

Otimização de Procedimento para Análise de Resíduos de Pesticidas em Banana utilizando MSPD e GC-MS.

Adriano Aquino* (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) 2105-6654.

*e-mail: aquinolp@gmail.com

Palavras Chave: Palavras Chave: banana, pesticidas, MSPD, GC-MS.

Introdução

A banana 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 bananas, 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 cinco pesticidas de diferentes grupos químicos, quais sejam: carbofurano, pirimetanil, tetraconazol, tebuconazol e imazalil em matriz de banana. 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 carbofurano, pirimetanil, tetraconazol, tebuconazol e imazalil 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 (3 min). Os gráficos analíticos para estes pesticidas foram obtidos com coeficientes de determinação variando entre 0,9889 e 0,9984. 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 (20 e 40 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 1 g de sulfato de sódio anidro. Em seguida, o homogeneizado da matriz de banana (2,0 g) com Florisil (1,0g) foi transferido para a coluna e distribuído uniformemente. A eluição foi realizada com hexano: acetato de etila (1:1, v/v). O eluato foi concentrado por evaporação do solvente em evaporador rotatório (65kPa, 35°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 banana com 1,0 g de Florisil e eluição com 40 mL da mistura de solventes hexano:acetato de etila (1:1, v/v) foi a mais eficiente na extração dos princípios ativos da matriz de banana (nível de fortificação 4mg/kg), sendo que alguns dos valores percentuais de recuperação obtidos foram acima de 174%, ou seja, além da faixa aceitável para análise de resíduos de pesticidas, evidenciando efeito da matriz. Diante do exposto, experimentos adicionais estão sendo efetuados para melhorar as porcentagens de recuperação e desconsiderar o efeito da matriz destes pesticidas da matriz de banana.

Agradecimentos

Adriano Aquino e Sandro Navickiene agradecem ao CNPq pela bolsa ATM.