

INFLUÊNCIA DO PROCESSAMENTO DO MILHO SOBRE OS RESÍDUOS DE DELTAMETRINA¹

PEIXOTO², Tânia Mára Amâncio Guerra; FRANKLIN², Heloiza Maria de Oliveira Horta; SANTOS³, Jamilton Pereira & NELSON⁴, David Lee

RESUMO

Amostras de fubá, bolinho e angu, preparadas a partir de milho tratado pós-colheita com 1mg de deltametrina/kg foram analisadas por cromatografia gasosa com o objetivo de estudar a influência da moagem e das temperaturas utilizadas durante o preparo caseiro destes produtos, sobre os resíduos deste piretróide. Os resultados mostraram que não houve alteração significativa dos resíduos de deltametrina durante estes processamentos e que a obtenção de subprodutos do milho com baixo teor deste inseticida, depende da sua aplicação correta no tratamento pós-colheita.

Palavras-chave: milho, piretróide, deltametrina, resíduos.

ABSTRACT

INFLUENCE OF PROCEDURE OF CORN ON DELTAMETHRIN RESIDUES. Samples of corn meal, cup cake and mush prepared with post-harvest corn meal treated with 1mg/kg of deltamethrin, were analysed by gas chromatography. The aim was to study the influence of grinding and temperatures used to prepare home-made products, on this pyrethroid residues. The results showed that there was no significant changes on deltamethrin residues during this procedures and corn products with low levels of this insecticide depends on the right application during the post-harvest treatment.

Key-words: corn, pyrethroid, deltamethrin, residues.

1 — INTRODUÇÃO

É extenso o uso dos grãos e seus produtos na dieta humana e de animais. Entre estes, o milho (*Zea mays*), importante cereal na nutrição, é um alimento básico. É, também, o cereal que apresenta maior número de produtos industrializados (12) e qualquer modificação na disponibilidade e qualidade dos grãos de milho e seus derivados, traz grande repercussão sócio-econômica (2). Para obtenção de maiores e melhores produções e para proteção contra pragas, é indiscutível a necessidade do uso de pesticidas (11). Estes produtos podem deixar resíduos no cereal os quais podem permanecer mesmo após o seu processamento.

O piretróide deltametrina, se situa entre os principais inseticidas protetores de grãos armazenados (4). No Brasil,

seu uso é autorizado para armazenamento de milho (1) o que torna necessário o estudo do comportamento de seus resíduos neste produto.

Não existem relatos, na literatura, de dados referentes a resíduos de deltametrina em produtos obtidos através do processamento do milho. L'HOTELLIER (6) cita que não se encontra resíduos de deltametrina em farinha obtida de grãos contendo ínfimas doses de resíduos, após aplicação foliar de cereais. Entretanto, afirma que é possível encontrar alguns resíduos em farinha preparada a partir de grãos tratados durante o armazenamento. Este autor relata dados referentes a trigo, onde o processo de moagem não reduziu os resíduos quando da preparação da farinha integral e o pão obtido desta farinha apresentou redução aparente destes resíduos, a qual justifica ser devido a um maior conteúdo de umidade do pão (5).

O objetivo deste trabalho foi obter informações sobre a influência da moagem e da temperatura utilizada no processamento caseiro do milho, sobre os resíduos de deltametrina.

2 — MATERIAIS E MÉTODO

2.1 — Material

Foram analisadas cinco amostras de milho em grãos, tratadas com 1mg/kg de deltametrina, além das amostras de fubá, angu e bolinho obtidos a partir destes grãos.

2.1.1 - Tratamento

O tratamento do cereal, pós-colheita, foi realizado por profissional do CNPMS - Sete Lagoas, MG, através da incorporação direta do inseticida e homogeneização em tambor rotatório, utilizando a formulação de deltametrina a 0,2% pó na dose necessária para obter a concentração final de 1mg/kg. As amostras foram retiradas logo após o tratamento.

2.1.2 - Preparação das amostras

Cada amostra de grãos de milho, num total de cinco, foi subdividida em duas sendo uma delas transformada por moagem em fubá, no CNPMS - Sete Lagoas, MG, utilizando moinho ciclone de lixa.

Estas amostras (milho e fubá) foram acondicionadas em sacos plásticos hermeticamente fechados e enviadas ao Laboratório de Análise de Resíduos da Fundação Ezequiel Dias (FUNED), onde foram mantidas a 0°C até o momento da análise.

A partir do fubá foram preparados angu e bolinho. Para obtenção do angu, misturou-se 50g de fubá mais quantidade suficiente de água e submeteu-se a cozimento por 20 minutos diretamente na chama (bico de gás), simulando um

¹ Recebido para publicação em 1/9/95. Aceito para publicação em 16/4/96.

² Bioquímica da Fundação Ezequiel Dias, Divisão de Bromatologia e Toxicologia, Serviço de Química Especializada. Rua Conde Pereira Carneiro 80, 30510-010, Belo Horizonte, MG.

³ Engenheiro Agrônomo, Pesquisador do Centro Nacional de Pesquisa de Milho e Sorgo, EMBRAPA, Sete Lagoas, MG.

⁴ Professor do Departamento de Alimentos da Faculdade de Farmácia da UFMG - Av. Olegário Maciel 2360, 30180-112, Belo Horizonte, MG.

preparo caseiro. O bolinho foi obtido assando-se uma massa preparada com fubá e água, a 200°C por uma hora. Essa massa foi previamente cozida diretamente na chama. A temperatura de cozimento na chama correspondeu a 92°C. O bolinho após resfriamento, foi triturado em gral de porcelana, para ser submetido à análise de resíduos.

2.1 – Método

As análises de milho em grão foram feitas seguindo extração e partição pelo método de multi-resíduos segundo LUKE *et al* (7) e clean-up segundo MESTRES *et al* (8, 9). Para a análise de fubá, bolinho e angu foram tomadas amostras equivalentes a 2,5g de fubá seguindo metodologia segundo PEIXOTO *et al* (10), a qual consiste na extração baseada no uso de três solventes de polaridades diferentes, descrita por Dr. Gorbach, Hoescht Laboratories, Frankfurt, clean-up seguindo o processo de Hascôet, e esterificação para quantificação por cromatografia gasosa usando detector de captura de elétrons com fonte de trítio, descritos por L'HOTELLIER (6).

As condições cromatográficas utilizadas foram:

- Coluna 5% SE 30 em Gas Chromosorb Q - vidro, diâmetro 1/8" x 1,8m e Coluna 1,5% OV17 1,95% QF1 em Chromosorb WHP, vidro 1/8"x 1,8m.
- Gás de arraste (N₂): 35 mL/min.
- Temperatura do forno: 170°C
- Temperatura detector: 220°C
- Temperatura do injetor: 225°C

Os reagentes empregados foram específicos para análise de resíduos.

2.2.1 - Avaliação da eficiência do método para análise em fubá, angu e bolinho

O método foi avaliado através de recuperações feitas em três níveis de contaminação (0,1; 0,4 e 1mg/kg) com análises em triplicações, para cada um dos casos separadamente (fubá, angu e bolinho). Para isto, as amostras testemunhas de fubá foram contaminadas com os níveis de deltametrina acima. A partir do fubá testemunha preparou-se angu e bolinho, que também foram fortificados com deltametrina. Em seguida, estas amostras foram submetidas à análise pelo método descrito.

Os resultados das recuperações estão apresentados na Tabela 1.

TABELA 1. Médias das recuperações e desvio padrão relativo de deltametrina em fubá, angu e bolinho.

Produto	Concentração de deltametrina (ppm)	Recuperação ¹ (%)	Desvio padrão relativo (%)
Fubá	0,1	80	6,61
	0,4	90	8,01
	1,0	85	4,08
Angu	0,1	81	9,51
	0,4	80	17,73
	1,0	83	10,08
Bolinho	0,1	80	6,52
	0,4	81	8,05
	1,0	83	1,03

1 - Médias de três determinações

Os limites de quantificação para estes métodos são de 0,01mg/kg de deltametrina no caso de fubá e de 0,02mg/kg de deltametrina para análise em angu e bolinho, o que lhes confere boa sensibilidade.

2.2.2 - Análise estatística

Para análise estatística dos dados foi feita uma análise de variância a partir de delineamento inteiramente casualizado com posterior comparação das médias pelo teste t Student e ao nível de 5% de probabilidade, seguindo métodos propostos por GOMES (3).

3 — RESULTADOS E DISCUSSÃO

Os resultados obtidos nas análises estão apresentados na Tabela 2 e Figura 1.

TABELA 2. Resíduos de deltametrina (mg/kg) em milho, fubá, angu e bolinho¹.

Tratamento	Amostras	Milho	Fubá	Angu	Bolinho
1mg/kg	1	0,49	0,52	0,57	0,48
	2	0,57	0,51	0,52	0,40
	3	0,52	0,47	0,52	0,43
	4	0,60	0,59	0,57	0,48
	5	0,53	0,54	0,52	0,50

1 Média de duplicatas.

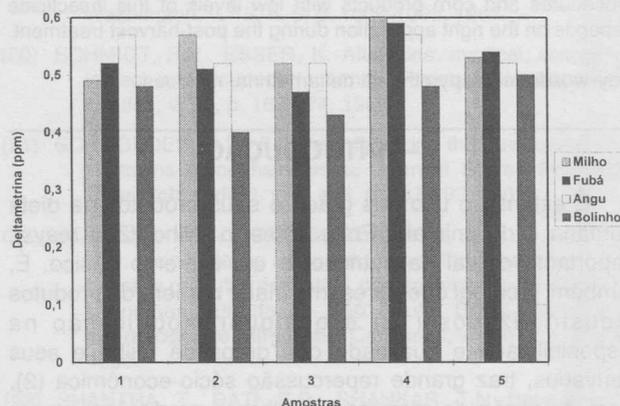


FIGURA 1. Resíduos de deltametrina em produtos obtidos a partir de milho tratado.

Analisando os dados verifica-se que não houve alteração significativa durante o processamento para obtenção de fubá, já que os níveis de resíduos de deltametrina no milho e no fubá são praticamente os mesmos. Estes resultados foram semelhantes aos encontrados por HALLS & PERIAM (5) em estudo feito com trigo e farinha integral, onde o processo de moagem não reduziu os níveis de resíduos de deltametrina.

O angu preparado a partir deste fubá também apresenta o mesmo conteúdo em deltametrina que o milho (análise de variância, t de Student, P < 0,05). Portanto, o processo de moagem e a temperatura de cozimento do angu (92°C) não reduzem os níveis de resíduos de deltametrina observados nos grãos inteiros.

O bolinho, que foi submetido a temperatura de 200°C (forno), mostra uma ligeira redução dos níveis de resíduos deste piretróide, em relação ao angu (análise de variância, *t* de Student, *P* < 0,05). Esta redução não pode ser devido a um maior conteúdo de umidade do produto, como foi considerado por HALLS & PERIAM (5) em estudo de pão obtido de farinha de trigo, já que os cálculos foram feitos em relação ao peso de fubá presente na amostra de bolinho. Logo, a temperatura citada pode exercer uma pequena ação sobre os resíduos, mas não provoca seu desaparecimento.

Embora as amostras tenham sido acondicionadas em embalagens plásticas, não ocorreram interferências que comprometessem os resultados das análises.

Podemos concluir que a obtenção de um produto ou sub-produto do milho com baixo teor de deltametrina, que possa ser usado tanto pela população como por animais, depende exclusivamente da aplicação correta deste piretróide nos tratamentos do cereal pós-colheita, uma vez que os resíduos não desaparecem com o processamento.

4 — REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- (1) BRASIL. Ministério da Saúde, Portaria SNVS nr. 22 de 11 de outubro de 1994. **Diário Oficial**, Brasília, p. 15467-15468, 13 out. 1994. Seção I.
- (2) FARONI, L.R.D. Manejo das pragas dos grãos armazenados e sua influência na qualidade final. **Rev. Bras. Armaz.**, 17:36-43, 1992.
- (3) GOMES, F.P. **Curso de Estatística Experimental**. Nobel Ed., 12ª ed., Piracicaba-SP, 1987. 467p.
- (4) GUEDES, R.N.C. Manejo integrado para a proteção de grãos armazenados contra insetos. **Rev. Bras. Armaz.**, v. 16. p. 6-48, 1991.
- (5) HALLS, G.R.H.; PERIAM, A.W. The fate of residues of NRDC 161 on wheat during storage and after milling and baking - Report after 9 months storage. Documento sin publicar de Wellcome Research Laboratories, Berkhamsted, Gran Bretaña, 1980. In: NOMINE, G. (Ed.). **Deltametrin monografia**. Paris: Roussel Uclaf, 1983. p. 313-314.
- (6) L'HOTELLIER, M. Los residuos de deltametrin en los vegetales y otros productos alimenticios. In: NOMINE, G. (Ed.). **Deltametrin monografia**. Paris: Roussel Uclaf, 1983. p. 219-231.
- (7) LUKE, M.A.; FROBERG, J.E.; MASUMOTO, H.T. Extration and clean up of organochlorine, organophosphate, organo nitrogen and hydrocarbon pesticides in produce for determination by gas-liquid chromatography. **J. Assoc. Off. Anal. Chem.**, v. 58, p. 1020-1026, 1975.
- (8) MESTRES, R.; CHEVALLIER, C.; ESPINOZA, C.; CORNET, R. Dosage des résidus de décaméthrine dans les produits végétaux. **Trav. Soc. Pharm. Montpellier**, v. 38, p. 183-192, 1978.
- (9) MESTRES, R.; ESPINOZA, C.; CHEVALLIER, C.; MARTI, G. Note sur l'analyse des résidus de décaméthrine. **Trav. Soc. Pharm. Montpellier**, v. 39, p. 329-336, 1979.
- (10) PEIXOTO, T.M.A.G.; FRANKLIN, H.M.O.H.; SANTOS, J.P.; NELSON, D.L. Standartization of the methodology for analysis of deltamethrin in corn husks and ground corn ears. **Arquivos de Biologia e Tecnologia**. Instituto de Tecnologia do Paraná (no prelo).
- (11) SHARP, G.J.; BRAYAN, J.G.; DILLI S.; HADDAD, P.R. Extraction, clean-up chromatographic determination of organophosphate, pyrethroid and carbamate insecticides in grain and grain products: a review. **Analyst**, v. 113, p. 1493-1507, 1988.
- (12) TOSELLO, G.A. Milhos especiais e seu valor nutritivo. In: PATERNIAN, E. (Ed.). **Melhoramento e produção do milho no Brasil**. Piracicaba/ESALQ, 1980. p. 310-331.

AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem o apoio financeiro do CNPq e FAPEMIG e a colaboração da bolsista da FAPEMIG, Lenira Eugênia da Silva.