

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

ALVES, A. A. R.* (PG); REZENDE, M. J. C.*(PQ); BIZZO, H. R. (PQ); REZENDE, C. M.* (PQ)**

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

***Embrapa Agroindústria de Alimentos – RJ*

aaralves@hotmail.com

Os óleos essenciais (OE) apresentam alto valor comercial e têm ascendido no comércio internacional. Cerca de 70 % da produção brasileira de OE, principalmente de cítricos, se destinam à União Européia¹, que possui normas rígidas (se baseia no *Codex Alimentarius*² Internacional) no que diz respeito aos resíduos de pesticidas. Este trabalho teve por objetivo investigar e quantificar níveis residuais de pesticidas organoclorados (OC) 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 OC foi realizada nos OE de laranja, limão, tangerina, mandarina e bergamota. De posse dos padrões, a busca se deu a partir da comparação dos tempos de retenção (t_R) e da presença dos íons característicos dos pesticidas aldrin, clordano, dicofol e dieldrin na matriz do OE, auxiliada da adição do padrão interno *n*-pentacosano. O equipamento utilizado na análise foi um cromatógrafo a gás (modelo CG6890) acoplado ao espectrômetro de massas (modelo MS5973) da *Agilent Technologies*[®], com coluna capilar HP5-MS de 30 m de comprimento, 0,25mm de diâmetro interno e 0,25 μ m de espessura de fase, da *Agilent Technologies*[®]. Utilizou-se extração em fase sólida (EFS) com Florisil (*J.T.Baker* 7213-07) para a concentração dos pesticidas. A recuperação dos OC foi avaliada a partir de soluções padrão dos pesticidas com e sem a presença de matriz. A recuperação média dos pesticidas sem matriz foi de 97 % para os pesticidas aldrin, clordano e dicofol, 94 % para dieldrin e a recuperação com matriz foi de 62 % para aldrin e dieldrin, 55% para clordano e 72 % para dicofol. A menor recuperação se deve ao efeito da matriz, uma vez que os OE constituem-se de 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 OC foram determinadas através de regressão linear e foram realizadas a partir de cinco concentrações diferentes, cada uma em triplicata, na faixa de 1 a 20 mg. L⁻¹. Os limites de detecção e quantificação dos pesticidas organoclorados foram calculados utilizando-se os parâmetros da curva de calibração³. Os limites de detecção foram de 3,80 mg.L⁻¹ para o aldrin, 2,57 mg.L⁻¹ para o clordano, 3,35 mg.L⁻¹ para o dicofol e 3,75 mg.L⁻¹ para o dieldrin. Os limites de quantificação foram de 11,51 mg.L⁻¹ para o aldrin, 7,80 mg.L⁻¹ para o clordano, 10,16 mg.L⁻¹ para o dicofol e 11,38 mg.L⁻¹ para o dieldrin. Dentre os 15 OE analisados foram encontrados resíduos de dicofol no OE de laranja (10,32 mg.L⁻¹ e 10,14 mg.L⁻¹) e no OE de limão (1,15 mg.L⁻¹ e 1,38 mg.L⁻¹), confirmados a partir do t_R e dos íons característicos do pesticida. Os valores encontrados para o OE de laranja estão no limite de quantificação e os valores para o OE de limão estão abaixo do limite de detecção. Não há uma legislação definida para pesticidas em OE, mas o *Codex Alimentarius*² internacional e o Ministério da Agricultura⁴ brasileiro definem como limite máximo de resíduos (LMR) para o pesticida dicofol, em cítricos, o valor de 5 mg.L⁻¹. Estes resultados mostram que há resíduos de organoclorados no OE de laranja e no OE de limão e que os valores de resíduos encontrados estão, respectivamente, acima e abaixo dos valores autorizados pelos órgãos competentes.

Referências

¹ BIZZO, H.R., HOVELL, A.M.C., REZENDE, C.M. *Química Nova*, v. 32, n. 3, p. 588-594, 2009.

² CODEX alimentarius internacional. Disponível em <http://www.codexalimentarius.net/mrls/pestdes/jsp/pest_q-e.js> Acesso em: 15 mar. 2010.

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. 771-780, 2004.

⁴ . MINISTÉRIO da agricultura, pecuária e abastecimento. Disponível em <http://agrofit.agricultura.gov.br/agrofit_cons/principal_agrofit_cons> Acesso em 15 mar. 2010.