

Controle interno de processo: Análise de resíduos de Ditiocarbamatos em amostras-controle de Tomate

Fraga, L. S.; Sousa, L.V.; Oliveira, A. C; Cardoso, M. H. W. M.; Bastos, L. H. P.

INCQS/FIOCRUZ. Departamento de Química, Laboratório de Alimentos – Setor de Resíduos de Agrotóxicos.

Av. Brasil, 4365, Manguinhos, Rio de Janeiro – RJ. CEP: 21.040-900

E-mail: lfraga@aluno.fiocruz.br/ leticia.s.fraga96@gmail.com

1. INTRODUÇÃO

Os Ditiocarbamatos (DTCs) são fungicidas derivados do ácido ditiocarbâmico, amplamente utilizados há várias décadas, na agricultura, no tratamento de solo, no cultivo de plantas ornamentais, grama, entre outros.

Os DTCs podem ser classificados em dimetilditiocarbamatos (DMDC), como Ferbam, Ziram e Tiram, etilenobisditiocarbamatos (EBDCs), como Mancozebe, Maneb, Zinebe e Metiram, monometildimetilcarbamato como metam sódico, e propilenobisditiocarbamato como propinebe.

Os principais produtos de degradação liberados a partir da hidrólise e fotólise dos Ditiocarbamatos são o etilenotioúrea (ETU), etilenouréia (EU) e dissulfeto de carbono (CS_2), sendo o ETU conhecido por diversos efeitos adversos à saúde, como efeitos carcinogênicos, teratogênicos, mutagênicos e propriedades antitireoidianas.

Tendo em vista a relevância toxicológica dos ditiocarbamatos, o monitoramento e determinação dos resíduos dessas substâncias em alimentos é de extrema importância para garantir que estas estão sendo utilizadas de maneira adequada e com seus limites máximos sendo respeitados.

Além disso, o laboratório responsável por essas análises deve garantir a qualidade dos resultados encontrados. Amostras controle atuam como controle de qualidade interno. Essas são utilizadas para demonstrar o desempenho do método analítico na prática de rotina.

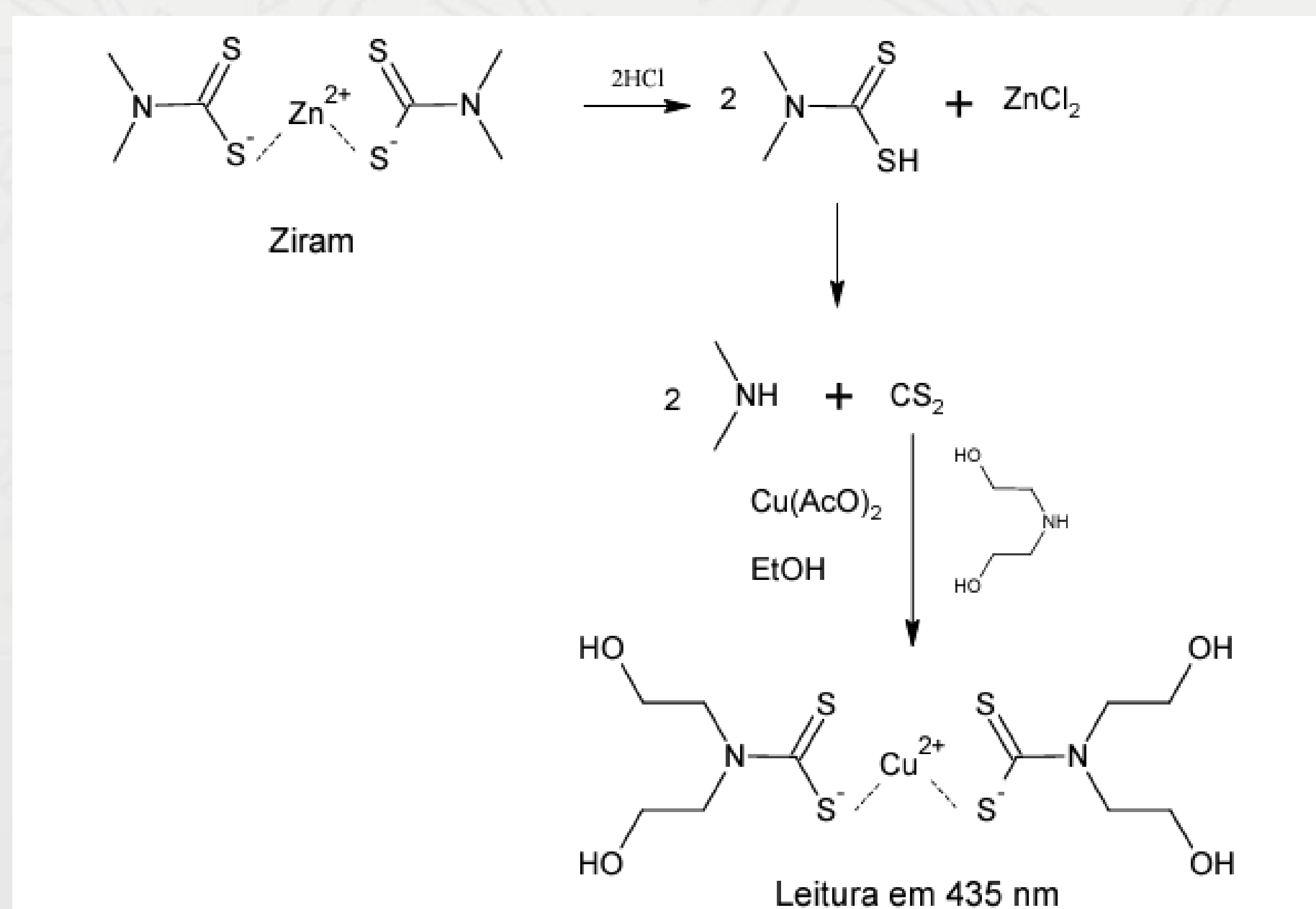
2. OBJETIVO

Este trabalho teve o objetivo de avaliar a performance do método de quantificação de resíduos de Ditiocarbamatos do laboratório de agrotóxicos através do uso de amostra controle, permitindo assim, garantir a qualidade e confiabilidade dos resultados obtidos no processo analítico.

3. MATERIAIS E MÉTODOS

O método empregado neste trabalho para a determinação dos DTCs foi o espectrofotométrico, onde foi realizada a hidrólise ácida de ditiocarbamatos liberando CS_2 , seguido de complexação com dietanolamina e Cobre (II) (figura 1).

Figura 1: Hidrólise ácida de DTCs: Ziram



O complexo formado possui uma coloração amarela característica, que foi quantificada por espectrofotometria na região do visível a 435 nm, através de uma curva analítica com 5 pontos contendo concentrações distintas do padrão de CS_2 : 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; e 2,5 μg de CS_2 /mL (figura 3). A análise foi realizada em duplicata (A1 e A2) (figura 2), utilizando uma amostra de tomate fortificada com 1 mL de uma solução intermediária de Tiram a 41,51 μg /mL, e ao final foi calculada a recuperação de CS_2 .

6. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

CODEX ALIMENTARIUS. Pesticides Residues in food. Methods of analysis and sampling. 2nd edition Volume 2A Part 1ano 2000.

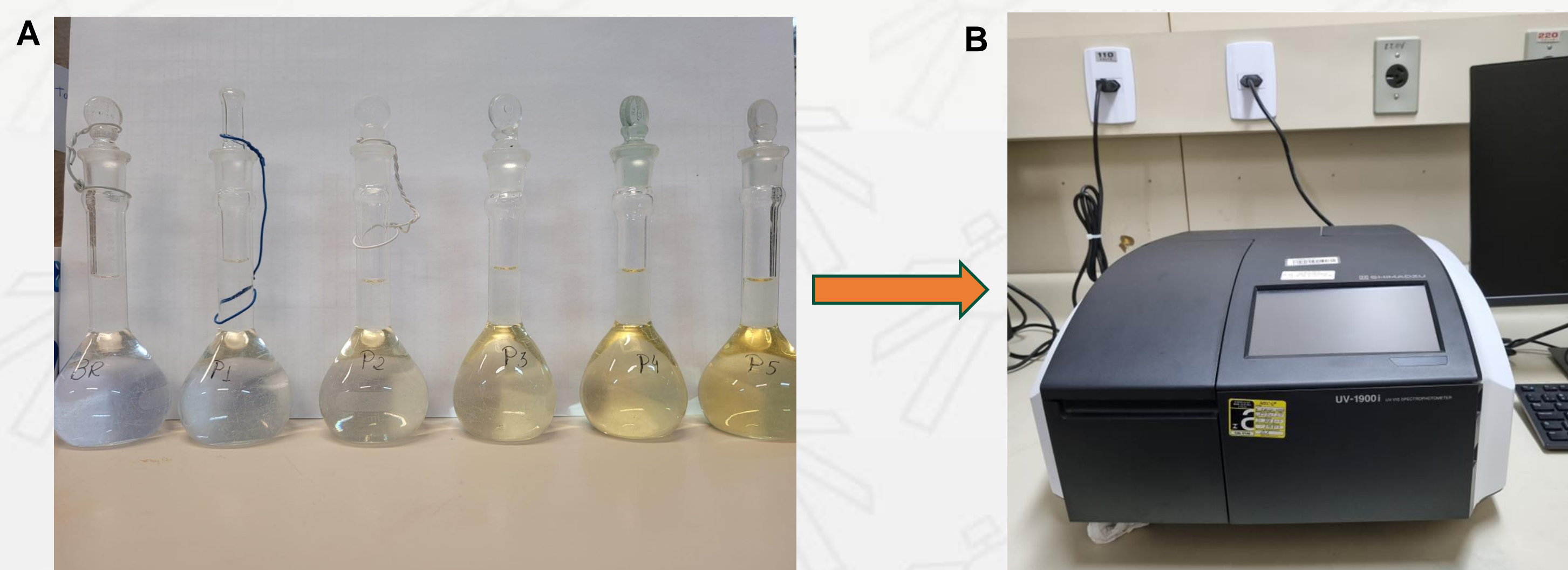
LEMES, V. R. R. Avaliação de resíduos de etilenotioúrea (ETU) em frutas comercializadas na cidade de São Paulo. 2007. 111f. Tese de Doutorado. Universidade de São Paulo, São Paulo, 2007.

DG-SANTE, EUROPEAN COMMISSION. Guidance document on analytical control and method validation procedures for pesticide residues analysis in food and feed. Document No. SANTE /12682/2019, 01 Jan 2020.

Figura 2: Etapa de hidrólise ácida, seguida pela complexação com o agente colorimétrico, realizada em duplicata (A1 e A2).



Figura 3: A: Curva analítica contendo 5 pontos e branco: 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; e 2,5 μg de CS_2 / mL. B: Espectrofotômetro UV-Vis 435 nm - leitura da curva, A1 e A2.



4. RESULTADOS

As recuperações adequadas para um estudo de recuperação segundo o documento SANTE são de 70 a 120%. Na tabela 1 são apresentadas as taxas de recuperação obtidas para as amostras-controle.

Tabela 1: Concentração de CS_2 e recuperação obtidas das amostras A1 e A2, pelo método espectrofotométrico.

Amostra	Concentração de CS_2 (mg/kg)	Recuperação (%)
A1	0,4624	87
A2	0,4872	91

5. CONCLUSÕES

- As recuperações encontradas foram 87% e 91%, respectivamente, para as amostras A1 e A2.
- Os resultados obtidos foram considerados satisfatórios e capazes de monitorar o método analítico.
- A realização de ensaios com amostras controle é um modo eficaz para o laboratório garantir a validade e qualidade de seus resultados no processo analítico.

AGRADECIMENTOS

