

DESENVOLVIMENTO DE MÉTODO PARA DETERMINAÇÃO DE RESÍDUOS DE PESTICIDAS EM PLANTAS MEDICINAIS POR MSPD E GC/MS

Pedro Henrique Viana de Carvalho (PG); 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: sandnavi@ufs.com

Palavras Chave: plantas medicinais, pesticidas, MSPD, GC/MS.

Introdução

A fitoterapia se constitui em um tipo de medicina alternativa. As plantas medicinais são a principal fonte de suporte para este tipo de terapia e estão sujeitas a ação de pragas como insetos e doenças que podem comprometer ou inviabilizar seu desenvolvimento ocasionando perdas econômicas. Pesticidas de diferentes grupos químicos são aplicados para controlar ação destas pragas. Todavia, este tratamento pode deixar resíduos que venham a comprometer a saúde dos consumidores. A Legislação Brasileira demonstra preocupação com a qualidade dos fitoterápicos, porém pode-se constatar que muitos destes medicamentos disponíveis no mercado não apresentam controle adequado do teor de princípios ativos e de compostos tóxicos como os pesticidas. Desta forma, há a necessidade de metodologias analíticas para a determinação de resíduos de pesticidas em plantas medicinais. Em vista disso, este trabalho objetiva desenvolver método baseado nas técnicas da dispersão da matriz em fase sólida (MSPD) e cromatografia gasosa acoplada a espectrometria de massas (GC/MS) para determinar resíduos dos pesticidas fosfolona, pirimicarbe, tetradifona, chlorpropham e bifentrina em plantas medicinais.

Resultados e Discussão

As condições cromatográficas para a análise simultânea de fosfolona, pirimicarbe, tetradifona, chlorpropham e bifentrina foram otimizadas em um cromatógrafo gasoso acoplado a espectrômetro de massas da marca Shimadzu, modelo QP-5050A. Para tanto, soluções-padrão em mistura destes pesticidas foram avaliadas sob diferentes rampas de temperatura, utilizando uma coluna capilar DB-5MS (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 a obtenção dos íons dos pesticidas, a fim de serem utilizados para a quantificação 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

31ª Reunião Anual da Sociedade Brasileira de Química

(1 min), 10 °C/min até 300 °C (5 min). Os gráficos analíticos para estes pesticidas foram obtidos com coeficientes de determinação variando entre 0,9863 e 0,9994. Isto posto, o procedimento por dispersão da matriz em fase sólida está sendo desenvolvido, testando-se diferentes quantidades de sorventes como sílica e C₁₈, e dos solventes para eluição dos pesticidas, tais como: acetato de etila, diclorometano, *n*-hexano, bem como diferentes proporções entre eles. A coluna de MSPD foi preparada em uma seringa de polietileno de 20mL de capacidade, colocando-se em sequência lâ de vidro como base de sustentação e adicionando-se 1,0 g de sulfato de sódio anidro. Em seguida, 0,5 g do homogeneizado da planta medicinal com 1,0 g de sílica foi transferido para a coluna e distribuído uniformemente. A eluição foi realizada com 40mL de *n*-hexano:acetato de etila (2:8, v/v). O eluato foi concentrado em evaporador rotatório (65kPa, 35 °C) até 2,0mL e, em seguida, sob suave corrente de N₂ até 1,0mL. A alíquota de 1,0µL foi analisada por GC/MS.

Conclusões

As condições cromatográficas para a análise dos pesticidas selecionados foram estabelecidas por GC/MS no modo de monitoramento de íons selecionados (SIM). Em seguida, foi realizado um estudo de recuperação utilizando como sorvente a sílica gel e como solvente de eluição uma mistura de *n*-hexano:acetato de etila (2:8, v/v). Resultados preliminares do estudo de recuperação indicaram que com uma coluna MSPD constituída pelo homogeneizado de 0,5 g da planta medicinal com 1,0 g de sílica e eluição com 40mL da mistura de solventes *n*-hexano:acetato de etila (2:8, v/v) obtêm-se recuperações percentuais em torno de 70% para os pesticidas em estudo para o nível de concentração de 1,0 µg/g.

Agradecimentos

Pedro Henrique e Sandro Navickiene agradecem ao CNPq pela bolsa CAPES.