

Desenvolvimento de método para determinação de resíduos de pesticidas em água de coco liofilizada por MSPD e HPLC/UV-Vis.

Luís Fabricio Santana Santos* (IC), 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: água de coco, pesticidas, liofilização, MSPD, HPLC/UV-Vis.

Introdução

A água de coco é uma bebida muito consumida e apreciada no mundo devido à sua qualidade sensorial, aspectos funcionais e propriedades nutricionais. Devido ao grande consumo, novos procedimentos de industrialização do produto têm sido desenvolvidos. Desta forma, métodos de conservação precisam ser aplicados, de modo a preservar as suas características naturais. A liofilização apresenta-se como alternativa para tal objetivo. A cultura do coqueiro (*Cocos nucifera L.*) está sujeita a ação de pragas e doenças que causam danos que variam desde redução no rendimento da produção, como na qualidade do produto. A aplicação de pesticidas tem sido uma das formas de controle mais utilizadas no combate destes males. A presença de pesticidas em frutas e seus derivados constitui um risco à saúde da população, sendo importante o estudo de métodos analíticos para a determinação de seus resíduos. Neste contexto, o presente trabalho tem como objetivo principal o desenvolvimento de uma metodologia rápida e eficiente baseada nas técnicas de dispersão da matriz em fase sólida (MSPD) e cromatografia líquida de alta eficiência com detector UV/Vis (CLAE-UV/Vis) para a determinação dos pesticidas bifentrina, lufenuron e teflubenzuron em água de coco liofilizada.

Resultados e Discussão

Amostras de água de coco foram congeladas e liofilizadas sob baixa temperatura (-50°C) e pressão (4 mm de Hg) com auxílio de um liofilizador (modelo Liotop – L101) por 24 horas. As condições cromatográficas para análise simultânea dos pesticidas bifentrina, lufenuron e teflubenzuron em água de coco liofilizada foram otimizadas em um cromatógrafo líquido de alta eficiência Varian Prostar equipado com detector UV-Vis (prostar 325), duas bombas recíprocas (prostar 210/215), injetor manual, coluna analítica Synergi 4u Polar-RP 80A (250x4,6 mm, Phenomenex) com pré-coluna. Soluções padrão dos pesticidas foram analisadas sob diferentes gradientes de eluição constituído pela mistura binária de acetonitrila:água. A melhor condição de análise foi obtida com gradiente de eluição iniciado em 60% de acetonitrila mantido por 5 min, alterando-se para 80% em 5 min; após 2 min, elevou-se a proporção de acetonitrila até 100% em

5min, permanecendo nesta proporção por 8 min, retornando a 60% em 10min, finalizando o gradiente de eluição com tempo total de 35 min. Fluxo da fase móvel de 1,0 mL min⁻¹ e comprimento de onda em 254nm. Foram construídas curvas analíticas dos pesticidas com concentrações na faixa de 0,1 – 10µg mL⁻¹ (n=7), obtendo-se coeficientes de correlação (R²) variando de 0,9986 a 0,9989. O procedimento de extração por dispersão da matriz em fase sólida (MSPD) para análise simultânea está sendo desenvolvido, testando-se diferentes combinações de sorventes (sílica, alumina neutra, Florisil e C18) e solventes de eluição (acetonitrila, acetato de etila, ciclohexano, diclorometano, metanol e n-hexano). A amostra de água de coco liofilizada (0,5g) foi homogeneizada com os diferentes sorvente citados (1,5g) e em seguida transferida para a coluna MSPD contendo lã de vidro como base de sustentação. Após eluição, o eluato foi concentrado em evaporador rotatório (100rpm, 60°C) até 2,0mL e, em seguida, sob suave corrente de N₂ até 1,0mL. Uma alíquota de 20µL foi analisada por HPLC/UV-Vis.

Conclusões

A técnica de cromatografia líquida de alta eficiência com detector espectrofotométrico com os parâmetros otimizados mostrou-se adequada à identificação dos pesticidas bifentrina, lufenuron e teflubenzuron, uma vez que possibilitou uma análise simultânea, com boa resposta linear. Estudos preliminares de extrações por MSPD, considerando nível de fortificação de 5,0µg mL⁻¹, mostraram valores percentuais de recuperações na faixa de 16-91% para o sistema constituído por 20mL de acetonitrila, 1,5g de alumina neutra e 0,5g de água de coco liofilizada. O sistema formado por 20mL de acetato de etila, 1,5g de Florisil e 0,5g de água de coco liofilizada apresentou recuperações percentuais entre 33-48%. Todavia, otimizações na metodologia serão realizadas objetivando aperfeiçoar a seletividade do método proposto, a fim de validá-lo.

Agradecimentos

Luís Fabricio Santana Santos e Sandro Navickiene agradecem ao CNPq pela bolsa PIBIC.