

Desenvolvimento, validação e aplicação de metodologia analítica para determinação de resíduos de pesticidas em manga por SPME-GC-MS.

Adalberto M. Filho^{1,2} (PG), Fábio N. dos Santos¹ (IC), Pedro A. de P. Pereira¹(PQ)* pedroapp@ufba.br

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

²Centro Federal de Educação Tecnológica de Sergipe, Av. Eng. Gentil Tavares, 1166, 49055260, Aracaju-SE.

Palavras Chave: Manga, resíduos, pesticidas, SPME, GC-MS.

Introdução

A manga é uma fruta de sabor, aroma e cor muito agradável, com boa aceitação e crescente demanda nos mercados interno e externo e de importância econômica não só pela aparência exótica, mas também por ser uma fruta rica em carotenóides, sais minerais, carboidratos, ácido ascórbico e vitaminas do complexo B¹. Para aumentar a produtividade e obter frutos de boa qualidade, tratamentos fitossanitários com pesticidas são empregados no controle de pragas e fungos durante as etapas de cultivo e pós-colheita. Embora eficazes nesse controle, os pesticidas podem penetrar nos tecidos vegetais permanecendo como resíduos nos frutos e constituindo um potencial risco à saúde humana². Este trabalho teve como objetivo o desenvolvimento, validação e aplicação de uma metodologia analítica, baseada na SPME e análise por GC-MS, para determinar resíduos dos pesticidas diazinon, clofentezina, carbofuran, metil paration, malation, tiabendazol, difenoconazol, imazalil, fention, bifentrina, procloraz, permetrina, piraclostrobina e azoxistrobina em polpas de manga.

Resultados e Discussão

Amostras de polpa de manga (3 g) foram fortificadas com 50 µL de solução padrão (10 µg mL⁻¹), permanecendo em repouso por 10 min, seguido da adição de 10 mL de uma solução de isopropanol e água (20/80 v/v) contendo NaCl (5 %) a pH 3. A mistura foi agitada por 10 min com barra magnética a 1000 rpm e em seguida centrifugada a 5000 rpm por 15 min. O sobrenadante obtido foi transferido para um balão volumétrico e avolumado até 10 mL. O extrato foi transferido para um vial de 10 mL e realizada a extração a 50 °C no autoamostrador CombiPAL (CTC Analytics AG) com imersão direta da fibra de poliácilato durante 30 min, sob agitação a 250 rpm. A dessorção térmica foi realizada a 280 °C por 5 min no injetor (modo splitless) do GCMS (Shimadzu QP2010 Plus), operando nas condições: coluna capilar Rtx-1MS (Crossbond® 100 % dimetilpolisiloxano; 30 m x 0,25 mm ID x 0,25 µm), programação do forno: 60 °C (1 min) – 25 °C min⁻¹ – 170 °C – 6 °C min⁻¹ – 290 °C (1 min). A otimização da extração por SPME incluiu a seleção da fibra, estudo da composição da solução

para o preparo do extrato, temperatura e tempo de extração, temperatura e tempo de dessorção, efeito da força iônica por adição de NaCl e efeito do pH. Na validação foi avaliada a linearidade, limites de detecção e quantificação, exatidão e precisão do método. As recuperações relativas foram avaliadas em dois níveis de fortificação (50 e 250 µg kg⁻¹) com variação entre 59,7 e 103,4 % e coeficientes de variação entre 4,0 e 17,2 %. Os limites de quantificação obtidos são inferiores aos LMRs estabelecidos pela ANVISA (Tabela 1).

Tabela 1. Linearidade, limite de detecção (LD), limite de quantificação (LQ) e o limite máximo de resíduos (LMR).

Compostos	R ²	Faixa linear (µg kg ⁻¹)	LD (µg kg ⁻¹)	LQ (µg kg ⁻¹)	LMR ^a (µg kg ⁻¹)
Clofentezina	0,997	3,3 – 1665,0	1,0	3,33	-
Carbofuran	0,990	33,3 – 1665,0	10,0	33,33	-
Diazinon	0,998	16,6 – 1665,0	5,0	16,65	-
Metil Paration	0,996	16,6 – 1665,0	5,0	16,65	-
Malation	0,997	6,6 – 1665,0	2,0	6,66	-
Fention	0,996	3,3 – 1665,0	1,0	3,33	50
Tiabendazol	0,998	33,3 – 1665,0	10,0	33,33	2000
Imazalil	0,998	33,3 – 1665,0	10,0	33,33	1000
Bifentrina	0,997	6,6 – 1665,0	2,0	6,66	100
Permetrina	0,993	16,6 – 1665,0	5,0	16,65	-
Procloraz	0,996	6,6 – 1665,0	2,0	6,66	200
Piraclostrobina	0,999	16,6 – 1665,0	5,0	16,65	100
Difenoconazol	0,998	3,3 – 1665,0	1,0	3,33	200
Azoxistrobina	0,999	6,6 – 1665,0	1,0	6,66	500

*Fonte: ANVISA

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

Conclusões

O método desenvolvido apresenta boa linearidade e contempla os LMRs estabelecidos pela ANVISA, com LQs inferiores a estes valores. Nas análises de mangas comercializadas em Salvador foram detectados resíduos de bifentrina (43,0 µg kg⁻¹), procloraz (18,3 – 38,4 µg kg⁻¹), azoxistrobina (37,7 – 57,7 µg kg⁻¹) e de carbofuran (54,0 - 93,3 µg kg⁻¹), metil paration (31,9 – 57,8 µg kg⁻¹), malation (48,4 µg kg⁻¹) e permetrina (77,1 – 104,9 µg kg⁻¹), que não são autorizados para a cultura da manga.

Agradecimentos

PRONEX, FAPESB, CNPq, FINEP, CAPES.

¹Brandão, M. C. C.; Maia, G. A.; Lima, D. S. P.; Parente, E. J. S.; Campello, C. C.; Nassu, R. T.; Feitosa, T.; De Sousa P. H. M. *Revista Brasileira de Fruticultura*, **2003**, 25, 38-41.

² Albergo, B.; Sánchez-Brunete, C.; Tadeo, J. L. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, **2003**, 51, 6915.