

## Determinação de aldicarb e carbofuran em café bebida

Renata D. Alves<sup>1\*</sup> (PG), Simone M. Goulart<sup>1</sup> (PG), Tamires C. de Assis<sup>1</sup> (IC), Washington X. de Paula<sup>2</sup> (PQ), Antônio Augusto Neves<sup>1</sup> (PQ), Maria Eliana L. R. de Queiroz<sup>1</sup> (PQ)

renatadomingosalves@yahoo.com.br

<sup>1</sup>Universidade Federal de Viçosa, Departamento de Química, Laboratório de Química Analítica, Viçosa – MG, Brasil.

<sup>2</sup>Instituto de Criminalística de Minas Gerais

Palavras Chave: aldicarb, carbofuran, café bebida, validação, partição em baixa temperatura.

### Introdução

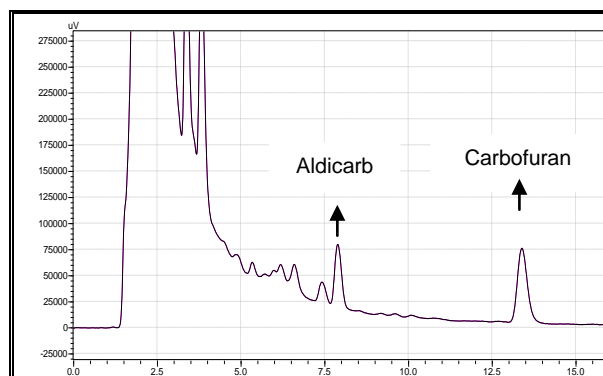
A utilização de carbamatos em diversas culturas sem os cuidados necessários pode levar a contaminação de solos, águas superficiais e subterâneas e alimentos, contribuindo para a degradação ambiental. O emprego doméstico de aldicarb e carbofuran tem acarretado envenenamento acidental ou intencional, tornando-se um grave problema de saúde pública. A mistura desses compostos em café (pó e bebida) é uma alternativa frequente de envenenamento em função do forte odor e cor do café, que disfarçam a presença do chumbinho. Assim, o objetivo desse trabalho foi determinar aldicarb e carbofuran em café bebida empregando o método de extração líquido-líquido com partição em baixa temperatura (ELL-PBT)<sup>1</sup>. As análises foram realizadas por cromatografia líquida de alta eficiência (CLAE-UV).

### Resultados e Discussão

O método otimizado consiste em acrescentar a 2,0 mL do café bebida (8% m/v), 4,0 mL de acetonitrila, formando uma fase única. Essa mistura é agitada em mesa agitadora por 5 min e, posteriormente, levada ao freezer à -20 °C por 3 h. Nestas condições as fases separam-se e o extrato orgânico, contendo os princípios ativos é retirado e analisado por CLAE, empregando coluna C18, água e acetonitrila como fase móvel (65:35) à uma vazão de 0,8 mL min<sup>-1</sup>. As análises são realizadas no  $\lambda = 195$  nm. Um cromatograma de um extrato de café bebida é mostrado na Figura 1.

Os principais parâmetros de validação<sup>2,3</sup>: seletividade, limites de detecção (LOD) e de quantificação (LOQ), linearidade, exatidão (ensaios de recuperação) e precisão (repetitividade e precisão intermediária) foram avaliados.

Para avaliar a linearidade foram preparadas curvas analíticas em acetonitrila e no extrato da matriz, em 12 concentrações: de 0,025 a 250,0 mg L<sup>-1</sup>, em triplicata. As curvas analíticas apresentaram faixa linear no intervalo analisado com valores de coeficiente de correlação (r) maiores que 0,99. Os valores de LOD e LOQ obtidos para o método foram 0,54 e 1,80 mg L<sup>-1</sup>, para aldicarb e para o carbofuran 0,28 e 0,92 mg L<sup>-1</sup> respectivamente.



**Figura 1.** Cromatograma de amostra de café bebida fortificada a 10,0 mg L<sup>-1</sup> e submetida a ELL-PBT, onde:  $t_R = 7,9$  min: aldicarb e  $t_R = 13,5$  min: carbofuran.

A precisão apresentou valores de desvio padrão relativo (RSD) inferiores a 9,58% nos três níveis de fortificação avaliados (1,80; 3,60 e 18,0 mg L<sup>-1</sup> para aldicarb e 0,92; 1,84 e 9,2 mg L<sup>-1</sup> para carbofuran). As recuperações avaliadas nestes mesmos níveis de concentração foram entre 93,10 e 112,28%.

### Conclusões

O método ELL-PBT otimizado para determinação de resíduos de agrotóxicos em amostras de café bebida por CLAE é simples, eficaz, consome pequeno volume de solvente, apresenta alta frequência analítica e baixo custo, podendo ser aplicado para determinar aldicarb e carbofuran em café bebida na elucidação de casos de interesse forense e agrário.

### Agradecimentos

Ao CNPq, à FAPEMIG, e à CAPES/REUNI pelo apoio financeiro.

<sup>1</sup>Goulart, S.M., Alves, R. D.; Neves, A. A.; Queiroz, J. H.; Assis, T. C.; Queiroz, M. E. L. R. *Anal. Chim. Acta* 2010, 671, 41.

<sup>2</sup>ICH – International Conference on Harmonisation, Q2(R1), 2005.

<sup>3</sup>INMETRO DOQ-CGCRE-008, 2010.