

Análise do agrotóxico clorpirifós em laranja

Rafael Caetano dos Santos (IC)

Simone Machado Goulart (PQ)

PIVIC

CÂMPUS ITUMBIARA

simone.goulart@ifg.edu.br

Palavras-chave: CLAE-UV. Pesticidas. Citrus..

Introdução

A laranja é uma fruta muito apreciada e rica em vitamina C, no entanto, nas análises realizadas pela Agência Nacional de Vigilância Sanitária (ANVISA), divulgados em 2019, o agrotóxico clorpirifós foi detectado em 8,12 % das amostras de laranja analisadas (BRASIL, 2019). O clorpirifós é um agrotóxico extremamente tóxico e sua concentração, de acordo com a ANVISA, para a laranja, não pode ultrapassar 2 mg Kg⁻¹. Nesse sentido, foram analisadas as laranjas da cidade de Itumbiara-GO. Para tanto, inicialmente, realizou-se a otimização e validação do método extração líquido-líquido com partição à baixa temperatura (ELL-PBT) para determinação de clorpirifós em laranjas.

Metodologia

Inicialmente, foi aplicada a metodologia proposta por Oliveira Júnior et al (2021). Esses autores utilizaram a ELL-PBT para análise de agrotóxicos carbamatos em água. Para a verificação da aplicabilidade do método, foram obtidas laranjas cultivadas sem aplicação de nenhum tipo de agrotóxico. Essas laranjas tiveram seus sucos extraídos e esses foram fortificados com solução padrão de clorpirifós a 5 mg L⁻¹ e submetidos à ELL-PBT. Nessa extração, 1 mL de amostra (suco da laranja) foi colocado em contato com 4 mL do solvente, seguido de agitação em vórtex por 60 segundos e deixado em freezer por um período de 3 horas para que ocorresse a partição à baixa temperatura (Figura 1). Após a partição, uma alíquota de 1 mL foi retirada do sobrenadante e injetou-se 20 µL no cromatógrafo à líquido com detector ultravioleta (CLAE-UV). Na otimização, dois fatores foram analisados: tipo de solução extratora (acetonitrila ou metanol) e tipo de agitação (vórtex e ultrassom). Para validação utilizou-se o protocolo europeu para validação de métodos para análise de agrotóxicos em alimentos (SANTE, 2021). O método foi validado de acordo com a linearidade, limite de detecção e quantificação, seletividade, exatidão e precisão.

Resultados e Discussão

O ensaio ensaio 1 que consistiu na agitação por vórtex e utilização do solvente acetonitrila, foi o que apresentou melhor porcentagem de recuperação. Todos os parâmetros analisados, como a seletividade, linearidade, precisão, exatidão, limite de detecção e quantificação, estavam dentro do permitido para validação de métodos analíticos, mostrando a eficácia e confiabilidade do método ELL-PBT. O mesmo apresentou exatidão, exibindo porcentagem de recuperação acima de 90% e inferior a 120 %, com a precisão ficando abaixo do RSD ≤ 20 %. Após otimização e validação, coletou-se laranjas de quatro pontos diferentes e foram submetidas ao método otimizado. Após as análises utilizando o método por CLAE-UV, constatou-se que apenas uma amostra das laranjas estava contaminada com o agrotóxico clorpirifós na concentração de 2,83 mg kg⁻¹, concentração essa, acima do Limite Máximo de Resíduo (LMR) permitido, o que é um fator preocupante devido às consequências à saúde humana e ao ambiente.

Conclusões

O método otimizado e validado para a determinação do clorpirifós em amostra de laranja, utilizando a técnica de ELL-PBT e análise por CLAE-UV, mostrou-se eficiente e prático, com poucas etapas, baixos volumes de solvente e amostra. Uma (01) amostra real de laranja estava com resíduos de clorpirifós acima do LMR o que torna a divulgação desses trabalhos muito relevantes à toda sociedade e servir de alerta aos órgãos fiscalizadores.

Referências Bibliográficas

BRASIL. ANVISA. Relatório das amostras analisadas no período de 2017-2018. Brasília, 2019.

Oliveira Júnior, C. I. et al. *Chemistry & Biodiversity*, v.18, E202100560, 2021.

SANTE, Documento SANTE/11312/2021, *Analytical quality control and method validation procedures for pesticide residues analysis in food and feed*. 2021.