

Método analítico para determinação de pesticidas residuais em mel de abelhas *Apis mellifera* usando MSPD e GC/MS.

Débora Santos Silva Bezerra* (PG), Marcell Mendes Santos Silva (IC), Haroldo Silveira Dórea (PQ), Sandro Navickiene (PQ).

Laboratório de Análise de Compostos Orgânicos Poluentes - Departamento de Química - Universidade Federal de Sergipe. Av. Marechal Rondon, s/n, Jardim Rosa Elze, 49100-000, São Cristóvão, Sergipe, Brasil.

*e-mail: debyfox@yahoo.com.br

Palavras Chave: mel, pesticidas, MSPD, GC/MS.

Introdução

As abelhas *Apis mellifera* e seus produtos podem caracterizar o nível da poluição do solo, plantas e ar em uma área de alguns quilômetros quadrados funcionando como indicador biológico de contaminação ambiental (Bogdanov, 2006). O mel, principal produto da atividade apícola, utilizado como alimento, adoçante e para fins terapêuticos pode ser contaminado por pesticidas de maneira direta, pela prática apícola, ou indireta, pelo processo de polinização. O Brasil não possui limite máximo de resíduo (LMR) estabelecido, e até março/2008 o país também não possuía um plano de análise de resíduo de pesticidas em mel, o que culminou o embargo ao mel brasileiro pela União Européia (UE) em 2006.

A dispersão da matriz em fase sólida (MSPD) combinada a técnicas cromatográficas de análise é uma alternativa rápida e simples sem consumo elevado de solventes e reagentes, para extração e determinação simultânea de resíduos de pesticidas em matrizes complexas como o mel.

Neste contexto, o presente trabalho descreve um método de extração multirresíduo baseado em MSPD e análise por cromatografia à gás acoplada a espectrometria de massas (GC/MS) dos pesticidas pirimicarbe, malationa, procimidona e bifentrina em mel de abelhas *Apis mellifera*.

Resultados e Discussão

Norteando-se pelo método descrito por Santos et al., 2008, diversos testes foram realizados variando tipo de adsorvente, proporção matriz:adsorvente, solventes de eluição em volumes e proporções variadas bem como co-coluna até se obter a extração efetiva dos pesticidas. O processo de extração proposto envolveu a homogenização do mel fortificado (0,5 e 0,2 $\mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$) em adsorvente sílica durante 5 min; o homogenizado foi transferido para coluna contendo lã de vidro e Na_2SO_4 para posterior eluição com 10 mL de acetonitrila, concentrado em evaporador rotatório e fluxo de N_2 .

As condições de análise foram otimizadas em cromatógrafo à gás 17A acoplado a espectrômetro de massas QP5050A Shimadzu equipado com auto injetor AOC – 20i, coluna DB5MS 5% fenil - 95% dimetilpolisiloxano (30m x 0,25mm x 0,25 μm) J & W Scientific, com rampa de temperatura 60°C (1,5 min); taxa de aquecimento 6°C min^{-1} até 300°C (30 min), gás de arraste He (pureza 99,995%), modo splitless de injeção e volume de injeção 1 μL . A eficiência do método foi avaliada pela exatidão (recuperação) e precisão (coeficiente de variação). Os resultados obtidos apresentaram valores de recuperação médios (n = 5) de 71% (pirimicarbe), 90% (malationa), 79% (procimidona) e 52% (bifentrina) com coeficiente de variação entre 3,7-10,6% para o nível de fortificação 0,5 $\mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$, enquanto que para o nível 0,2 $\mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$ os valores de recuperação baixaram em torno de 20% mantendo a faixa do coeficiente de variação para os pesticidas em estudo.

Conclusões

Nesse trabalho, um método multirresíduo foi desenvolvido para determinar resíduos dos pesticidas pirimicarbe, malationa, procimidona e bifentrina em mel de abelhas *Apis mellifera*. As condições cromatográficas e o método de extração proposto para determinação simultânea de resíduos desses pesticidas mostraram-se eficientes com valores de recuperação, coeficiente de variação e linearidade dentro do limite aceitável para análise de traços.

Agradecimentos

Os autores agradecem a Capes pelo apoio financeiro concedido à elaboração desse projeto.

¹Bogdanov, S. Contaminants of bee products. *Apidologie* 37 2003, 1 – 18.

² Santos, T. F.S; Aquino, A; Dórea, H. S; Navickiene, S. Procedure for determining buprofenzin, tetradifon, vinclozolin and bifenthrin residue in propolis by gas chromatography – mass spectrometry. *Analytical and Bioanalytical Chemistry* 390 (5), 2008, 1425.