

Determinação de metomil em amostras de couve-manteiga utilizando biossensor amperométrico e cromatografia líquida de alta eficiência.

Josiane Caetano (PG)*, Sergio A. S. Machado (PQ).

e-mail: caetano@iqsc.usp.br

GMEME, Instituto de Química de São Carlos, USP CP 780, 13560-970, São Carlos, SP

Palavras Chave: Biossensor, HPLC, metomil, Lannate[®].

Introdução

O metomil é um pesticida utilizado como inseticida e acaricida em diversas culturas, pertencente ao grupo das metilcarbamatos de oxima e possui classe toxicológica I, ou seja, extremamente tóxico, sendo o Lannate[®] a formulação mais utilizada deste pesticida para o controle de pragas. Este é recomendado para as culturas de algodão, batata, couve, brócolis, repolho, milho, soja, tomate e trigo¹, sendo que o LMR permitido pela ANVISA de metomil em couve é de 3,0 mg / Kg. A exposição deste a seres humanos leva a inibição da enzima acetilcolinesterase. Desta forma, o objetivo deste trabalho é a determinação do pesticida metomil em amostras de couve utilizando o biossensor baseado na enzima acetilcolinesterase e a cromatografia líquida de alta eficiência (HPLC).

Resultados e Discussão

A determinação analítica do pesticida metomil em amostras de couve foi realizada utilizando-se o biossensor enzimático. As medidas foram realizadas em meio de tampão fosfato 0.1 mol L⁻¹ e pH = 7,4 contendo o substrato iodeto de acetiltiocolina na concentração de 2,0x10⁻³ mol L⁻¹.

O tempo de incubação do eletrodo na solução de carbaril foi de 12 minutos.

Para as medidas de HPLC utilizou-se como fase móvel acetonitrila e água, na proporção de 50:50 v/v, com fluxo de 1 mL por minuto. O comprimento de onda monitorado foi de 230 nm.

Estabelecidas as melhores condições para ambas as técnicas, curvas analíticas foram construídas no intervalo de concentração de 0,90 a 75,0x10⁻⁶ mol L⁻¹ para o biossensor e de 0,05 a 10,0x10⁻⁶ mol L⁻¹ para o HPLC. Os limites de detecção (LD = 3S_b/b) obtidos para o carbaril foram de 30,8µg L⁻¹ e 0,15 µg L⁻¹, respectivamente.

A potencialidade dessas curvas foi testada em couves obtidas no comércio local com as amostras dopadas nas concentrações de 2,0 e 5,0x10⁻⁶molL⁻¹. No caso do biossensor, as amostras foram apenas trituradas. Observou-se 230% de recuperação na concentração de 2,0x10⁻⁶ molL⁻¹ e que não foi

possível calcular para 5,0x10⁻⁶, já que a porcentagem de inibição encontra-se fora da curva analítica. No caso do HPLC, tornou-se necessário a

utilização da extração MSPD (desorção de matriz em fase sólida), levando a um maior tempo no preparo das amostras. As recuperações foram de 85,0 e 78,0%. A figura 1 mostra medidas com a couve contaminada.

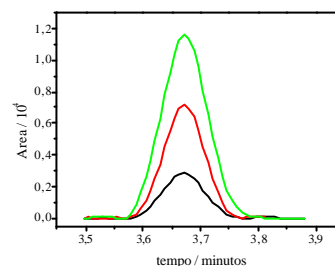


Figura 1: Cromatogramas obtida para o Lannate[®] na amostra de couve-manteiga nas concentrações: 0 (¼), 2,0 (¾) e amostra dopada com mais 2,0x10⁻⁶ mol L⁻¹ (¾).

Pode-se observar que na amostra contendo apenas a couve sem a dopagem com o pesticida, houve o surgimento de um pico e ao dopar esta amostra por mais duas vezes ocorreram novos aumentos, indicando a existência de contaminação da amostra pelo metomil. Assim, houve a necessidade de analisar uma nova amostra de couve, obtendo-se recuperações (concentrações anteriores) de 95,0 e 90,2% para o biossensor e de 57,0 e 58,0%, para o HPLC. Os baixos valores obtidos por HPLC indicam que aproximadamente um quarto da recuperação anterior é referente à contaminação da amostra, além de mostrar que a HPLC nas condições experimentais utilizadas neste trabalho, não é a melhor técnica para a determinação deste pesticida em couve.

Conclusões

A utilização do biossensor baseado na enzima acetilcolinesterase mostrou-se eficiente para a determinação de metomil em couve, apresentando uma resposta rápida, além da eliminação do efeito da matriz. Desta forma, a metodologia desenvolvida é viável para esse tipo de análise.

Agradecimentos

FAPESP proc. 03/07653-8, CAPES e CNPq.

i - Du Pont: Lannate[®]. Disponível em:
<<http://www.dupontagricola.com.br>> acesso em: 26 de out. 2006.