

TESTE PARA DETECÇÃO DE 1-NAFTIL N-METILCARBAMATO

A. Del'Acqua, L.M.V. Trevisan e
M.I. Panosso
Instituto de Química - UNESP - Arara-
quara (SP) Brasil

RESUMO

A presença de 1-naftil N-metilcarbamato pode ser constatada pela detecção do produto da reação de 1-naftol, obtido da hidrólise alcalina do praguicida, com p-nitrobenzenodiazônio fluorborato. O teste permite detectar 0,5 γ de Sevin e pode ser aplicado para a detecção de resíduos deste praguicida em vegetais.

ABSTRACT

A test was developed for detection of 1-naphthyl N-methylcarbamate a pesticide commonly known as SEVIN or CARBAZYL. The test is based on detection of 1-naphthol formed by alkaline hydrolysis of SEVIN by reaction with p-nitrobenzenediazonium fluoroborate.

Introdução

A utilização em grande escala de praguicidas para a proteção de produtos agrícolas, tanto por ocasião de seu cultivo como quando durante seu armazenamento tem-se mostrado como um sério problema quando se passa a considerar a contaminação de alimentos com resíduos de praguicidas.

Não se pode também deixar de considerar a possibilidade de contaminação de águas por estes mesmos produtos, seja através de resíduos que podem ser carregados dos solos pelas águas das chuvas, seja através da lavagem em cursos d'água dos equipamentos usados para aplicação de praguicidas, ficando assim contaminadas fauna e flora dos rios atingidos. Inevitável também é a contaminação da carne e do leite de gado; neste caso os resíduos provêm das pastagens, forragens e rações que o gado ingere quando se alimenta.

Não é possível hoje, eliminar a possibilidade da presença de resíduos de praguicidas nos alimentos oferecidos ao homem, seja por aplicação direta, seja por transferência, levando a sérias intoxicações, dado que podem ser ultrapassados os limites de tolerância do organismo humano. Notícias envolvendo a morte de animais que ingeriram alimentos contaminados com praguicidas são frequentes na imprensa diária. Se isto ocorre com animais que vão do boi ao canário, não é improcedente supor que a alimentação humana também esteja contaminada com resíduos destes produtos. Como os envenenamentos causados

não são agudos, não há de modo geral, maior alarme sobre o assunto.

É preciso relatar aqui que esforços têm sido desenvolvidos para melhor equipar os laboratórios de saúde pública já existentes, bem como tem sido anunciada a criação de outras unidades nas principais capitais do país. Entretanto, é preciso considerar que num país de dimensões continentais como o Brasil, a instalação de grandes laboratórios não é suficiente para o controle de alimentos, necessário se faz a instalação de laboratórios regionais afim de melhor fiscalizar a qualidade de produtos consumidos nas proximidades da região em que são colhidos os quais na grande maioria das vezes escapam ao controle sistemático dos grandes laboratórios.

Naturalmente, o país não tem condições de fornecer a estes pequenos laboratórios os recursos materiais e humanos equivalentes aos disponíveis nos grandes centros. Torna-se pois indispensável a elaboração de métodos para a detecção de resíduos de pesticidas que sejam simples, rápidos e econômicos, e nos quais a técnica e o equipamento empregados não sejam mais complexos que os recursos utilizados pela análise de toque e pela cromatografia em papel ou em camada delgada.

Estes métodos que podem oferecer resultados no máximo semiquantitativos apresentam os requisitos suficientes para análises de triagem permitindo uma separação dos alimentos suspeitos, que seriam então enviados aos laboratórios oficiais centrais para um laudo oficial.

O trabalho ora relatado refere-se ao estabelecimen-

to de método para detectar resíduos de 1-naftil N-metilcarbamato, Sevin ou Carbaril, um praguicida cuja ação nos mamíferos se faz de maneira semelhante à dos fosforados ou seja, pela inibição da colinesterase, porém apresentando efeito reversível.

A escolha do Sevin para iniciar esta série de trabalhos está baseada principalmente no fato de que este praguicida é o único representante da classe dos carbamatos largamente empregado no Brasil, sua utilização deverá ampliar-se ainda mais dada a crescente restrição aos derivados clorados, mais persistentes que os carbamatos. Além disso, na detecção de Sevin podem ser empregadas reações e técnicas de análise de toque já bastante experimentadas; finalmente sua dosagem máxima de tolerância é bastante alta $DL_{50} = 540 \text{mg/kg}$ (1) permitindo que seus resíduos porventura presentes em vegetais apareçam em concentração compatível com a sensibilidade das reações por análise de toque.

O método desenvolvido para a determinação de Sevin se baseia na detecção de 1-naftol obtido da hidrólise alcalina do praguicida, através da reação de copulação com sal de diazônio.

PARTE EXPERIMENTAL E RESULTADOS

a) Substância padrão: As determinações foram realizadas com 1-naftil N-metilcarbamato recristalizado de clorofórmio apresentando P.F. 138-142°C.

b) Descrição do teste: Em um microtubo de ensaio contendo no mínimo 0,5 γ de 1-naftil N-metilcarbamato dissolvido em ace-

Em 7 microtubos de ensaio foram colocadas 0,5 γ de l-naftil N-metilcarbamato os testes realizados conforme descrito em b, tendo-se no entanto, variado o tempo de aquecimento dos tubos. A tabela 2 mostra os resultados obtidos.

TABELA II

Tempo de aquecimento (min)	1	2	3	4	5	6	7
Resultado	±	±	+	+	+	+	+

Determinação do tempo mínimo de hidrólise de l-naftil N-metilcarbamato para a realização do teste.

DISCUSSÃO E CONCLUSÕES

Para a detecção de resíduos de l-naftil N-metilcarbamato procurou-se inicialmente estabelecer procedimentos para identificar metilamina e l-naftol, ou seja, os dois produtos que resultam da hidrólise do praguicida.

No entanto, os testes aplicados para a amina alifática (reações com p-dimetilaminobenzaldeído, 2,4-dinitroclorobenzeno e reagente de Nessler) mostraram resultados pouco satisfatórios que permitissem sua utilização rotineira na análise do praguicida.

Embora reações com cloreto férrico tenham mostrado resultados satisfatórios para a detecção de l-naftol, considerou-se que a aplicação da reação de copulação com p-nitrobenzenodiazônio fluorborato mostrava-se mais eficiente dada a sua

tona, foram adicionadas 2 gotas de solução de Na_2CO_3 a 2% em água.

O tubo foi aquecido em banho-maria durante 4 minutos; após o resfriamento da solução foram adicionadas 3 gotas de solução alcoólica a 0,3% de p-nitrobenzenodiazônio fluorborato (2,3) e 3 gotas de álcool isoamílico. O aparecimento de cor azul indica teste positivo para l-naftol.

Em se tratando de teste elaborado com base em reação previamente descrita para a detecção de l-naftol (4) foram necessárias experiências que levassem a informações sobre o limite de identificação do teste e do tempo mínimo de hidrólise necessário nas condições do teste. Estas experiências são descritas a baixo.

c) Determinação do Limite de Identificação do teste.

Usando soluções padrões de l-naftil N-metilcarbamato em acetona, foram realizados os testes, da forma descrita em b. Os resultados obtidos para concentrações variáveis de l-naftil N-metilcarbamato são apresentados na tabela 1.

TABELA I

γ Sevin	5	2	0,5	0,4	0,2	0,05
coloração	azul	azul	azul	cinza azulado lilás	alaranjado	
Resultado do teste	+	+	+	-	-	-

Determinação da concentração limite de l-naftil N-metilcarbamato

3- Determinação do tempo de hidrólise do l-naftil N-metilcarbamato.

especificidade para l-naftol⁽⁴⁾. Além disso, esta mesma reação é usada nos procedimentos colorimétricos para determinação de resíduos de Sevin em vegetais^(5,6) o que permitiu uma comparação dos resultados ora obtidos com aqueles previamente relatados.

O limite de identificação do teste, determinado com 0,5γ de l-naftil N-metilcarbamato, para soluções em acetona, pode ser considerado bastante razoável quando comparado aos limites desta mesma reação fixados para 0,5γ em l-naftol⁽⁴⁾ e aos valores de 5γ fixados nos métodos colorimétricos usados para análise de resíduos de Sevin.

Importante é frisar que a acetona mostrou-se como o melhor solvente para este teste, o uso de clorofórmio levou inicialmente a falsas interpretações sobre o limite de identificação do teste pois Sevin decompõe-se em soluções clorofórmicas.

O método ora descrito foi aplicado para o exame de resíduos de Sevin em tomates, pimentão e beringela. Para tanto, foi desenvolvido também procedimento de extração do princípio presente na superfície dos vegetais. Embora tenham sido satisfatórios os resultados obtidos, julgamos que um maior número de experiências seja realizado afim de confirmar a validade do processo de extração utilizado, extremamente simples quando comparado aos métodos usualmente empregados na análise de resíduos de l-naftil N-metilcarbamato. Estas experiências deverão ser relatadas posteriormente.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- MARICONI, F. A.M. - Inseticidas e seu emprego no combate às pragas - Tomo I, Livraria Nobel S.A., 3ª Ed. 1976, p. 203.
- BLATT, A.H. (editor) Organic Syntheses, coll. Vol. 2, p. 225, John Willey and Sons, London
- HORNING, E. C. (editor) Organic Syntheses coll. Vol. 3, p. 666, John Willey and Sons London.
- FEIGL, F.I., Anger, K. - Z. Anal. Chem. 193, 274 (1963) cf. Feigl, F.I. - Spot Tests in Organic Analysis - Elsevier Publs. Co., 7ª. Ed. p. 421 (1966)
- MISKUS, R.; GORDON, H.T. - J. Agric. Food Chem. 7, 613, (1959)
- GUNTHER, F. A.; BLINN, R.C.; CAPMAN, G. E. - J. Agric. Food Chem. 10, 222, (1962).