

Desenvolvimento de método para determinação de resíduos de pesticidas em alface produzida em sistema convencional.

Rogério Luiz da Silva^{1,2} (PG)*, Márcia Beatriz R. Fróes¹ (PQ), Claudia P. da Silva¹ (PG), Rafael D. P. Fontes² (PG), Luciano S. Sampaio² (PG) e Sandro Navickiene¹ (PQ). * rlquimica@hotmail.com

¹Laboratório 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.).

²Universidade Federal da Bahia, Instituto de Química, 40170290, Salvador-BA, Brasil.

Palavras Chave: Pesticidas, Alface, CG-MS, MSPD.

Introdução

A alface (*Lactuca sativa*) é a hortaliça folhosa de maior importância econômica no Brasil, sendo consumida in natura na forma de salada. Sua produção comercial tem sido afetada por diversas pragas, principalmente insetos. Visando assegurar maior produtividade, pesticidas de diferentes classes químicas têm sido empregados seja nas etapas de produção, tratamento prévio das sementes, cultivo ou colheita.¹

A literatura apresenta poucos métodos para determinar pesticidas em alface. Diante deste contexto, o presente trabalho desenvolveu uma metodologia analítica para determinação de pesticidas malationa, parationa-metilica, pirimicarbe, procimidona, α -endossulfan e β -endossulfan em alface utilizando extração por Dispersão em fase sólida (MSPD) e cromatografia à gás acoplada a espectrometria de massas (GC/MS).

Resultados e Discussão

O método de extração desenvolvido envolve a homogeneização da amostra de alface (4,0 g) nos seguintes suportes sólidos: sílica (1,0 g) e alumina (1 g), e carvão ativado (0,1 g), sem a etapa de purificação e eluição com 30 mL de acetonitrila. A eficiência foi calculada comparando as áreas dos picos de cada composto extraído nos ensaios de recuperação com aquelas obtidas da solução padrão preparada no extrato da matriz, estando na faixa entre 60 e 120%.

Com relação ao solvente de extração a acetonitrila, considerada um dos melhores solventes extratores para análise de agrotóxicos, eluiu com maior eficiência os pesticidas em interesse, comparado ao diclorometano e a mistura acetato de etila:hexano testados no desenvolvimento do método.

Na etapa de validação do procedimento proposto para extração dos pesticidas em análise no GC-MS, foram avaliadas as figuras de mérito exatidão e precisão, onde foram obtidos valores médios de recuperação em seis níveis de fortificação estando na faixa entre 50 e 120%, dentro da faixa aceitável descrita na literatura para análise de resíduos de pesticidas em amostras complexas (50-120%) e concordância entre os valores com RSD menores que 8,0%. Os limites de detecção e quantificação do

método não excederam 0,08 e 0,11 $\mu\text{g g}^{-1}$, respectivamente.

Os pesticidas em estudo foram quantificados pelo método de padronização externa com as curvas analíticas variando na faixa de 0,10 a 2,0 $\mu\text{g g}^{-1}$ e a eficiência da extração para o desenvolvimento do método foi analisada em termos de recuperação dos analitos em ensaios ao nível de fortificação de 0,1; 0,25; 0,5; 1,0; 1,5 e 2,0 $\mu\text{g g}^{-1}$. Figura 1.

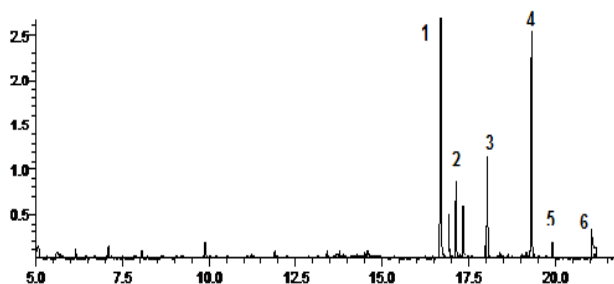


Figura 1. Cromatograma sílica:alumina 1:1, em acetonitrila (0,25 $\mu\text{g g}^{-1}$), obtido por GC-MS da amostra. Sendo: 1) pirimicarbe; 2) parationa metilica; 3) malationa; 4) procimidona; 5) α -endossulfam e 6) β -endossulfam.

Conclusões

Os resultados obtidos neste trabalho permitem concluir que o procedimento analítico de extração por MSPD e análise por CG-MS desenvolvido mostrou-se eficiente, rápido, preciso e exato e requer pouca quantidade de amostra, adsorvente e volume de solventes. As condições cromatográficas adotadas permitiram a obtenção de bons resultados de resolução dos compostos em análise.

Agradecimentos

Ao CNPq e a CAPES pelo auxílio financeiro.

¹ Silva, R. L.; Silva, C. P. e Navickiene, S. J. *of Environmental Science and Health Part B*. 2010, 45, 589–594.