

Otimização de método para análise de inseticidas organofosforados em vegetais por cromatografia a gás (CG-NPD)

Antonio Fernandes dos Santos Junior¹(PG)*, Darlan Ferreira da Silva¹(PG), Gilvanda Silva Nunes¹(PQ), Tereza Cristina Rodrigues dos Santos Franco¹(PQ), Eny Vieira Maria²(PQ)

*juniorqmc@hotmail.com

¹ NARP – Núcleo de Análise de Resíduos de Pesticidas, Departamento de Tecnologia Química, Centro de Ciências Exatas e Tecnologia, Universidade Federal do Maranhão, Av. Portugueses, s/n, CEP: 65080-040 São Luís – MA

² Instituto de Química de São Carlos IQSC-USP, Av. Trab. São-Carlense, 400, CEP 13560-970 São Carlos - SP

Palavras Chave: Pesticidas, Limite de Detecção, Limite de Quantificação, Organofosforados, Inseticidas.

Introdução

Os inseticidas organofosforados (OPs) são substâncias extremamente tóxicas, sendo fatais na proporção de alguns miligramas para um homem de cerca de 70kg, pois atuam na inibição da enzima acetilcolinesterase, impedindo as transmissões nervosas que acarretam a morte por falência dos órgãos. Assim, torna-se necessário o desenvolvimento de métodos analíticos que sirvam para avaliar o grau de contaminação em alimentos, em especial vegetais, por estes compostos.

O método aqui proposto foi desenvolvido para determinação dos inseticidas OPs paration metílico, dimetoato e metamidofós, amplamente utilizados na para proteção das plantações de hortaliças no Maranhão, e obedeceu todas as etapas de bancada convencionais, indo desde o preparo da amostra (pesagem, extração com solvente, *cleanup* mediante extração em fase sólida, pré-concentração e filtração do extrato), até a análise cromatográfica propriamente dita. A prévia otimização da separação cromatográfica foi realizada e variações no sistema extrator foram propostas, tendo sido testada a eficiência do método mediante ensaios de recuperação.

Resultados e Discussão

A separação dos compostos por GC/NPD foi otimizada, de forma a evitar ao máximo a presença de interferentes (Fig. 1). Tendo em vista os parâmetros de eficiência da coluna (Tab. 1), pode-se notar que o composto mais fortemente retido foi o paration metílico ($k' = 3,76$), e que a melhor

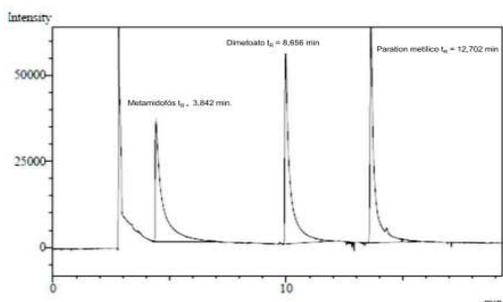


Fig. 1: Separação seletiva dos OPs por GC/NPD. Seletividade (α) entre os picos eluídos foi para os inseticidas dimetoato/metamidofós.

Tab. 1: Parâmetros de avaliação da eficiência da coluna

Pesticida	Tempo retenção ajustado (t_R')	Fator de retenção (k')	Seletividade (α)
Metamidofós	1,175 min	0,44	1,44
Dimetoato	5,10 min	2,25	5,10
P. metílico	10,035 min	3,76	1,68

Na otimização dos parâmetros analíticos, foram obtidos coeficientes de correlação superiores a 0,99, conforme recomendação da ANVISA¹, e limites de detecção variando entre 0,82 e 2,00 $\mu\text{g/g}$ (Tab. 2).

Tab. 2: Parâmetros de correlação e sensibilidade do método proposto

Pesticida	R. Linear	R ²	LD ($\mu\text{g/g}$)	LQ ($\mu\text{g/g}$)
Metamidofós	$y = 22338x - 13539$	0,9987	2,00	6,08
Dimetoato	$y = 23055x - 6352$	0,9992	0,82	2,47
P. metílico	$y = 20661x - 401$	0,9992	0,06	0,19

O estudo de recuperação revelou elevada eficiência do método para o inseticida metamidofós em amostras de maxixe, pepino e alface, alcançando recuperações de 82,0%, 68,0% e 91,4% respectivamente.

Conclusões

O método proposto mostrou-se eficiente para análise de OPs em amostras vegetais, atendendo às exigências da legislação brasileira em relação ao controle dos resíduos destes compostos.

Agradecimentos

À Capes, ao CNPq, à UFMA e ao IQSC-USP.

¹ANVISA. RESOLUÇÃO-RE Nº 899, DE 29 DE MAIO DE 2003