

OPTIMIZAÇÃO E VALIDAÇÃO DE UM MÉTODO DE DOSEAMENTO DE ETILENOTIUREIA (ETU) EM AMOSTRAS DE DERIVADOS DE TOMATE, POR HPLC/PDA

P.M. Branco; F. Gonçalves; F. Costa; A. J. R. Teixeira e M. J. Marcelo Curto
INETI-Departamento de Tecnologia das Indústrias Químicas, Estrada do Paço do Lumiar, 1649-038 Lisboa, Portugal

O recurso aos pesticidas é ainda, nos dias de hoje, a principal estratégia utilizada na prevenção e controlo de pragas durante a produção de produtos agrícolas. Estes compostos, porém, bem como os seus metabolitos são potencialmente tóxicos para o homem e a presença dos seus resíduos nos alimentos pode significar um risco para a saúde do consumidor. É o caso dos fungicidas etilenobis(ditiocarbamatos) (EBDC), que originam etilenotiureia (ETU), classificada como agente cancerígeno [1].

O tomate é uma cultura que exige uma alta frequência de aplicação de pesticidas e é um ingrediente importante quer na dieta portuguesa quer na de muitos outros países do mundo. Portugal exporta quase toda a produção de concentrado de tomate.

A competitividade na produção de derivados de tomate requer um rigoroso controlo de qualidade tendo em conta os níveis máximos permitidos (LMR – Limite Máximo de Resíduo) de pesticidas e outros contaminantes. Em Portugal, o Decreto-Lei 144/2003 de 2 de Julho não permite que resíduos como o ETU estejam presentes em produtos agrícolas num teor superior a 0,05 mg/kg (0,05 ppm).

A validação de métodos analíticos é um requisito importante de suporte às actividades de metrologia em análise química e de garantia da qualidade dos produtos nas indústrias químicas, farmacêuticas, alimentícias e de cosméticos, entre outras. As características de desempenho são expressas em termos de parâmetros ou variáveis analíticas.

O trabalho apresentado foi realizado por HPLC com detecção de fotodíodos (varrimento de comprimento de onda na gama do UV/Vis), com eluição

isocrática de fase inversa e quantificação pelo método de padrão externo [2], [3].

Estudou-se os parâmetros limite de quantificação, limite de detecção, linearidade instrumental, linearidade do método, exactidão, precisão (repetibilidade da medição, repetibilidade do método), especificidade e robustez [4], [5], [6].

O uso de testes estatísticos adequados (t de Student, F de Fisher, Cochran, Grubbs, ANOVA e testes de hipóteses) tornam as decisões, quanto aos dados, menos subjectivas o que faz com que o processo de validação de métodos analíticos seja mais objectivo, mais fácil de demonstrar e de implementar [7].

Nesta comunicação serão apresentados os resultados do estudo de validação e respectivo tratamento estatístico de um novo método de quantificação de ETU em amostras de derivados de tomate (concentrado, triturado, extruso e passata).

REFERÊNCIAS

- [1] Lentza-Rizos, C., "Ethylenethiourea (ETU) in relation to use of ethylenebisdithiocarbamate (EBDC) fungicides", *Rev. Environ. Contam. Toxicol.*, 1990.
- [2] Kontou, S., Tsipi, D., Oreopoulou, V. E Tzia, C., "Determination of ETU in Tomato Products by HPLC-PDA. Evaluation of Cleanup Procedures", *J. Agric. Food Chem.*, 2001.
- [3] Garcinuño, R.M., Fernández-Hernando, P., Cámara, C., "Simultaneous determination of maneb and its main metabolites in tomatoes by liquid chromatography using diode array ultraviolet absorbance detection", *Journal of Chromatography*, 2004.
- [4] J. Mark Green, "A Practical Guide to Analytical Method Validation", *Anal. Chem.* (68), 305A-309A, 1996.
- [5] Center for Drug Evaluation and Research at the Food and Drug Administration, "Validation of Chromatographic Methods", CDER-Reviewer Guidance, 1996.
- [6] Report of the AOAC/FAO/IAEA/IUPAC Expert Consultation on Single-Laboratory Validation of Analytical Methods for Trace-Level Concentrations of Organic Chemicals, November 1999.
- [7] Trevor J. Farrant, "Practical Statistics for the Analytical Scientist, a Bench Guide", The Royal Society of Chemistry, 1997.