

ANÁLISE MULTIRESIDUAL DE PESTICIDAS EM ALIMENTOS COM ALTO TEOR DE AÇÚCAR UTILIZANDO A TÉCNICA DE EXTRAÇÃO EM FASE SÓLIDA SEM CONDICIONAMENTO

Robert Sheridan

New York State Dept. of Ag & Markets Food Laboratory

*Correspondência:

Varian Ind. e Com. Ltda.

Av. Dr. Cardoso de Melo, 1644

CEP 04548-005. São Paulo. SP

Fone: (11) 3845-0444

varianbr@varianinc.com.br

Introdução

Este método de extração em fase sólida foi desenvolvido para análises multiresiduais de pesticidas em alimentos com alto teor de açúcar, utilizando o mínimo possível de solventes orgânicos e não utilizando solventes halogenados. O trabalho foi realizado com 13 pesticidas, obtendo-se boas taxas de recuperação ao nível de partes por bilhão (ppb). Amostras de xarope de milho, melão de cana-de-açúcar, mel e geléia de uva foram fortificadas e os compostos quantificados através da técnica de adição de padrão, minimizando desta forma os efeitos da matriz.

Todas as amostras foram dissolvidas em água e aplicadas diretamente no cartucho Nexus, da Varian, sem a necessidade de realizar o pré-condicionamento do cartucho. Após o enxágüe dos cartuchos, realizado com água, os analitos foram eluídos e analisados utilizando um cromatógrafo gasoso (GC) configurado com os detectores FPD (para pesticidas fosforados) e ELCD (para pesticidas clorados).

Tabela 1

Composto	Concentração ($\mu\text{g/g}$)
m-azínphos	0,10
phosmet	0,10
methadithion	0,04
tetrachlorvinphos	0,05
dimethoate	0,04
diazinon	0,06
parathion	0,03
alldochlor	0,15
lindane	0,04
quintozene	0,04
endosulfan II	0,04
endosulfan SO_4	0,05
fenarimol	0,20

Dados da Análise

Os pesticidas clorados e fosforados foram analisados utilizando coluna não polar de 30m (comprimento) x 0,53mm (diâmetro interno) x 1,5 μm (espessura do filme), composta por 100% dimetilpolisiloxano (Coluna Varian CP-Sil 5 CB). As fortificações realizadas seguem reportadas na Tabela 1.

Materiais utilizados

- Cartucho Varian Nexus 500mg/12mL
- Cartucho Varian LCR de Na_2SO_4 Varian, 1g/10mL

Procedimento analítico

1. Diluir 10g da amostra em 100mL de água deionizada em um copo becker de 150mL;
2. Aplicar a amostra diluída diretamente no cartucho Nexus 500mg/12mL;
3. Enxaguar o cartucho com 40mL de água deionizada;
4. Secar com nitrogênio;
5. Acoplar na extremidade inferior do cartucho Nexus o cartucho de Na_2SO_4 (para remover os traços remanescentes de água);
6. Eluir com 10mL de acetonitrila: tolueno (3:1 v/v) e 10mL de acetona;
7. Reduzir completamente o solvente e retomar com acetona até o volume final de 20 μL .

Resultados

Foram obtidas taxas de recuperação muito boas para oito dos 13 pesticidas analisados, obtendo-se valores superiores a 80% em todas as matrizes (veja Gráfico 1). Alguns analitos (lindane, quintozene, endosulfan II) apresentaram baixas taxas

Tabela 2. Porcentagem de recuperação

Composto	Xarope de Milho	Melaço	Mel	Geléia de Uva
m-azínphos	111	103	90	111
phosmet	106	96	93	103
methadithion	83	91	110	93
tetrachlorvinphos	92	87	105	91
dimethoate	104	85	89	79
diazinon	77	73	77	80
parathion	71	79	93	78
allidochlor	71	103	126	75
lindane	88	94	47	104
quintozene	30	48	20	52
endosulfan II	56	92	42	65
endosulfan SO ₄	111	128	95	86
fenarimol	122	93	95	103

de recuperação na amostra de mel, porém apresentaram melhores taxas de recuperação para as demais matrizes (veja Tabela 2).

As amostras de mel são altamente viscosas e mesmo após a sua diluição com água apresentam alta viscosidade. É possível melhorar as taxas de recuperação obtidas nos trabalhos realizados com a amostra de mel através de um clean-up adicional, utilizando cartuchos SAX (troca aniônica), o qual deve ser realizado antes da aplicação da amostra no cartucho Nexus. O cartucho SAX irá remover certos carboidratos que podem interferir na adsorção do analito no copolímero.

Acephate, Methamidophos e Omethoate não apresentaram recuperação por este método e provavelmente permaneceram na fase aquosa durante a passagem pelo cartucho. Esta classe de compostos que apresentou 0% de taxa de recuperação é altamente polar e solúvel em água, além de possuir baixa adsorção nos materiais utilizados para compor as fases de extração.

Conclusões

Este método apresenta uma técnica rápida e eficaz para a determinação multiresidual de pesticidas em alimentos com alto teor de açúcar, utilizando quantidades mínimas de solventes orgânicos. O cartucho de extração em fase sólida Nexus possui capacidade de extrair grande variedade de pesticidas em meio

aquoso, com grande eficiência e praticidade.

O cartucho de extração em fase sólida Nexus não requer pré-condicionamento para moléculas hidrofóbicas e pode ser submetido a secagem completa logo após a aplicação da amostra. Desta forma, a água pode ser removida facilmente no término do processo de extração. Estas vantagens resultam em um eficaz e prático procedimento de extração, com poucos passos e baixo volume de solventes, apresentando ótimos resultados aos usuários.

