

AVALIAÇÃO DO MÉTODO QuEChERS MODIFICADO NA EXTRAÇÃO DE AGROTÓXICOS EM SOLO DE HORTICULTURA EM NATAL/RN.

Teresa Cristina. E. D. Rego (PG)^{1*}, Emily C. T. Araújo (PG)¹, Djalma R. Silva (PQ)¹, Maria de Fátima V. Moura (PQ)¹. tcris_rego@yahoo.com.br.

¹Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Núcleo de Processamento Primário e Reuso de Água Produzida e Resíduos (NUPPRAR), Instituto de Química, Natal/RN.

Palavras Chaves: QuEChERS, Cromatografia Líquida, Espectrometria de Massas, Agrotóxicos em solo.

Introdução

A determinação de resíduos de agrotóxicos no solo é de extrema importância para a estimativa da exposição humana e do meio ambiente a estes compostos, uma vez que são substâncias com toxicidade para a saúde humana, fauna e ambiente em geral^{1,3}.

O método QuEChERS de preparo de amostra, é considerado um método rápido, fácil, econômico, eficiente, robusto e seguro^{2,3}, é muito utilizado na extração de agrotóxicos em alimentos e neste trabalho foi avaliado para a determinação de sete agrotóxicos (carbaril, carbofurano, dimetoato, diuron, metamidofós, malathion e terbufós) em amostras de solo, com posterior análise por Cromatografia Líquida acoplada a Espectrometria de Massas (LC-MS/MS).

Foram avaliadas as figuras de mérito: curva analítica e linearidade, limite de quantificação, exatidão (recuperação) e precisão (repetibilidade e precisão intermediária). As curvas analíticas foram construídas em sete níveis de concentração (0,1; 0,5; 1,0; 5,0; 10,0; 25,0 e 50,0 mg.kg⁻¹ (Figura 1) e foram preparadas no extrato para correção do efeito matriz.

Resultados e Discussão

Recuperações entre 70 e 120% foram obtidas com o procedimento otimizado, onde utilizou-se para a extração 10 mL de acetonitrila, 100 µL de ácido acético, 6 g de sulfato de magnésio, 1 g de cloreto de sódio e centrifugação por 1 min a 3.600 rpm; em seguida 50 mg de PSA e 250 mg de sulfato de magnésio e centrifugação por 1 min a 3.600 rpm, e após diluição de 0,1 a 1,0 mL obteve-se a concentração de 5,0 mg.kg⁻¹.

Para os demais parâmetros de validação, a resposta do detector foi linear para todos os compostos, com coeficientes de correlação (r) superior a 0,98; limites de quantificação entre 0,1 e 1,0 mg.kg⁻¹. A precisão do método expressa como coeficiente de variação, apresentou valores inferiores a 15% para todos os compostos (Figura 1).

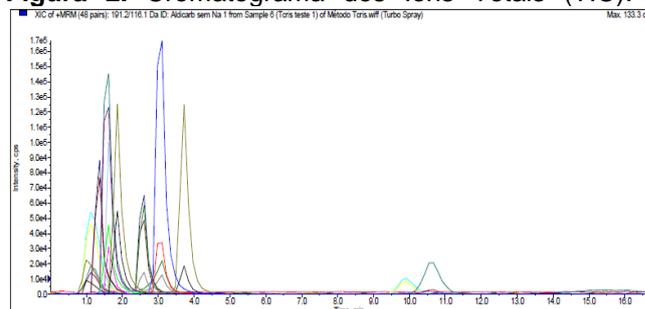
A obtenção de boa seletividade permitiu detectar os analitos de interesse na presença de componentes da matriz e dos próprios analitos, o que pode ser observado na figura 2.

Figura 1. QuEChERS method for soil samples.

Agrotóxicos	R ²	LOQ (mg.Kg ⁻¹)	CV ¹ (%)	Recuperação (R%) 5,0 mg.Kg ⁻¹
Carbaril	0,99	1,0	15,1	109,3
Carbofurano	0,99	0,1	8,1	109,0
Dimetoato	0,99	1,0	12,0	112,0
Diuron	0,99	1,0	13,1	105,6
Malathion	0,99	0,5	7,8	97,1
Metamidofós	0,98	1,0	12,0	113,0
Terbufós	0,99	1,0	10,1	97,4

¹ Coeficiente de Variação (CV).

Figura 2. Cromatograma dos Íons Totais (TIC).



Conclusões

A partir dos resultados obtidos, conclui-se que o método é apropriado para a determinação e quantificação dos agrotóxicos em estudo na matriz, apresentando R% entre 70 e 120% para todos os compostos com valores de CV < 15%. Além disso, apresenta as vantagens de ser rápido, fácil e robusto sendo ideal para determinações de rotina. Posteriormente o método será aplicado na determinação desses agrotóxicos em solo utilizado na cultura de hortaliças na Zona Norte da cidade do Natal/RN.

Agradecimentos

UFRN, NUPPRAR, CNPQ.

¹ Jardim, I.C.S.F.; Andrade, J.A. *Quim. Nova* 32 (2009) 996-1012

² Prestes, O.D.; Friggi, C.A.; Adaiame, M.B.; Zanella, R. *Quim. Nova* 32 (2009) 1620-1634.

³ Brond, S.H.G.; Nogueira, A.R.A.; Vicente, G.H.L.; Macedo, A.N. *Comunicado Técnico, EMBRAPA* 94 (2009) 2-5.