

DESENVOLVIMENTO DE MÉTODOS ANALÍTICOS ESPECTROFLUORIMÉTRICOS E ELETROANALÍTICOS PARA COMPOSTOS DE INTERESSE FARMACOLÓGICO: DETERMINAÇÃO DE PESTICIDAS POR CROMATOGRAFIA ELETROCINÉTICA CAPILAR MICELAR (MEKC)

Aluno: Juliano L. Xavier Lima
Orientador: Ricardo Q. Aucélio

Introdução

Existem diversas classes de pesticidas utilizadas no controle de pragas em atividades agrícolas. Uma dessas classes é a das estrobirulinas que, em sua forma natural, são isoladas de cogumelos. A partir dessas obtém-se suas formas sintéticas que são mais estáveis e potentes. As estrobirulinas agem diretamente na mitocôndria reduzindo a taxa de oxidação de NADH (dinucleotídeo de nicotinamida e adenina) e a síntese do ATP (adenosina trifosfato). Conseqüentemente, a produção de energia é parada e o fungo morre.

Esses pesticidas são degradados rapidamente em plantas, águas e solos, oferecendo, portanto, risco de contaminação humana. Métodos analíticos têm sido reportados para a determinação simultânea de estrobirulinas. As técnicas analíticas cromatográficas são as mais utilizadas nas análises de amostras (frutas, vegetais, sucos, vinhos e compartimentos ambientais como água e solo). Neste contexto, o trabalho realizado nesse projeto visou estudar as condições necessárias para a separação de oito estrobirulinas por cromatografia eletrocínética capilar micelar (MEKC). As estrobirulinas escolhidas foram: azoxistrobina, dimoxistrobina, piraclostrobina, picoxistrobina, trifloxistrobina, kresoxim-metil, metominostrobin e fluoxastrobina.

Objetivo

O objetivo geral deste trabalho foi o desenvolvimento e a validação de novos procedimentos analíticos para a determinação seletiva de compostos de interesse ambiental, em especial os pesticidas da classe das estrobirulinas, em amostras de alimentos, como frutas, vegetais e comida para bebê.

Resultados

Os estudos foram realizados em um equipamento de eletroforese capilar Hewlett-Packard (HP) CE-Agilent, com um capilar de sílica fundida de 60cm e 75 μ m d.i., o potencial aplicado foi de +25 kV e temperatura de 25 °C. O tempo de injeção das soluções em modo hidrodinâmico foi de 15 s com pressão de 50 mbar. Os eletroferogramas foram obtidos com detecção fotométrica em comprimentos de onda variados (de 230 a 300 nm). As soluções de trabalho das estrobirulinas foram obtidas através da diluição de soluções estoque de 1 mmol L⁻¹ previamente preparadas em acetonitrila.

Foram realizados estudos univariados para obter as condições necessárias à obtenção do melhor sinal de resposta e melhor separação dos analitos. A escolha do eletrólito de trabalho foi feita baseada no pH de melhor resposta dos analitos e na intensidade do fluxo eletrosmótico, já que este é fortemente dependente do pH. Utilizou-se tampão borato com o pH ajustado para 9,00 com solução de NaOH 1 mol L⁻¹. Estão sendo testadas a influência da

presença de solvente orgânico e da concentração de surfactante (SDS – dodecil sulfato de sódio) no meio. Para solvente orgânico foram testados o metanol e a acetonitrila, sendo esta a que possibilitou a melhor separação dos picos.

Atualmente estão sendo realizados testes multivariados para finalizar as condições do método. Então serão construídas as curvas analíticas, determinação dos parâmetros de mérito e aplicação do método em matrizes reais como, por exemplo, comida industrializada para bebês.

Referências Bibliográficas

1 KEITH. S. D., Pesticidas Usage in the United States: History, Benefits, Risks, and Trends, **Department of Agriculture Extension Service National Agriculture Pesticide Impact Assessment Program special project**, v. 1121, p. 1 - 7, 2000.

2 RAVELO - PÉREZ, L. M. R.; BORGES, J. H.; MIQUEL, T. M. B.; DELGADO, M. Á. R., *Multiple Pesticide Analysis in Wine by MEKC Combined with Solid-Phase Microextraction and Sample Stacking*, **Electrophoresis**, v. 28, p. 4072-4081, 2007.

3 BALBA, H., *Review of Strobilurin Fungicides Chemicals*, **Journal of Environmental Science and Health Part B**, v. 42, p. 441 – 451, 2007.

4 Índice Monográfico, Monografia de produtos Agrotóxicos, Agência Nacional de Vigilância Sanitária – ANVIA, P26, P46, P50 e T54.

5 FISHEL, F.M., *Pesticide Toxicity Profile: Strobilurins Pesticides*, PI – 67, U. F. IFAS Extension, 2005.