

Desenvolvimento de método para análise de resíduos de pesticidas na planta medicinal *Hypis pectinata* (sambacaitá) por MSPD e GC/MS.

Adriano Aquino (PG), Alain Gaujac (PG), Michel Rubens dos Reis Souza (IC), Samia Tássia Andrade Maciel (IC), Péricles Barreto Alves (PQ), Haroldo Silveira Dórea (PQ) e Sandro Navickiene (PQ) *.

Laboratório de Análise de Compostos Orgânicos Poluentes (LCP). Departamento de Química. Universidade Federal de Sergipe. Av. Marechal Rondon, s/n. Jardim Rosa Elze. São Cristóvão/SE. Tel: (079) 2105-6654.

*e-mail: sandnavi@ufs.br

Palavras Chave: *sambacaitá*, pesticidas, MSPD, GC/MS

Introdução

Hypis pectinata (L) Poit. (sambacaitá) é uma planta medicinal muito utilizada no estado de Sergipe para o tratamento de doenças de pele, desordem gástrica, rinfaringite, congestão nasal, febre e várias infecções causadas por bactérias e fungos¹. A sambacaitá, assim como outras plantas medicinais, estão sujeitas a contaminação por pesticidas que são utilizados na agricultura, cujos resíduos podem causar danos ao homem e ao meio ambiente, devido à elevada toxicidade desses produtos. No Brasil não há valores de limite máximo de resíduos (LMR) estabelecidos para pesticidas em plantas medicinais². Do mesmo modo, há pouca informação quanto ao grau de contaminação destes recursos fitoterápicos. Neste contexto, este trabalho tem por objetivo desenvolver um método analítico para a determinação dos resíduos de pirimetanil, ametrina, diclofluanida, tetraconazol, flumetralina, cresoxim-metilico e tebuconazol empregando as técnicas de dispersão da matriz em fase sólida (MSPD) e cromatografia a gás acoplada à espectrometria de massas (GC/MS).

Resultados e Discussão

As condições cromatográficas para a análise dos pesticidas foram estabelecidas em um cromatógrafo a gás acoplado ao espectrômetro de massas (modelo GCMS-QP2010 plus, Shimadzu). Para tanto, soluções individuais dos pesticidas foram injetadas em diferentes programações de temperatura, utilizando uma coluna capilar DB5-MS, operando inicialmente o espectrômetro de massas no modo varredura linear (SCAN) para determinação dos tempos de retenção e para a seleção dos fragmentos mais representativos, para serem utilizados no modo de monitoramento de íons selecionados (SIM) para quantificação dos pesticidas nos extratos. A programação de temperatura mais adequada foi: 60°C com uma taxa de 10°C/min até 280°C (5 min). Hélio (99,999%) foi utilizado como gás de arraste. O procedimento por dispersão da matriz em fase sólida (MSPD) para análise simultânea foi desenvolvido, testando-se diferentes combinações de sorventes e solventes de eluição. A coluna de

MSPD foi preparada em uma seringa de polietileno de 20 mL de capacidade, colocando-se lâ de vidro como base de sustentação, adicionando-se na seqüência 1,0 g de sulfato de sódio anidro. Em seguida, o homogeneizado (sambacaitá, 0,5 g e sorvente, 1,0 g) foi transferido para a coluna e eluído com 20mL de solvente. O eluato foi concentrado em evaporador rotatório (65kPa, 45°C) até aproximadamente 2,0 mL e, em seguida, sob suave corrente de N₂ até 1,0 mL. A alíquota de 1,0µL foi analisada por GC/MS.

Conclusões

Os resultados preliminares do estudo de recuperação (n=3), considerando o nível de fortificação 1,0µg/g, eluição com 20mL de diclorometano e 0,5g de sambacaitá, demonstraram que utilizando 1,0g de sílica como sorvente foi possível obter valores de recuperações entre 29-109% para os pesticidas em estudo. Usando Florisil® obtiveram-se valores entre 34-116%. Utilizando C₁₈, foram obtidos valores entre 85-130%, sendo, portanto o mais eficiente na extração dos pesticidas, pois o intervalo de recuperação está compreendido na faixa adequada para a análise de resíduos de pesticidas proposta pela literatura (70-120%). Neste sistema foi observando a ocorrência do efeito matriz (compostos da matriz com o mesmo tempo de retenção do analito alvo) para o cresoxim-metilico (130%). Os valores percentuais de recuperações obtidos foram calculados com os dados da curva analítica (0,1-7,0µg/mL, com r>0,9993) preparada com o eluato (controle). O método otimizado será validado avaliando os parâmetros: seletividade, linearidade, exatidão, precisão (RSD) e os limites de detecção (LD) e quantificação (LQ) respectivamente.

Agradecimentos

Adriano Aquino e Sandro Navickiene agradecem a CAPES pela bolsa e ao CNPq (proc.nº620247/2008-8) pelo auxílio financeiro.

¹Melo, G. B.; Silva, R. L.; Melo, V. A.; Antonioli, Â. R.; Sousa, M. E. J.; Jordani, M.C.; Castro-e-Silva Jr, O. *Phytomedicine*. 2005, 12, 359-362.

²Carvalho, P. H. V.; Prata, V. M.; Alves, P. B.; Navickiene, S. *Journal of AOAC International*. 2009, 92, 1-6.