

Validação de método, por CLAE, para determinação de hexazinone e diuron em solo.

Sonia C. N. Queiroz^{*} (PQ), Vera L. Ferracini (PQ), Maria A. Rosa (TQ), Antônio L. Cerdeira (PQ). E-mail: sonia@cnpma.embrapa.br.

Embrapa Meio Ambiente. Rodovia SP 340, km 127,5. Caixa Postal 69. 13820-0000. Jaguariúna, SP.

Palavras Chave: validação, CLAE, pesticidas.

Introdução

Os herbicidas hexazinone (classe das triazinonas) e o diuron (classe das fenilureas), são nomes comuns para 3-ciclohexil-6-(dimetilamino)-1-metil-1,3,5-triazina-2,4-(1H,3H)-diona e N'-(3,4-diclorofenil)-N,N-dimetilurea, respectivamente. Como tais herbicidas são bastante utilizados, mas ainda pouco conhecidos nas condições climáticas brasileiras, a avaliação mais detalhada do uso desses herbicidas no ambiente é imprescindível. Para isso torna-se necessário a disponibilização de metodologias rápidas e eficientes para a detecção e quantificação destas espécies.

Assim, o presente trabalho descreve um método para a determinação simultânea de hexazinone e diuron em amostras de solo, baseado em extração com metanol seguida de análise por cromatografia líquida de alta eficiência (CLAE. Este método foi validado para ser utilizado em estudos de degradação desses herbicidas no solo.

Resultados e Discussão

As melhores condições cromatográficas encontradas neste estudo foram: coluna C-18 Synergi Fusion, 4 μ m, 4,6 x 150 mm; eluição isocrática; fase móvel: metanol HPLC:água (70:30) v/v; vazão 1 mL/min, volume de injeção 20 μ L; detecção no UV a 247 nm. As curvas analíticas do hexazinone e do diuron mostraram ser lineares na faixa de 0,01 – 2,5 mg/L pois apresentaram valores de coeficiente de determinação, $r^2 > 0,999$ e os gráficos de resíduos não demonstraram tendências. Os limites de detecção (LOD) e de quantificação (LOQ) foram calculados utilizando a razão sinal/ruído de 3 e 10 vezes, respectivamente. Os valores do método de LOD obtidos foram 0,016 mg/Kg e 0,014 mg/Kg e de LOQ foram 0,070 mg/Kg e 0,056 mg/Kg para o hexazinone e o diuron, respectivamente. Estes resultados indicam que o método é suficientemente sensível para detectar a presença do herbicida em níveis baixos de concentração. A exatidão do método foi determinada por meio da obtenção da % de recuperação média das amostras fortificadas, em 3 níveis (1xLOQ, 2xLOQ e 10xLOQ), em triplicatas (Tabela 1). O valor médio foi de 92 e 88%, para o hexazinone e diuron, respectivamente, e se

encontram dentro da faixa de 70-120%, que é a considerada aceitável¹. A precisão do método foi determinada em termos de repetitividade e precisão intermediária (Tabela 1). Os desvios padrão relativo de repetitividade para o hexazinone e para o diuron foram < 9 e 10 %, respectivamente. As precisões intermediárias para o hexazinone e para o diuron foram < 3 e 13, respectivamente. Esses valores foram determinados utilizando Análise de Variância (ANOVA). Estes valores de precisão indicam que o método está em consonância com a literatura, onde valores < 15% são considerados aceitáveis¹.

Tabela 1. Recuperações e precisões para os herbicidas hexazinone e diuron em solo.

herbicida	Fortificação (mg/Kg)	Rec. ^a (%)	Repe. ^b	Precisão o inter. ^c (%)
hexazinone	0,070	80	9	3
	0,140	90	3	
	0,700	89	7	
diuron	0,056	83	10	13
	0,112	86	3	
	0,560	88	2	

a = recuperação, b = repetitividade; c= Precisão intermediária

Conclusões

O método proposto mostrou ser simples, eficiente e confiável para a determinação simultânea de resíduos dos herbicidas hexazinone e diuron em amostras de solo.

Agradecimentos

Os autores agradecem à Fapesp pelo apoio financeiro do projeto.

¹ GARP: Critérios Mínimos para a Condução de Estudos de Resíduos. Manual. Garp: Associação Grupo de Analistas de Resíduos de Pesticidas, 2002, 117.