

Avaliação do método QuEChERS para a extração de herbicidas imidazolinonas em solos.

Maria Inês C. Marinho¹ (PG)*, Maria C. G. Paiva¹ (IC), Anna I. G. Costa¹ (PG), Antonio A. Silva² (PQ), Maria Eliana L. R. de Queiroz¹ (PQ), Ana B. R. J. Passos¹ (PG)

¹Departamento de Química, Universidade Federal de Viçosa, CEP 36570000, Viçosa, MG, Brasil.

²Departamento de Fitotecnia, Universidade Federal de Viçosa, CEP 36570000, Viçosa, MG, Brasil.

*maria.i.marinho@ufv.br

Palavras Chave: herbicida; imazethapyr; imazapic; QuEChERS

Introdução

A extração e análise de pesticidas em solo é dificultada devido à co-extração de substâncias interferentes, propriedades dos herbicidas como, por exemplo, baixos valores de pK_a e pelos baixos limites de detecção requeridos. Tradicionalmente, os métodos de preparo de amostra para análise de resíduos de pesticidas em solo são laboriosos, lentos e, normalmente, envolvem grandes quantidades de solventes. Sendo assim, o método QuEChERS tornou-se uma alternativa para superar as limitações dos métodos convencionais por ser rápido, fácil, barato, eficiente, robusto e seguro [1,2]. O objetivo deste trabalho foi avaliar este método para a determinação dos herbicidas imazapic e imazethapyr em diferentes tipos de solo por Cromatografia Líquida de Alta Eficiência com detecção por UV/Vis (HPLC-UV/Vis) [1].

Resultados e Discussão

Para a avaliação do método QuEChERS foram utilizados 3 tipos de solo: Gleissolo Háplico Tb Distrófico (GX), Latossolo Vermelho Amarelo Distrófico (LVA), Plintossolo Háplico Distrófico (FX). Amostras desses solos foram fortificadas com uma solução (500,0 μ L) que continha os herbicidas imazethapyr e imazapic em uma concentração de 50 mg L⁻¹ preparada em acetonitrila. As amostras fortificadas foram homogeneizadas em vortex por 1 min e mantidas a 4 °C por 24 h antes da extração. Em seguida, a extração dos herbicidas foi realizada utilizando o método QuEChERS que consistiu em adicionar a 5,0 g de solo 20 mL de solução saturada de hidróxido de cálcio (pH 12,0) e 10 mL de acetonitrila. A etapa de partição foi realizada pela adição de uma mistura de sais anidros (4,0 g de sulfato de magnésio e 3,0 g de cloreto de sódio). O pH foi ajustado para 3,0, e a mistura centrifugada a 3200 rpm por 7 min. Na sequência, 2 mL do extrato orgânico foi submetido à etapa de *clean-up* com adição de 250 mg de sulfato de magnésio. As análises dos extratos foram realizadas por HPLC/UV-Vis. Para a determinação das porcentagens de recuperação, durante a avaliação do método, utilizou-se uma curva analítica, para

cada pesticida, preparada no extrato da matriz (1,0 – 6,0 mg L⁻¹). As recuperações e os coeficientes de variação (RSD) obtidos na avaliação do método estão apresentados na Tabela 1.

Tabela 1. Recuperações do método proposto para os herbicidas imidazolinonas.

Herbicida	Solo	Rec.* (%)	RSD (%)
Imazethapyr	GX	102,0	5,5
	LVA	114,3	6,5
	FX	112,4	8,3
Imazapic	GX	107,9	1,4
	LVA	114,0	2,5
	FX	112,5	1,9

*Recuperação

Os resultados indicaram recuperações entre 102,0 e 114,3%, com RSD \leq 8,3% para os compostos avaliados. São aceitáveis valores de recuperação de 80 a 110% para concentrações de trabalho maiores que 10 μ g kg⁻¹. Em relação ao coeficiente de variação para a concentração utilizada nesse trabalho (5,0 mg kg⁻¹) são aceitáveis valores \leq 10% [3]. As porcentagens de recuperação obtidas para os três tipos de solo (GX, FX e LVA) foram estatisticamente equivalentes entre si ao nível de 95% de confiança, pelo Teste de Tukey, para o imazapic. Para o imazethapyr essas foram estatisticamente equivalentes para os solos FX e LVA.

Conclusões

O método QuEChERS mostrou-se eficiente, rápido, simples, de baixo custo e baixo consumo de solventes orgânicos para determinação dos herbicidas imazethapyr e imazapic em solos por HPLC-UV/Vis.

Agradecimentos

Ao grupo de Planta Daninha e aos órgãos financiadores CAPES, CNPq e FAPEMIG.

¹Martins, G. L. Dissertação de Mestrado. Santa Maria, RS. Universidade Federal de Santa Maria, **2010**, 67-110.

²Asensio-Ramos, M.; Hernández-Borges, J.; Ravelo-Pérez, L. M.; Rodríguez-Delgado, M. A. *Anal. Bioanal. Chem.* **2010**, 396, 2307.

³Brasil. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. *Manual de garantia da qualidade analítica*. Brasília: MAPA/ACS, **2011**.