

ANÁLISE DE RESÍDUOS ORGANOFOSFORADOS EM ÓLEOS ESSENCIAIS CÍTRICOS BRASILEIROS UTILIZANDO CG-EM-MSI

Andréa A.R. Alves¹ (PG)*, Michelle J.C. Rezende¹ (PQ), Humberto R. Bizzo² (PQ), Claudia M. Rezende¹ (PQ)
[*aaralves@hotmail.com](mailto:aaralves@hotmail.com)

¹ Instituto de Química, Universidade Federal do Rio de Janeiro - RJ.

² EMBRAPA Agroindústria de Alimentos – RJ

Palavras Chave: Resíduos organofosforados, óleos essenciais cítricos, CG-EM-MSI.

Introdução

Os óleos essenciais (OE) têm ascendido no comércio internacional nos últimos anos, tanto que hoje cerca de 70 % da produção brasileira de OE, principalmente de cítricos, se destinam à União Européia¹. A principal barreira comercial com esse bloco são as normas rígidas no que diz respeito aos resíduos de pesticidas, sendo estas normas baseadas no *Codex Alimentarius*² Internacional.

Este trabalho teve por objetivo investigar e quantificar níveis residuais de pesticidas organofosforados (OP) em amostras de OE cítricos brasileiros, utilizando cromatografia gasosa acoplada à espectrometria de massas (CG-EM) no modo de análise por monitoramento seletivo de íons (MSI). A análise dos resíduos OP (clorpirifós, paration, dimetoato e metidationa) foi realizada em OE de laranja, limão, tangerina, mandarina e bergamota.

Resultados e Discussão

De posse dos padrões dos OP, a busca se deu a partir da comparação dos tempos de retenção (t_R) e da presença dos íons característicos dos pesticidas OP na matriz do OE, auxiliada da adição do padrão interno *n*-pentacosano. O equipamento utilizado na análise foi um cromatógrafo a gás 6890 acoplado ao espectrômetro de massas 5973 da *Agilent Technologies*[®], com coluna capilar HP5-MS de 30 m de comprimento, 0,25 mm de diâmetro interno e 0,25 μ m de espessura de fase.

Utilizou-se extração em fase sólida (EFS) com Florisil (*J.T. Baker* 7213-07) para a concentração dos pesticidas. A recuperação dos pesticidas variou de 73 a 81 %. A menor recuperação se deve ao efeito da matriz, uma vez que OE constituem uma mistura complexa. Outro fator a considerar é que a EFS concentra, além dos pesticidas, alguns componentes dos OE, elevando o nível de ruído, o que pode provocar uma integração da área dos pesticidas menor que a real.

As curvas de calibração dos OP foram determinadas através de regressão linear e foram realizadas a partir de cinco concentrações diferentes, cada uma em triplicata, na faixa de 4 a 80 mg. L⁻¹.

Os limites de detecção e quantificação dos pesticidas organofosforados foram calculados pela relação sinal-ruído³. Os limites de detecção foram de 1,06 mg.L⁻¹ para o clorpirifós, 0,86 mg.L⁻¹ para o dimetoato, 1,18 mg.L⁻¹ para o metidationa e 1,11 mg.L⁻¹ para o paration. Os limites de quantificação foram de 3,54 mg.L⁻¹ para o clorpirifós, 2,88 mg.L⁻¹ para o dimetoato, 3,93 mg.L⁻¹ para o metidationa e 3,68 mg.L⁻¹ para o paration.

Dentre os 15 OE analisados, em apenas um foi encontrado resíduo de pesticida, mais especificamente de paration, em OE de limão (37,72 mg.L⁻¹), confirmado a partir do t_R e dos íons característicos do pesticida.

Não há uma legislação definida para pesticidas em OE, mas o *Codex Alimentarius*² internacional e o Ministério da Agricultura⁴ estabelecem limites máximos de resíduos (LMR) nos cítricos. No entanto, nestes órgãos não há LMR para o pesticida encontrado, o que torna o seu uso proibido.

Conclusões

Estes resultados mostram que há resíduos do organofosforado paration no OE de limão analisado e que os valores dos resíduos encontram-se altos (tomando por base o LQ do pesticida no método) e que não há valores de LMR para o mesmo, sendo este proibido na cultura de cítricos.

Agradecimentos

À EMBRAPA Agroindústria de Alimentos (RJ). Ao CNPq pelo auxílio financeiro.

Referências

¹ BIZZO, H.R., HOVELL, A.M.C., REZENDE, C.M. *Química Nova*, v. 32, n. 3, p. 588, 2009.

² CODEX alimentarius internacional.

http://www.codexalimentarius.net/mrls/pestdes/jsp/pest_q-e.jso> Acesso em: 5 jan. 2011.

³ RIBANI, M., BOTTOLI, C.B.G., COLLINS, C. H., JARDIM, I. C.S.F., MELO, L. F. C. *Química Nova*, v 27, n. 5, p. 771, 2004.

⁴ MINISTÉRIO da agricultura, pecuária e abastecimento.

<http://agrofit.agricultura.gov.br/agrofit_cons/principal_agrofit_con> Acesso em 5 jan. 2011.