais estão sendo efetuados para melhorar as porcentagens de recuperação destes pesticidas da matriz de manga.

Agradecimentos

Alberto Martins e Sandro Navickiene agradecem à FAPITEC/FUNTEC/CNPq/MCT pelas bolsas de estudo e pelo auxílio financeiro concedidos.