

Desenvolvimento de Método para Análise de Resíduos de Pesticidas de diferentes classes em Mel utilizando HPLC-DAD e EFS.

Marconiel Neto da Silva^{*1} (PG), Jose Crediciomar S. de Oliveira¹ (PG), Teresa Cristina Rodrigues dos Santos Franco¹ (PQ), Verônica Alves G. da Silva¹ (PG), Gilvanda Silva Nunes (PQ).
marconiels@yahoo.com.br

Núcleo de Análises de Resíduos de Pesticidas (NARP), CCET/UFMA, Av. dos Portugueses s/n. CEP.: 65080-040, São Luís/MA.

Palavras Chave: *pesticidas, cromatografia líquida, resíduos, mel.*

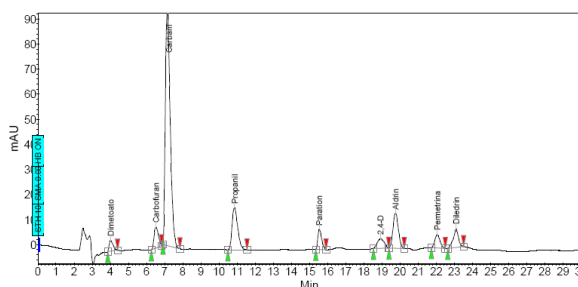
Introdução

O mel é um produto de reconhecidas propriedades nutritivas e terapêuticas e, além destas características, pode ser um excelente bioindicador, dada à forma como as abelhas recolhem e processam a matéria-prima. O monitoramento de resíduos de pesticidas no mel é importante, tanto para o controle de qualidade do produto no mercado nacional e internacional, quanto na avaliação do potencial de contaminação em áreas próximas a cultivos agrícolas. Com intuito de incluir diferentes classes de pesticidas foi desenvolvido um método cromatográfico para análise de carbamatos (carbaril e carbofuran), organoclorados (aldrin e dieldrin), organofosforados (dimetoato e paration metílico), piretróide (permetrina) e fenoxiácido (2,4-D) em mel. Os citados compostos têm propriedades distintas e podem representar diferentes áreas de cultivos, estando entre os mais utilizados em todo o território nacional, com registros de concentrações máximas de resíduos em mel, LMR¹. Este trabalho tem como objetivo estabelecer condições analíticas para a determinação dos pesticidas, incluindo-se a extração em fase sólida, seguida de cromatografia líquida com detector por arranjos de diodos.

Resultados e Discussão

As condições cromatográficas foram estabelecidas utilizando-se cromatógrafo líquido com detector de arranjo de diodos, sendo os compostos determinados em 220 nm. Soluções-padrão das misturas dos pesticidas, em concentrações 0,1 a 2 µg/mL, foram avaliadas em diferentes fases móveis, utilizando-se coluna C18 (250 x 4.6 mm d.i., 5 µm). A composição da fase móvel mais adequada foi feita com acetonitrila e água desionizada em pH 3,0 (acidificada com ácido acético), em modo gradiente. Os gráficos analíticos foram obtidos para as concentrações citadas acima, obtendo-se coeficientes de correlação entre 0,9983 e 0,9999. Na Figura 1 é apresentado o cromatograma obtido para injeção da mistura em concentrações 0,1 µg/mL.

Figura 1. Cromatograma obtido da injeção dos padrões dos pesticidas em estudo.



A separação e pré-concentração dos pesticidas em mel foi feita utilizando-se cartuchos de extração em fase sólida (EFS) C18, adicionando-se em 1,0 g de mel 15 mL de metanol:água (1:1), passados em seguida nos cartuchos C-18. Etapas de *clean-up* foram feitas com florisil e diversos solventes, sendo feita a eluição final com 5 mL de metanol. Os resultados obtidos foram comparados com extrações líquido-líquido (ELL), nas quais 1,0 g de mel foram fortificados com os pesticidas e a extração feita com porções de 15 mL de acetato de etila, posteriormente concentrado e retomado em 1,0 mL de metanol:acetato de etila (1:1).

Conclusões

Os resultados obtidos até o momento indicam que a extração em fase sólida está menos sujeita às interferências que a extração líquido-líquido sendo, portanto, adequada na análise de menores níveis de concentração dos pesticidas em mel. Embora as recuperações em EFS (máximo de 68%) sejam relativamente superiores quando comparadas à ELL, ainda se faz necessário avaliar diferentes procedimentos de *clean-up*.

Agradecimentos

Ao BNB/FUNDECI pelo suporte financeiro e à Capes pela concessão de bolsa de estudo.

¹BRASIL. Ministério da Agricultura, Pecuária E Abastecimento. Secretaria de Defesa Agropecuária. Instrução Normativa Nº 9, de 30 de Março de 2007.