

## Determinação de resíduos de pesticidas em manga por SPME/HPLC-Uv-Vis.

Adalberto Menezes Filho<sup>1,2</sup>(PG), Fábio Neves dos Santos<sup>1</sup>(IC), Pedro Afonso de Paula Pereira<sup>2</sup>(PQ)\*  
[adalmfilho@ig.com.br](mailto:adalmfilho@ig.com.br)

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

<sup>2</sup>Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia de Sergipe (IFSE), 49055-260, Aracaju-SE.

Palavras Chave: Manga, resíduos, pesticidas, SPME, HPLC-Uv-Vis.

### Introdução

A manga (*Mangifera indica*) é uma fruta tropical economicamente importante, sendo as regiões Nordeste e Sudeste responsáveis por 89% da produção brasileira<sup>1</sup>. O fruto é consumido in natura ou processado em sucos, néctares, geléias e sorvetes. Trata-se de uma fruta susceptível ao ataque de pragas e doenças, e para o controle destas, pesticidas são usados em vários estágios da cultura<sup>2</sup>. Entretanto, resíduos de pesticidas podem permanecer nos frutos e constituir um risco a saúde humana, sendo importante portanto o seu monitoramento em frutas e outros tipos de alimento. O presente estudo descreve um método simples baseado em SPME e HPLC-UV-Vis para a determinação simultânea de dez pesticidas (abamectina, azoxistrobina, bifentrina, carbofuran, carbosulfan, clofentezina, fentiona, procloraz, permotrina e tiabendazol), de diferentes grupos químicos, em frutos de manga.

### Resultados e Discussão

Amostras de polpa de manga (3 g) foram fortificadas com 3, 30 e 75 µL de solução padrão (10 µg mL<sup>-1</sup>), permanecendo em repouso por 30 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 20 mL e realizada a extração a 50 °C com imersão direta da fibra de polidimetilsiloxano (PDMS 100 µm) durante 30 min, sob agitação a 250 rpm. A dessorção foi realizada com a câmara preenchida com acetonitrila pura (ACN), modo estático, mantendo a fibra inserida na câmara por 15 min. A separação dos compostos foi realizada numa coluna C<sub>18</sub> (5 µm, 250 x 2,1 mm) com água (A) e ACN (B) como fase móvel, com o seguinte gradiente, t = 0 (30% B), t = 6 (70% B), t = 18 (80% B), t = 22 – 32 (100% B) e t = 35 – 42 min (30% B), a uma vazão de 0,25 mL min<sup>-1</sup>. O detector UV-Vis operou nos 26,5 min iniciais em 203 nm, entre 26,5 e 31 min em 245 nm e de 31 a 42 nm em

203 nm. Na validação foi avaliada a linearidade, os limites de detecção e quantificação, a exatidão e a precisão do método. As recuperações relativas foram avaliadas em três níveis de fortificação (10, 100 e 250 µg kg<sup>-1</sup>) com variação entre 72,2 e 96,1%. No estudo da precisão foram obtidos coeficientes de variação entre 4,3 e 15,7%. 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 <sup>2</sup>	Faixa linear (µg kg <sup>-1</sup> )	LD (µg kg <sup>-1</sup> )	LQ (µg kg <sup>-1</sup> )	LMR* (µg kg <sup>-1</sup> )
Abamectina	0,997	5,0 – 250,0	1,6	5,0	10,0
Azoxistrobina	0,994	2,0 – 250,0	0,6	2,0	500,0
Bifentrina	0,992	2,0 – 250,0	0,6	2,0	100,0
Carbofuran	0,996	10,0 – 250,0	3,3	10,0	-
Carbosulfan	0,990	5,0 – 250,0	1,6	5,0	50,0
Clofentezina	0,998	5,0 – 250,0	1,6	5,0	-
Fentiona	0,996	2,0 – 250,0	0,6	2,0	50,0
Procloraz	0,996	5,0 – 250,0	1,6	5,0	200,0
Permetrina	0,992	5,0 – 250,0	1,6	5,0	-
Tiabendazol	0,999	5,0 – 250,0	1,6	5,0	2000,0

\*Fonte: ANVISA

O método desenvolvido foi em seguida aplicado na análise de amostras de manga, adquiridas em diferentes pontos comerciais na cidade de Aracaju-SE.

### Conclusões

O método desenvolvido apresentou boa recuperação e precisão, com LQs inferiores aos valores dos LMRs estabelecidos pela ANVISA. Nas análises de mangas comercializadas em Aracaju foram detectados resíduos de abamectina (5,3 ± 0,4 µg kg<sup>-1</sup>), azoxistrobina (3,5 ± 0,4 µg kg<sup>-1</sup>), bifentrina (7,0 ± 0,9 µg kg<sup>-1</sup>), fentiona (4,2 ± 0,5 µg kg<sup>-1</sup>) e permotrina (11,0 ± 1,0 µg kg<sup>-1</sup>). Estas concentrações são inferiores aos valores dos LMRs. Entretanto a permotrina, que apresentou a maior concentração, não é autorizada para ser aplicada na cultura da manga.

### Agradecimentos

PRONEX, FAPESB, CNPq, FINEP, CAPES.

<sup>1</sup> Embrapa: <http://sistemasdeproducao.cnptia.embrapa.br/FontesHTML/Manga/CultivodaMangueira/socioeconomia.htm>.

<sup>2</sup> Menezes Filho, A.; Dos Santos, F. N.; Pereira, P. A. de P. *Talanta*. 2010, doi: 10.1016/j.talanta.2009.12.008