

## Método cromatográfico (GC-TSD) para análise de pesticidas organofosforados no ar .

Flavio Soares Silva<sup>1\*</sup> (PG), Jéssica Ribeiro Chiaradia<sup>1</sup> (IC), Aline Varella Rodrigues<sup>1</sup>(IC), Mary Rosa R. de Marchi<sup>1</sup> (PQ) e Carlos Sérgio da Silva<sup>2</sup>(PQ)

<sup>1</sup>Instituto de Química da UNESP-Araraquara. Rua Francisco Degni, s/n, Araraquara-SP.

<sup>2</sup>Fundacentro – Ministério do Trabalho e Emprego. Rua Capote Valente, 710 – São Paulo –SP

\*flavioss@iq.unesp.br

Palavras Chave: organofosforados, GC/TSD, ar.

### Introdução

O cultivo da macieira é uma atividade relativamente recente no Brasil. No início da década de 1970, a produção anual de maçãs era de cerca de 1.000 toneladas. Com incentivos fiscais e apoio à pesquisa e extensão rural, o Sul do Brasil aumentou a produção de maçãs em quantidade e em qualidade, fazendo com que o país passasse de importador a auto suficiente e com potencial de exportação. Na safra de 2001, aproximadamente 2700 produtores estiveram envolvidos na cultura e a área plantada foi de cerca de 30.000 ha, com produção de 800.000 toneladas<sup>1</sup>. Apesar da criação do Programa de Desenvolvimento da Fruticultura (PROFRUTA), em 2000 pelo Ministério da Agricultura, que dentre outras ações prevê a diminuição do uso de pesticidas, a cultura de maçãs ainda é uma das que mais utilizam inseticidas, principalmente os organofosforados.. Visando a proteção da saúde dos trabalhadores que aplicam estes pesticidas na lavoura, a Fundacentro (Ministério do Trabalho), unidade de Santa Catarina, desenvolveu uma cabine para tratores utilizados nesta atividade. Este trabalho, que está inserido em um projeto de colaboração UNESP-Fundacentro, apresenta os resultados iniciais do desenvolvimento de um método para análise de pesticidas organofosforados no interior de tais cabines, para avaliação da eficiência deste dispositivo na diminuição da exposição ocupacional

### Experimental

Os pesticidas estudados foram: clorpirifos, fenitroton, malation e metidation. Através de uma solução padrão contendo os analitos de interesse otimizou-se a resolução cromatográfica e a resposta do detector termoionico. Vários parâmetros foram estudados, como rampas de aquecimento, fluxo de gás make up (N<sub>2</sub>), razão entre os gases de queima (H<sub>2</sub> e ar). O equipamento utilizado foi o GC 3800 Varian equipado com uma coluna DB-5 (30m x 0,25 mm 0,25 µm de espessura do filme). Curvas analíticas foram construídas para cada analito, e os limites de detecção e quantificação foram determinados de acordo com as normas da IUPAC<sup>2</sup>. O método de amostragem destes compostos para avaliação da exposição ocupacional, inclui o uso de

31ª Reunião Anual da Sociedade Brasileira de Química

tubos de amostragem (OS-2) contendo filtros de fibra de quartzo em conjunto com duas camadas de XAD-2, conectados a uma bomba de baixa vazão<sup>3</sup>. Para uma avaliação inicial da recuperação do método adicionou-se ao tubo de amostragem 20 a 2000 µg de cada um dos analitos, após um tempo de contato de 4 horas o filtro e o sorvente enriquecidos foram submetidos a extração em banho de ultrassom (30 minutos) com uma mistura tolueno:acetona (9:1 v/v). O extrato foi analisado por GC/TSD nas condições otimizadas.

### Resultados e discussão

.As condições otimizadas foram: temperatura da coluna: isoterma 200°C, temperatura do injetor: 250°C, temperatura do TSD: 300°C, nitrogênio (make-up): 15 mL min<sup>-1</sup>, H<sub>2</sub> (chama): 2 mL min<sup>-1</sup> e Ar (chama): 60 mL min<sup>-1</sup>. Gás de arraste (H<sub>2</sub>) mantido em 1 mL min<sup>-1</sup>. Verificou-se que a resolução cromatográfica foi excelente (R<sub>s</sub>>2) e o tempo de análise adequado (15 minutos).

Os limites de detecção (LD) variaram de 4,8 a 8,8 ng e o de quantificação de 15,8 a 29,0 ng. A resposta do sistema cromatográfico aos organofosforados estudados apresentou-se também bastante sensível, com coeficientes angulares da curva área vs concentração maiores que 2300.

A recuperação obtida para o sistema de amostragem enriquecido com os analitos, variou entre 90-95% com CV (triplicatas) menor do que 8% para todos os compostos.

### Conclusões

Os dados obtidos até o momento apontam para a adequação do método aos propósitos do estudo colaborativo supra citado. Os estudos prosseguem no sentido de avaliar o desempenho do método em outras concentrações do analito para estabelecimento do intervalo de trabalho, que orientará a estratégia de amostragem para o estudo de avaliação da exposição ocupacional no interior das cabines.

### Referências

(1) EMBRAPA. Produção integrada da maçã no Brasil. Disponível em <http://sistemasdeproducao.cnptia.embrapa.br/>. Acesso em 01/fev/2008

*Sociedade Brasileira de Química ( SBQ)*

(2) CHUI, Q.S.H. et al. Os limites de detecção considerando a incerteza da função calibração. Disponível em <http://www.banasmetrologia.com.br/textos.asp?codigo=2266&secao=revista>. Acesso em 29/jan/2008

(3) NIOSH. Organophosphorus pesticides. Manual of Analytical Methods. Method 5600. NIOSH, 1994.

## **Agradecimentos**

FACTE