Resíduos de Pesticidas Organoclorados em Alimentos Gordos

– revisão da metodologia analítica

III. Métodos de determinação e confirmação

Celeste de Matos Lino ^a

Maria Irene Noronha da Silveira ^a

Neste trabalho, os autores apresentam uma revisão dos distintos métodos utilizados na detecção, quantificação e confirmação dos resíduos de pesticidas organoclorados em alimentos cujos teores em gordura excede os 2%.

Introdução

Os métodos aplicados à detecção e quantificação de resíduos de pesticidas organoclorados são fundamentalmente a cromatografia em camada fina, a cromatografia gás-líquido, a cromatografia líquida de alta resolução e, mais recentemente, a espectrometria de massa. Mas nem sempre é possível através de um destes processos concluir acerca da verdadeira identidade de um resíduo. Com vista a uma conclusão precisa e segura dos resultados, os analistas recorrem à sua confirmação por processos vários: fases estacionários de diferentes polaridades, cromatografia em camada fina, derivação química, outros detectores, espectrometria de massa.

Métodos de Determinação

Cromatografia gás-líquido

A cromatografia gás-líquido é, desde a década de sessenta, o método mais genericamente aplicado à análise de resíduos de organoclorados. O detector de captura de electrões, altamente sensível, tem permitido a detecção e quantificação dos componentes presentes no extracto da amostra com alto grau de precisão e segurança.

Detectores

No final dos anos cinquenta, o equipamento de cromatografia gasosa tornou-se comercialmente disponível mas, devido à falta de especificidade dos sistemas de detecção até então usados, não foi possível aplicar esta técnica, com êxito, à análise de resíduos de pesticidas antes dos anos sessenta [16]. As análises de resíduos de pesticidas iniciaram-se com o detector microcoulométrico, específico para iões cloreto, brometo ou iodeto e desenvolvido por Coulson e colaborado-

res [29] [30]. Com a descoberta do detector de captura electrónica, desenvolvido por Lovelock e Lipsky em 1954 [44], a sensibilidade foi alterada em cerca de 1 milhão de vezes e a especificidade foi também melhorada [14].

Este método de detecção e quantificação de resíduos (CG-DCE) foi introduzido em 1961 [31] e, continua a ser o método dominante na análise de pesticidas organoclorados [3-5] [7] [11] [15] [18] [26] [32] [33] [35-38] [40-42] [45] [50] [54] [56] [57] [60] [62].

A principal vantagem deste detector reside na sua excelente sensibilidade apesar da sua falta de especificidade total para compostos organoclorados, o que conduz à obtenção de respostas cromatográficas para níveis muito baixos de uma grande variedade de compostos electrofílicos. Por este motivo, alguns cuidados especiais devem ser observados quando se opera com este detector [6] [17]:

- proceder à purificação adequada dos extractos a analisar para reduzir os riscos de contaminação do sistema cromatográfico, em geral e, em particular, do detector;
- observar cuidados especiais no que respeita à pureza dos solventes e reagentes face a outros detectores [43];
- efectuar a limpeza e a descontaminação adequada de todo o material usado na análise, incluindo os septos do injectore;
- não utilizar recipientes de polietileno;
- manter a temperatura do detector superior à da coluna para evitar condensações de alguns compostos no detector que conduzem à formação de uma película fina sobre a fonte radioactiva impedindo a penetração do gás de transporte;
- garantir que a temperatura de trabalho das colunas cromatográficas seja inferior ao limite máximo recomendado pelos fabricantes para a respectiva fase estacionária. Caso contrário, o seu desprendimento provocará condensações no detector com todos os inconvenientes daí resultantes;
- não usar solventes electrofílicos que, para além de interferir com a análise, saturam o detector;
- assegurar que o gás de transporte utilizado tenha a pureza adequada evitando a presença de oxigénio e humidade. É necessária a presença de filtros para reter impurezas e humidade;
- o fluxo do gás de transporte oscila entre 20 e 120 ml/min, como se pode observar pelo Quadro I, para evitar os efeitos dos volumes mortos.

^a Laboratório de Bromatologia – Faculdade de Farmácia, Universidade de Coimbra.

QUADRO I

Parâmetros da cromatografia gasosa (colunas e enchimento) aplicados à análise de resíduos de organoclorados

AUTOR	TAMANHO COLUNA comp.xd.i.	ENCHIMENTO	SUPORTE	GÁS ARRASTE (ml/min)	TEMPERATURAS °C		
					Inj.	Col.	Detector-Fonte
Barros, M.C. [11]	6"x1/4"	6% QF1+4% SE-30 3% QF-1	Gas Chrom Q 80/100 mesh Gas Chrom Q 80/100 mesh	N-40 N-60	205 205	195 190	215 255
Erney, D.R. [33]	6"x4mm	10% DC-200	Chromosorb W (HP) 80/100 mesh				
Ang, C.Y.W., Dugan, L.R. [5]	4"x1/4"	QF-1+OV-17 (3+1)-11%	Gas Chrom Q 60/80 mesh	Hélio-30		220	
Dogheim, S.M. et al [32]	6"x4mm	1,5% OV-17+1,95% OV-210 10% DC-200	Gas Chrom Q 80/100 mesh Gas Chrom Q 80/100 mesh	N-80 N-80	225 225	210 202	220 207
Braun, H.E., Lobb, B.T. [15]	1,8mx2mm	4% OV-1+6% OV-210 5% OV-17	Gas Chrom Q 80/100 mesh	N-60	240	190	325
Al-Omar, M.A. et al [4]	1,5mx4mm	1,5% OV-17+1,95% OV-210	Chromosorb WHP	Argon/Metano (90+10)-30	220	200	300
Hashemy-Tonkabony;	1,5mx3,2mm	5% DC-200	Chromosorb W 60/80 mesh	N-60	220	180	250 Ni ₆₃
Assadi Langaroodi [36]	1,5mx6,25mm	10% OV-1	Varaport 30	N-60	200	180	200 H ₃
Official Methods of Analysis, 1984, 14th ED. [50]	1,8mx4mm	10%DC-200 ou 10% OV-101	Chromosorb WHP 80/100 mesh	N-120	225	200	210 (máx) H ₃
Susuki, T. et al. [57]	2mx3mm	3% OV-17 2% DEGS/0,5% H ₃ PO ₄	Chromosorb W (HP) 80/100 mesh Chromosorb W (HP) 80/100 mesh	N-40 N-20	240	193	240 Ni ₆₃
Hopper; Griffitt [38]	1,8x4mm	5% OV-101	Chromosorb WHP			200	Ni ₆₃
	1,8x4mm	5% OV-101+3% OV-225 (1+1)	Chromosorb WHP			150	Ni ₆₃
Ault; Spurgeon [7]	1,85x4mm	1,5% SP2250+1,95% SP-2401	Supelcoport 100/120 mesh	N-60-80	250	200	350 Ni ₆₃
Hopper, M.L. [37]	6"x4mm	2% DEGS	Chromosorb WHP 100/120 mesh	Argon c/ 10% metileno-70	216	200	348 Ni ₆₃
Adachi, et al [3]	2mx3mm	2% DEGS+0,5% H ₃ PO ₄	Chromosorb W-DMCS 60/80 mesh	N-80	240	200	240 Ni ₆₃
Wells; Johnstone [62]	1,525x2mm	4% SE-30+6% OV-210	Chromosorb WHP 80/100 mesh	N-30-35	200	200	220 H ₃
Suprock, J.F.;		Ultra Bond 20 M					
Vinopal, J.H. [56]	6"x2mm	Ultra Bond 20 SE		Argon/Metano	160	190	325 Ni ₆₃
	6"x4mm	Ultra Bond 20 M c/1% OV-210		(95+5)-25-30-55-60	160	205	325
		Ultra Bond 20 M c/ 0,5% OV-210+0,65% OV-17					
Gillespie; Walters [35]	1,8mx2mm	5% OV-101	Chromosorb WHP 80/100 mesh	N-30	220	200	350 Ni ₆₃

A fonte radioactiva pode ser constituída por folha de trítio (H₃) embora, os detectores mais recentes contenham folhas de Ni₆₃. A folha de níquel apresenta algumas vantagens relativamente à de trítio dado que o seu aquecimento pode ser mantido a temperaturas de 350 °C (máximo 400 °C) evitando assim a condensação frequente do detector e a sua limpeza constante. A temperatura suportada pela folha de trítio ronda os 220 °C [10].

No início da década actual Luke e colaboradores [46] aplicaram o detector de condutividade electrolítica de Hall à análise de alguns compostos organohalogenados, entre outros. A especificidade deste detector permite eliminar alguns processos de purificação que são exigidos pelos detectores não específicos como o de captura de electrões.

Colunas de enchimento

As considerações acerca dos distintos parâmetros que envolvem este componente do sistema cromatográfico foram oportunamente desenvolvidas pelos autores [43] e, de uma forma genérica, são aplicáveis a esta classe química de compostos com excepção da polaridade da fase estacionária. Os pesticidas organoclorados devido à sua estrutura química não necessitam do recurso a silicões altamente polares mas, estes podem ser utilizados em mistura com silicões apolares, como se pode constatar da observação do Quadro I. Prinsloo e DeBeer [52] determinaram os tempos de retenção relativos ao paratão e os tempos de retenção absolutos de 28 pesticidas organoclorados e 42 organofosforados baseados em 9 colunas de diferentes polaridades.

Suprock e Vinopal [56] ao estudarem os comportamento cromatográfico e os tempos de retenção relativos (aldrina) de 78 pesticidas e metabolitos em 4 colunas Ultra-Bond diferentes usando DCE, verificaram que as colunas de 2mm de

diâmetro interno são mais úteis para cromatografar os pesticidas que eluem mais tarde, enquanto as de 4mm são mais úteis para os pesticidas que eluem primeiro.

Colunas capilares

As colunas capilares têm sido aplicadas, na década actual, por alguns investigadores à análise de resíduos de pesticidas organoclorados [9] [18] [26] [40-42] [45] [54] [60] [64]. As fases líquidas mais utilizadas no revestimento das paredes internas do capilar e aplicado a este tipo de resíduos são a DB-5 e a SE-30 (Quadro II).

Apesar das vantagens destas colunas já anteriormente referenciadas [43], elas são aplicadas apenas num pequeno número de laboratórios comparativamente às colunas de enchimento.

Cromatografia líquida de alta resolução

A cromatografia líquida de alta resolução aplicada à análise de resíduos de pesticidas organoclorados encontra barreiras naturais, uma vez que não dispõe de detectores comercializados com alto grau de sensibilidade que respondam de forma adequada a estes compostos quando comparados com o detector de captura de electrões utilizado na cromatografia gasosa.

Os detectores mais frequentemente utilizados em CLAR são o detector UV e o detector de fluorescência. Enquanto o primeiro é sensível a cerca de 1 ng, o segundo poderá responder, nalguns casos, a 0,1 ng, o que é, comparativamente mais baixo que a detecção por CG-DCE [49] [51]. Mas esta técnica pode ser vantajosa para analisar amostras com um mínimo de purificação.

QUADRO II
Condições cromatográficas gás-líquido (colunas capilares) aplicados à análise de resíduos de organoclorados

	TAMANHO COLUNA compxd.i.-espes mxmm-µm	FASE COLUNA	GÁS ARRASTE ml/min	GÁS «MAKE-UP» ml/min	TEMPERATURAS °C Colunas	Inj.	Detector-Fonte
Lebel, Williams [41]	15x0,25	DB-17 Silica fundida	Hélio-1,5	N-30	80° (2')→220° (1), 20°/min 220°→280° (6'), 5°/min	260°	325° Ni ₆₃
	15x0,25	Db-5 Silica fundida	Hélio-1,0	N-30	80° (2')→220° (1'), 20°/min 220°→275° (5'), 5°/min	260	325 Ni ₆₃
Chiang et al [26]	30x0,25-0,25	DB-5	Hélio	Argon-Metano (90+10)	60° (2')→310°, 10°/min	285	250 Ni ₆₃
Luke; B.G. et al [45]	12x0,33	BP 10 Silica vitrea	Hélio-90 cm/seg	N-40	210°	230	350 Ni ₆₃
Bush, B. et al [18]		Apiezon L, vidro borosilicatado		N-20-30 cm/seg	70° (1')→230°, 10°/min (6'), 3°/min→230° (10')	225	300
Ripley, B.D.; Braun, H.E. [54]	15x0,247-0,25	SE-30, Silica fundida	Hélio-30 cm/seg	Argon-Metano (95+5)-3	90° (1')→150°, 20°/min 150°→250°, 5°/min	250	300
Ballschmitter, K. et al [9]	40x0,3	SE-30 Apiezon L	Hidrogénio		40° (2')→140°, 50°/min 140° (3')→190°, 1,6°/min		Ni ₆₃
Liao, W. et al [42]	30x0,253-0,25	DB-5, Silica fundida	Hélio		60° (2')→270°, 6°/min		
Krynitsky, A.J. et al [40]	25x0,31-0,52	Metilsilicone,	-6 seg Hélio-100 i -3,5 co	Argon-Metano (95+5)-30	150° (1')→200°, 3°/min	200	325
de Voogt et al [60]	25x0,22	CP-Sil 5 CB ou CP-Sil 8 CB, Silica fundida	Hélio	Azoto	60° (2')→295°, 4°/min	260	305

Chiosi e colaboradores [27] desenvolveram um método para separação e quantificação de PCB_s e pesticidas organoclorados em atum e caracóis por CLAR como metodologia alternativa ou suplementar à cromatografia gasosa. O método consiste na transformação do DDT e seus análogos em 0,p' e p,p'-diclorobenzofenona (DCBP) por reacções de dihidrohalogenação, e exidação, eliminando assim uma etapa cromatográfica (purificação com adsorvente). A determinação dos PCB_s e do somatório do DDT foi efectuada por CLAR utilizando detector UV (254 nm).

Cromatografia em camada fina

A cromatografia em camada fina é utilizada, ocasionalmente, nalguns laboratórios com detecção qualitativa [1] [48] ou em determinação semi-quantitativas [2] de resíduos de pesticidas organoclorados. Os processos de detecção são fundamentalmente de dois tipos:

- incidência de luz U.V. sobre as manchas;
- visualização das manchas por reacções com um composto fluorogénico ou cromogénico.

As determinações quantitativas dos resíduos efectuam-se por densitometria. A baixa sensibilidade e as limitações para determinações quantitativas desta técnica de análise face ao desenvolvimento da cromatografia gasosa tornam-na pouco utilizada por parte dos investigadores.

Espectrometria de massa

A cromatografia gasosa associada à espectrometria de massa, nos seus diferentes módulos, tem demonstrado ser

particularmente útil na identificação de resíduos de estrutura desconhecida permitindo uma interpretação adequada e segura, uma quantificação de baixos níveis e o controlo de qualidade em laboratórios dedicados à análise de pesticidas. Este tipo de detecção não é específica para uma classe particular de compostos mas é específica para o composto preciso. As suas aplicações têm vindo a aumentar com resultado da boa sensibilidade e reprodutividade apesar do seu elevado custo e exigências de especialização. Biros [13] num artigo de revisão exemplifica as aplicações da CG-EM quer na determinação de resíduos quer na confirmação da sua identidade. Rankin [53] efectuou um estudo dos espectros de massa por formação de ião negativo de alguns carbamatos, organofosforados e organoclorados. Bellman e Barry [12] utilizaram a cromatografia gasosa acoplada à espectrometria de massa (impacto de electrões) na identificação do p,p'-DDE em queijo, α-HCH em cacau e de vários isómeros do HCH em pernas de rã. Os compostos clorados são fáceis de identificar quer por impacto quer por ionização química [59]. Liao e colaboradores [42] aplicaram a cromatografia gasosa à espectrometria de massa operando em módulo de ionização de electrões à análise de poluentes orgânicos ambientais em tecido adiposo humano e de bovino, fornecendo, para além de uma melhoria de especificidade relativamente ao detector de captura electrónica, uma boa sensibilidade para a matriz em causa. Ruschemburg e Jahr [55] aplicaram a cromatografia gasosa capilar-espectrometria de massa à análise de organoclorados e PCB_s em amostras de leite.

Confirmação

Nem sempre é possível, recorrendo aos métodos anteriormente mencionados, tirar conclusões precisas e seguras acerca da identidade de resíduo. Torna-se então necessário proceder a uma combinação adequada de testes de confirmação com o objectivo de reduzir ao mínimo o grau de incertezas dos resultados.

- A técnica mais fidedigna para fornecer uma confirmação conclusiva e definitiva da identidade do resíduo é, sem dúvida, a *espectrometria de massa* através de espectros comparativos de padrões correctamente escolhidos [13]. Veierov e Aharonson [58] utilizaram esta técnica para isolar e identificar o p,p'-DDE na manteiga.

- Wilkes [63] procedeu à confirmação de resíduos de endossulfão- α ,- β e -sulfato por inonização química.

Baldwin e colaboradores [8] usaram esta técnica na confirmação de resíduos de dieldrina e p,p'-DDE.

- O recurso a *fases estacionárias de diferentes polaridades* para a determinação dos tempos de retenção de um composto é um dos processos que, eventualmente, poderá auxiliar o analista de resíduos nas suas conclusões.

Gabica e colaboradores [34] recorreram a duas colunas (4% SE-30+6% QF-1 e 1,5% OV-17+1,95% QF-1) para a confirmação de resíduos de organoclorados em amostras de leite. Também Braun e Lobb [15] utilizaram o mesmo processo para confirmação de resíduos de endossulfão- α ,- β e -sulfato em amostras de leite com colunas de 4% OV-1+6% OV-210 e 5% OV-17.

Dogheim e colaboradores [32] usaram, na confirmação de resíduos de pesticidas organoclorados em amostras de leite de búfalo e em amostras de peixe, duas colunas de polaridades diferentes (1,5% OV-17+1,95% OC-210 e 10% DC-200).

- Ocasionalmente, alguns autores recorrem a *outros detectores* para confirmação de resíduos de pesticidas organoclorados, processo este que não está de forma alguma generalizado. Assim, Braun e Lobb [15] utilizaram a detecção por fotometria de chama operando em módulo enxofre para a confirmação do endossulfão em amostras de leite.

- Em extractos de amostras destinados à análise de resíduos de organoclorados, a confirmação da sua identidade por *cromatografia em camada fina* tem sido efectuada por vários analistas:

Gabica e colaboradores [34] sugerem esta técnica para confirmar qualitativamente extractos de amostras de leite.

Também Dogheim e colaboradores [32] a usaram com a mesma finalidade para extractos de leite e peixe. Al-Omar e colaboradores [4] sugeriram a mesma técnica de acordo com o método da AOAC de 1970 para extractos de peixe. Kappor e colaboradores [39] aplicaram-na a amostras de leite. Carr apresentou estudos colaborativos em amostras de peixe [20] e manteiga [19] em que todos os colaboradores usaram placas de óxido de alumínio e n-heptano, como desenvolvimento, na confirmação por cromatografia em camada fina.

- As reacções de *derivação química* podem ser utilizadas na confirmação de resíduos de pesticidas organoclorados.

Woodham e colaboradores [65] utilizaram este método para a confirmação de resíduos de dieldrina e endrina em soja e

outros alimentos recorrendo ao tratamento da amostra com tricloreto de boro a 10% em 2-clorocetanol seguindo de CGL-DCE.

Chau desenvolveu vários processos para a formação de derivados químicos característicos de pesticidas organoclorados utilizados na sua confirmação:

- Cetona-I e -II (fotoprodutos da endrina) são tratados com t-butoxido de potássio em t-butanol seguidos de silanização ou acetilação para formação de silil éter ou acetato éter [21].

- Compostos do tipo DDT, metoxicloro, pertrano, clordano, heptacloro e heptacloro epóxido são derivados por uma técnica de derivados de matriz sólida: alumina-hidróxido de potássio e alumina-hidróxido de potássio e alumina-t-butoxido de potássio [24].

- O endossulfão- α ,- β são convertidos em diacetato numa matriz sólida constituída por alumina impregnada de ácido sulfúrico concentrado e anidrido acético [25].

- O endossulfão- α ,- β são transformados em endossulfão-éter numa matriz sólida constituída por alumina impregnada de ácido sulfúrico, a 100 °C [22].

- O heptacloro e a endrina presentes em extractos de amostras de peixe são convertidos respectivamente em 1-hidroxiclordeno e cetona por uma matriz sólida constituída por alumina, ácido sulfúrico, água, a 100 °C [23].

Maybury e Cochrane [47] comparando vários reagentes utilizados na derivação química da dieldrina concluíram que os que apresentavam melhor sensibilidade eram a solução aquosa de ácido bromídico e o tricloreto de boro em 2-cloroetanol. Os autores aplicaram esta técnica a extractos de gordura de manteiga, rações e erva.

Os mesmos autores [28] efectuaram a confirmação química de resíduos de lindano e isómeros BHC por dois processos: tratamento com metóxido de sódio-metanol e por pré-coluna alcalina. A segunda técnica apresenta-se muito rápida para extractos de cereais, hortícolas e rações mas, os extractos de amostras de carne e gordura apresentam dificuldades devido às substâncias interferentes insaponificáveis, enquanto a primeira reacção apesar de ser mais lenta elimina essas interferências.

Erney [33] usou a oxidação com trióxido de crómio para confirmação de resíduos em amostras de peixe.

- Outra técnica a que alguns autores recorrem para a confirmação dos resíduos é a *fotoderivação*.

Ward [61] desenvolveu um método para a confirmação do heptacloro e heptacloro epóxido em vários produtos alimentares recorrendo à cromatografia gasosa com detecção por captura electrónica dos seus fotoderivados. Soluções de amostras e padrões são expostas à radiação U.V. no escuro e, posteriormente, identificadas e quantificadas por CGL-DCE.

Referências

- [1] Abbot, D.C. et al. «J. Chrom.», 16, 1964, p. 481-487.
- [2] Abbot, D.C. et al. «J. Chrom.», 42, 1969, p. 83-88.
- [3] Adachi, K. et al. «J. Assoc. Off. Anal. Chem.», 66 (6), 1983, p. 1315-1318.
- [4] Al-Omar, M.A. et al. «Bull. Environ. Contam. Toxicol.», 36, 1986, p. 109-113.
- [5] Ang, C.J.W.; Dugan, L.R. «J. Assoc. Off. Anal. Chem.», 56 (3), 1973, p. 718-720.
- [6] Aue, W.A. «J. Chrom. Sci.», 13, 1975, p. 329-333.
- [7] Autl, J.A.; Spurgeon, T.E. «J. Assoc. Off. Anal. Chem.», 67 (2), 1984, p. 282-289.

- [8] Baldwin, M.K. et al. «Pest. Sci.», 8, 1977, p. 431-445.
- [9] Ballschmiter, K. et al. «Fresenius Z. Anal. Chem.», 306, 1981, p. 323-339.
- [10] Barros, M.C. «Relatório de Actividades do L.F. da D.G.S.A.», 1971, LT (D)-3/72.
- [11] Barros, M.C. «Bull. Environ. Contam. Toxicol.», 19, 1978, p. 697-702.
- [12] Bellman, S.W.; Barry, T.L. «J. Assoc. Off. Anal. Chem.», 54 (3), 1971, p. 499-506.
- [13] Biros, F.J. «Res. Rev.», 40, 1970, p. 1-64.
- [14] Bowman, M.C. «J. Chrom. Sci.», 13, 1975, p. 201.
- [15] Braun, H.E.; Lobb, B.T. «Can. J. Anim. Sci.», 56, 1976, p. 373-376.
- [16] Burke, J.A. «J. Assoc. Off. Anal. Chem.», 48 (5), 1965, p. 1037-1058.
- [17] Burke, J.; Giuffrida, L. «J. Assoc. Off. Anal. Chem.», 47 (2), 1964, p. 326-342.
- [18] Bush, B. et al. «J. Assoc. Off. Anal. Chem.», 66 (2), 1983, p. 248-255.
- [19] Carr, R.L. «J. Assoc. Off. Anal. Chem.», 54 (1), 1970, p. 152-154.
- [20] Carr, R.L. «J. Assoc. Off. Anal. Chem.», 54 (3), 1971, p. 525-527.
- [21] Chau, A.S.Y. «J. Assoc. Off. Anal. Chem.», 55 (3), 1972, p. 519-525.
- [22] Chau, A.S.Y. «J. Assoc. Off. Anal. Chem.», 55 (6), 1972, p. 1232-1238.
- [23] Chau, A.S.Y. «J. Assoc. Off. Anal. Chem.», 57 (3), 1974, p. 585-591.
- [24] Chau, A.S.Y.; Lanouette, M. «J. Assoc. Off. Anal. Chem.», 55 (5), 1972, p. 1058-1066.
- [25] Chau, A.S.Y.; Terry, K. «J. Assoc. Off. Anal. Chem.», 55 (6), 1972, p. 1228-1231.
- [26] Chiang, T.C.H. et al. «J. Assoc. Off. Anal. Chem.», 70 (1), 1987, p. 100-102.
- [27] Chiosi, S. et al. «J. Liq. Chromat.», 5 (9), 1982, p. 1653-1663.
- [28] Cochrane, W.O.; Maybury, R.B. «J. Assoc. Off. Anal. Chem.», 56 (6), 1973, p. 1324-1329.
- [29] Coulson, D.M.; Cavanagh, L.A. «Anal. Chem.», 32, 1960, p. 1245-1247.
- [30] Coulson, D.M. et al. «J. Agric. Food. Chem.», 8, 1960, p. 399-402.
- [31] de Faubert Maunder, M.J. et al. «Analyst», 89, 1964, p. 168-174.
- [32] Dogheim, S.M. et al. «J. Assoc. Off. Anal. Chem.», 71 (5), 1988, p. 872-874.
- [33] Erney, R.D. «J. Assoc. Off. Anal. Chem.», 57 (3), 1974, p. 576-579.
- [34] Gabica, J. et al. «J. Assoc. Off. Anal. Chem.», 57 (1), 1974, p. 173-175.
- [35] Gillespie, A.M.; Walters, S.M. «J. Liq. Chrom.», 9 (10), 1986, p. 2111-2114.
- [36] Hashemy-Tonkabony, S.E.; Assadi-Langaroodi «J. Food. Protection», 42 (3), 1979, p. 202-203.
- [37] Hopper, M.L. «J. Agric. Food. Chem.», 30 (6), 1982, p. 1038-1041.
- [38] Hopper, M.L.; Griffith, K.R. «J. Assoc. Off. Anal. Chem.», 70 (4), 1987, p. 724-726.
- [39] Kapoor, S.K. et al. «J. Assoc. Off. Anal. Chem.», 64 (1), 1981, p. 14-15.
- [40] Krynitsky, A.J. et al. «J. Assoc. Off. Anal. Chem.», 71 (3), 1988, p. 539-542.
- [41] Lebel, G.L.; Williams, D.T. «J. Assoc. Off. Anal. Chem.», 69 (3), 1986, p. 451-458.
- [42] Liao, W. et al. «J. Assoc. Off. Anal. Chem.», 71 (4), 1988, p. 742-747.
- [43] Lino, C.M.; Silveira, M.I.N. «Bol. Fac. Farm. Coimbra», 1987, em publicação.
- [44] Lovelock, J.E.; Lipsky, S.R. «J. Am. Chem. Soc.», 82, 1960, p. 431-433.
- [45] Luke, B.G. et al. «J. Assoc. Off. Anal. Chem.», 67 (2), 1984, p. 295-298.
- [46] Luke, M.A. et al. «J. Assoc. Off. Anal. Chem.», 64 (5), 1981, p. 1187-1195.
- [47] Maybury, R.B.; Cochrane, W.P. «J. Assoc. Off. Anal. Chem.», 56 (1), 1973, p. 36-40.
- [48] Mehrotra, R.K. et al. «J. Food Sci. Technol.», 11 (4), 1974, p. 197-199 in Pest. Abst. 9 (2), 1976, p. 132, 76-0569.
- [49] Moye, M.A. «J. Chrom. Sci.», 13, 1975, p. 268-279.
- [50] Official Methods of Analysis of the AOAC, Washington, D.C. 14th Ed., 1984, p. 537-538.
- [51] Oller, W. L.; Cranmer, M.F. «J. Chrom. Sci.», 13, 1975, p. 296-300.
- [52] Prinsloo, S.M.; DeBeer, P.R. «J. Assoc. Off. Anal. Chem.», 70 (5), 1987, p. 878-881.
- [53] Rankin, P.C. «J. Assoc. Off. Anal. Chem.», 54 (6), 1971, p. 1340-1348.
- [54] Ripley, B.D.; Braun, H.E. «J. Assoc. Off. Anal. Chem.», 66 (5), 1983, p. 1084-1095.
- [55] Ruschenburg, U.; Jahr, D. «Deut. Lebensm.-Rundschau», 82 (10), 1986, p. 334-335.
- [56] Suprock, J.F.; Vinopal, J.H. «J. Assoc. Off. Anal. Chem.», 70 (6), 1987, p. 1014-1017.
- [57] Suzuki, T. et al. «J. Assoc. Off. Anal. Chem.», 62 (3), 1979, p. 681-684.
- [58] Veierov, D.; Aharonson, N. «J. Assoc. Off. Anal. Chem.», 63 (2), 1980, p. 202-207.
- [59] Velde, G.V.; Ryan, J.F. «J. Chrom. Sci.», 13, 1975, p. 322-329.
- [60] Voogt, P. et al. «J. Chrom.», 363, 1986, p. 407-411.
- [61] Ward, P.M. «J. Assoc. Off. Anal. Chem.», 60 (3), 1977, p. 673-678.
- [62] Wells, D.E.; Johnstone, S.J. «J. Chrom.», 140, 1977, p. 17-28.
- [63] Wilkes, P.S. «J. Assoc. Off. Anal. Chem.», 64 (5), 1981, p. 1208-1210.
- [64] Williams, D.T. et al. «J. Assoc. Off. Anal. Chem.», 71 (2), 1988, p. 410-414.
- [65] Woodham, D.W. et al. «J. Agric. Food. Chem.», 20 (1), 1972, p. 163-165.

Abreviaturas:

CG-DCE – cromatografia gasosa-detector captura de electrões
 CG-EM – cromatografia gasosa-espectrometria de massa
 CLAR – cromatografia líquida de alta resolução
 HCH – hexaclorociclohexano
 PCB – bifenilos policlorados

SOCIÉTÉ MÉDITERRANÉENNE DE CHIMIE

A Secção Regional «Languedoc-Roussillon» da Societé Française de Chimie decidiu criar uma Secção Mediterrânea Internacional, com vários objectivos entre os quais se salientam:

- reuniões científicas comuns sobre temas a definir;
- cooperação mais estreita, com troca de estudantes e de investigadores no quadro de projectos europeus.

Para mais informações contactar: Monsieur Jacques Rouviere
 U.S.T.L.

Physico-Chimie des Systèmes Polyphasés – Case 016
 Place Eugène Bataillon
 34095 Montpellier cedex 5
 França

Convite à Reflexão...

A Pílula Dourada

No animal, os instintos para seguir e obedecer são naturais e necessários à sua sobrevivência, mas no homem tornam-se um perigo. No indivíduo, o seguir e obedecer torna-se imitação, ajustamento a um padrão social que ele próprio criou. Privada de liberdade, a inteligência não pode funcionar. A compreensão da natureza da obediência e da aceitação, no agir, traz liberdade. Numa vasta e complexa sociedade, tal não é possível; por isso, existe o conflito entre o indivíduo e a sociedade, entre a colectividade e a pessoa.

«Porque não se deve tomar drogas? Sois contra elas, mas vários dos vossos eminentes amigos tomaram-nas e escreveram livros estimulando outros a tomá-las. O nosso organismo físico, afinal de contas, é um processo bioquímico, e, adicionando-se-lhe um certo agente químico, podemos ter uma experiência que bem pode ser uma aproximação do real».

Mas, a pessoa precisa embriagar-se para conhecer o estado de sobriedade? Precisa adoecer para descobrir o que é a saúde? Que necessidade há de tomar drogas – drogas que prometem uma expansão psicadélica da mente e grandiosas visões? As pessoas tomam-nas porque a sua percepção se acha embotada. A sua vida tornou-se superficial, medíocre, sem significação; tomam drogas para ultrapassar essa mediocridade.

Há no homem tanta anarquia – e tanta capacidade científica. Esse desequilíbrio provoca devastações no mundo. O vácuo existente entre a adiantada tecnologia e a crueldade do homem, vácuo sobre o qual nenhuma ponte pode ser

lançada, está produzindo enorme caos e aflição. Assim, os intelectuais, depois de se entreterem com várias teorias – ideias religiosas, políticas, etc. – sem terem encontrado nenhuma solução para a desventurada situação do homem, começaram a apelar para a «pílula dourada» que suscitaria o estado de dinâmica sanidade e harmonia. Espera-se do cientista a descoberta dessa «áurea droga» – a completa solução de tudo.

Mas a mente, malgrado a sua admirável capacidade de realizar descobertas científicas continua medíocre, estreita e fanática. Pode-se lograr uma extraordinária e «explosiva» experiência por meio de uma dessas drogas, mas fará isso desaparecer a agressividade e o sofrimento do homem?

Diz-se que essas drogas proporcionam uma experiência que nos aproxima da realidade, dando, por conseguinte, esperança e estímulo. Mas a sombra não é o real; o símbolo nunca é o facto.

Nenhuma «pílula dourada» resolverá, em tempo algum, os problemas humanos. Eles só serão resolvidos quando se efectuar uma revolução radical na mente e no coração do homem. Isso exige trabalho árduo e constante, exige ver e escutar e, portanto, que sejamos altamente sensíveis. A mais alta forma de sensibilidade é a suprema inteligência, e nenhuma droga que o homem possa inventar nos dará essa inteligência. Sem essa inteligência, não há equilíbrio dinâmico no homem. Essa sensibilidade, porém, não pode ser dada pelos sacerdotes ou seus deuses, pelos filósofos ou mediante a «pílula dourada».

J. Krishnamurti, «The Only Revolution»

33
As
74,922

ARSÉNIO, de **arsenikos**, ou masculino (os gregos acreditavam que os metais diferiam no sexo); descoberto por volta de 1250. O arsénio deve classificar-se de não metal, ainda que apresente algumas características metálicas. É famoso como veneno. No entanto, alguns dos seus compostos têm uso clínico. Quando aquecido, sublima.

34
Se
78,96

SELÉNIO, de **selene**, ou lua; descoberto em 1817; existe na forma metálica e não metálica. Ao contrário da maioria dos condutores eléctricos, a sua condutividade varia com a luz. Este efeito fotoeléctrico do selénio torna-o útil em células fotoeléctricas e solares, câmaras de televisão e medidores de intensidade luminosa.

35
Br
79,90

BROMO, de **bromos**, ou fedor; descoberto em 1826. É um líquido vermelho, cáustico e fumante, de cheiro desagradável. O bromo é um desinfectante eficaz. Os seus compostos brometos são usados como sedativos e aditivos da gasolina que provocam diminuição de atrito nos motores dos automóveis.

36
Kr
83,80

KRIPTON, de **kryptos**, ou escondido; descoberto em 1898. o kripton radioactivo é usado como informador de produção nuclear, uma vez que este gás é um subproduto de todas as reacções nucleares.