

Determinação de resíduos de pesticidas em manga por MEFS e CG-EM

Adalberto Menezes Filho^{1,2} (PG), Fábio Neves dos Santos¹ (IC), Pedro Afonso de Paula Pereira¹(PQ)*
pedroapp@ufba.br.

¹Instituto de Química, Universidade Federal da Bahia, Campus Universitário de Ondina, 40.170-290, Salvador-BA

² Centro Federal de Educação Tecnológica de Sergipe, Aracaju-SE.

Palavras Chave: Manga, resíduos, pesticidas, MEFS-CG/EM.

Introdução

A manga da espécie Tommy Atkins é originária da Flórida, EUA. Sua polpa é rica nas vitaminas A, B, C e sais minerais, possui textura firme e consistente que perfaz 80% do peso do fruto e tem 15% de sólidos solúveis. Devido a sua alta produtividade e boa vida de prateleira é uma das variedades mais cultivadas mundialmente para exportação. No Brasil, os pólos de Juazeiro (BA) e Petrolina (PE) no Vale do São Francisco, concentram mais de 90% da produção exportada pelo país. Para conseguir alta produtividade é comum o controle químico de pragas como antracnose, cigarrinha, cochonilhas, microácaros e moscas-das-frutas. Este trabalho teve como objetivo o desenvolvimento e aplicação de uma metodologia analítica, baseada em MEFS¹ e análise por CG-EM, para determinar resíduos dos pesticidas carbofuran, fention, bifentrina, permetrina e difenoconazol em polpas de manga.

Resultados e Discussão

As extrações foram realizadas em amostras de manga (3,0g do fruto + 10,0 mL de água) fortificadas com solução dos pesticidas em concentração de 1,0 µg mL⁻¹, utilizando uma fibra de PA (85µm). A dessorção térmica foi realizada no injetor (modo splitless) de um cromatógrafo Varian 3900 acoplado ao espectrômetro de massas Varian Saturn 2100T, nas seguintes condições: coluna capilar VF-5MS (30m x 0,25mm x 0,25µm), programação do forno: 60°C(1min) – 20°C/min – 190°C(1min) – 3°C/min – 220°C – 5°C/min – 240°C – 3°C/min – 260°C – 5°C/min – 300°C. Inicialmente foram realizadas a seleção da fibra (PA, PDMS e PDMS-DVB) e do modo de operação (*headspace* e imersão direta) com o objetivo de extrair o maior número de pesticidas. Os melhores resultados foram obtidos por imersão direta com a fibra recoberta por poliacrilato (PA). Em seguida foi avaliada a temperatura (250, 280 e 300°C) e tempo (3, 4 e 5 min) de dessorção, temperatura (50, 75 e 90°C) e tempo (15, 30 e 45 min) de extração, velocidade de agitação (150, 250 e 350 rpm) e o efeito da força iônica com adição de NaCl (0,25, 0,50 e 0,75 g). As condições ótimas foram obtidas com dessorção a 280°C por 4 min, extração a 75°C por 30 min com agitação de 350 rpm. A presença do sal não foi significativa na extração. A faixa linear de trabalho estabelecida foi de 10,0 a 370 µg kg⁻¹ (Carbofuran,

fention, befentrina e permetrina) e de 50 a 370 µg kg⁻¹ (difenoconazol). As recuperações relativas foram calculadas a partir de extrações dos pesticidas em água e na presença da matriz, em dois níveis de concentração, tomando como referência os valores dos LMRs estabelecidos pela ANVISA. Sendo a MEFS uma técnica não exaustiva, as recuperações podem ser baixas, conforme se constata na literatura². Compostos menos polares, como a bifentrina ($k_{ow} = 10^6$) e a permetrina ($k_{ow} = 753$), apresentam uma maior afinidade pela matriz, quando comparados aos polares, o que pode explicar suas menores recuperações. Os limites de detecção e quantificação variaram de 3,32 a 15,05 µg kg⁻¹ e 9,98 a 50,17 µg kg⁻¹, respectivamente (Tabela 1).

Tabela 1. Recuperações relativas (n=3), limite de detecção (LD), limite de quantificação (LQ) e o limite máximo de resíduos (LMR).

Compostos	Recuperações relativas (%)		LD µg kg ⁻¹	LQ µg kg ⁻¹	LMR µg kg ⁻¹
	50,0 µg kg ⁻¹	200,0 µg kg ⁻¹			
Carbofuran	59,33	68,25	8,47	28,26	50,0
Fention	27,62	26,82	3,32	9,98	50,0
Bifentrina	1,70	1,90	3,32	9,98	100,0
Permetrina	1,96	1,53	3,32	9,98	-
Difenoconazol	20,55	25,05	15,05	50,17	200,0

O método desenvolvido foi aplicado na análise de amostras de manga adquiridas em diferentes pontos comerciais na cidade de Salvador- BA.

Conclusões

O método desenvolvido apresenta uma faixa linear de trabalho que contempla os LMRs estabelecidos pela ANVISA, tendo também limites de quantificação inferiores a estes valores. Na análise de mangas comercializadas em Salvador foram detectados resíduos de fention na concentração de 18 µg kg⁻¹ e de bifentrina em 80% das amostras analisadas, porém, em concentrações abaixo do limite de quantificação.

Agradecimentos

PRONEX, FAPESB, CNPq, FINEP, CAPES, ANEEL

¹ Ouyang, G. e Pawliszyn, J. *Trends in Anal. Chemistry*. **2006**, 25, 692.

² Fytianos, K. et al, *Chemosphere*. **2006**, 65.