

“DESENVOLVIMENTO DE UM MÉTODO ANALÍTICO PARA DETECÇÃO E QUANTIFICAÇÃO DE METIL PARATION EM AMOSTRAS DE PEIXES POR CLAE EMPREGANDO COLUNA CROMATOGRÁFICA ISRP”. Carmen Regina de Souza, Manoel lima de Menezes – Sub-área - Exatas – Química – Departamento de Química – Faculdade de Ciências – Unesp – Campus de Bauru.

Os pesticidas são uma classe de compostos que tem por finalidade o controle e/ou o extermínio de espécies que possam interferir na produção agrícola, na piscicultura e também no combate a insetos domésticos ou quaisquer agentes preventivos à ação de vetores de doenças que possam ser transmitidas ao homem ou animais [GALLI et al, 2006]. Não são necessariamente venenos, porém quase sempre são tóxicos.

Os pesticidas organofosforados possuem em sua estrutura um átomo central de fósforo pentavalente ligado a um átomo de oxigênio ou de enxofre por uma dupla ligação. Estes são menos persistentes no ambiente que os organoclorados, contudo, possuem efeito tóxico mais agudo para seres humanos e outros mamíferos, pois são inibidores da enzima acetilcolinesterase, essencial para a transmissão de impulsos nervosos [BAIRD, 2000]. Tais como os organoclorados, os organofosforados são lipossolúveis, sendo altamente contaminantes para o meio ambiente.

O mecanismo de ação dos organofosforados em seres vivos baseia-se na inibição da acetilcolinesterase do sistema nervoso central, do sistema nervoso periférico e das junções neuromusculares, causando assim, uma síndrome colinérgica derivada do acúmulo do neurotransmissor acetilcolina. Os efeitos sobre o sistema nervoso central podem ser representados por excitação inicial, que podem resultar em convulsões, seguidas de depressão, perda da consciência e insuficiência respiratória [RANG et al, 2001].

Organismos aquáticos, principalmente os peixes tem sido cada vez mais afetados por pesticidas usados em ambientes rurais e domésticos. Os peixes sofrem intoxicações agudas, que podem levar à morte e crônicas que geralmente implicam na redução do desenvolvimento de determinadas espécies por deficiência de reprodução [SALLES et al, 2002].

O Metil-paration (O,O-dimetil O-[p-nitrofenil]fodforotionato), está disponível desde 1949, é um dos organofosforados mais amplamente usados para o controle de pestes em ambientes agrícolas e largamente utilizado no controle e extermínio de parasitas encontrados em peixes, especialmente no Brasil, onde o comércio de peixes além de gerar muitos empregos, constitui-se em uma atividade que atende os critérios de sustentabilidade, desenvolvimento social e alta eficiência de produção. O metil-paration mostrou-se melhor que o etil-paration devido a sua baixa toxicidade para humanos e animais domésticos e por seu amplo espectro de ação para os insetos. Sua mais curta vida residual também contribuiu para que seja mais desejável em certas ocasiões [CASARETTI, DOULL, 1996].

Um dos erros graves que ocorre na utilização do metil-paration é a falta de tempo para que ocorra a sua metabolização nos organismos dos peixes tratados, pois seus metabólitos são menos prejudiciais, porém não havendo esse tempo mínimo, há acumulação deste pesticida nos organismos dos peixes, que conseqüentemente atinge os animais e os seres humanos que tem os peixes em sua cadeia alimentar. Por isso faz-se necessário a determinação de métodos analíticos que identifiquem e quantifiquem esse pesticida.

As amostras de peixes pacu, *Piaractus mesopotamicus*, foram previamente pesadas e maceradas usando almofariz e pistilo, O macerado foi transferido para um frasco e adicionado a este 10 mL de metanol, seguido por centrifugação por 15 minutos á 6000 rpm. Estas amostras foram diluídas 1:10 da solução sobrenadante e injetadas 1000µL, no sistema CLAE.

Foi empregada uma fase móvel composta de acetonitrila: ácido clorídrico 0,5% (v/v) [20:80], e após seis minutos de eluição iniciou-se a programação de gradiente terminando com uma concentração final de acetonitrila em 75% (v/v). A coluna cromatográfica ISRP-C₁₈ (150 mm x 4,6 mm DI) empregada foi preparada conforme Menezes e Félix. [MENEZES E FELIX, 1998]. A determinação de metil paration foi realizada em temperatura ambiente, com fluxo de fase móvel ajustado em 1 mL.minuto⁻¹. A fase móvel empregada foi composta por uma mistura de solução aquosa de ácido clorídrico 0,5% (v/v) e acetonitrila (80:20 v/v).

Uma vez otimizado o método analítico proposto, foram efetuadas as determinações dos níveis de metil paration em amostras de peixes. De acordo com os resultados apresentados na TABELA 1, observa-se que 96% das amostras de peixes analisadas foram determinados níveis de metil paration que variaram de 0,081 a 6,57µg/Kg de peixe. Nas demais amostras analisadas (4%), não foram detectadas frações de metil paration.

TABELA 1 – Determinação de metil paration em amostras reais de peixes.

Numero da amostra	Massa do peixe (g)	Níveis de metil paration (µg/Kg)
1	9,98	0,087
2	9,99	2,20
3	9,04	1,93
4	6,30	2,72
5	6,64	1,53
6	10,18	0,77
7	14,25	1,14
8	7,56	3,30
9	10,88	0,081
10	7,30	1,28
11	7,57	2,71
12	7,42	0,68
13	8,93	Nd
14	10,07	1,41
15	7,60	4,30
16	8,06	6,57
17	8,08	0,06
18	7,16	3,60
19	6,90	1,17
20	7,74	3,50
21	6,70	1,12
22	7,55	3,54
23	7,28	1,12
24	6,00	1,28
25	7,70	1,63

O método desenvolvido mostrou-se eficaz, rápido e a coluna ISRP-C18 pode ser utilizada para determinar concentrações do pesticida metil paration presente em amostras de peixes.

É importante ressaltar que o emprego do metanol como solvente de extração foi eficiente para efetuar as extrações de metil paration em tecidos de peixes.

[1] GALLI, A; SOUZA, D; GARBELINNI, G.S.; COUTINHO, C.F.B.; MAZO, L.H.; AVACA, L.A.; MACHADO, S.A.S.; Utilização de técnicas eletroanalíticas na determinação de pesticidas em alimentos. *Quím. Nova* v.29 n.1 São Paulo Jan./Feb. 2006

[2] BAIRD, C.; *Environmental Chemistry*, 2nd., Freeman: Houndmills, 2000

[3] RANG H.P.; DALE, M.M.; RITTER J.M. *Farmacologia*. 4º ed., Guanabara Koogan, Rio de Janeiro. 2001

[4] SALLES, C.M.C.; SALLES J.B.; BASTOS, V.L.F.C.; SILVA, C.C.; NETO, J.C.B.; Avaliação do efeito do metil-paration sobre as enzimas do metabolismo da serotonina em cérebro de pacu por cromatografia líquida de alta eficiência. *Revista Analytica* n 02, Rio de Janeiro/Nov. 2002

[5] CASARETT, L.J; DOULL, J. *Toxicology, The Basic Science of Poisons*. MO Amdur, J Doull and CD Klaassen (Eds), 4º ed. New York:Pergamon Press Inc. 1996.

[6] MENEZES, M. L., FELIX, G. On line extraction and separation of bendiocarb, methomyl, methyl-patathion and pantachlorophenol pesticides from raw milk. *J. Liq. Chrom. & Rel. Technol*, v. 21, n. 18, p. 2863-2871, 1998.