

# Otimização e Validação do Método de SPME-GC-ECD para Determinação Simultânea de Pesticidas Organoclorados em Água Subterrâneas

Jorge Luiz Raposo Júnior<sup>1\*</sup> (PG), João Batista Gomes de Souza<sup>2</sup> (PG), Nilva Ré Poppi<sup>1</sup> (PQ).

1 - Departamento de Química da UFMS. Av. Felinto Muller, 1555, Universitário, Campo Grande-MS.

2 - Instituto de Química da UNESP-Araraquara. Rua Francisco Degni, s/n, Quitandinha, Araraquara-SP.

\*: jorgeraposo@nin.ufms.br

Palavras Chave: Pesticidas Organoclorados, SPME-GC-ECD, Água Subterrânea.

## Introdução

Pesticidas organoclorados são compostos sintéticos de cadeia cíclica, que são conhecidos por serem um dos mais persistentes micropoluentes orgânicos presente no ambiente e por possuir tendências de se acumular no organismo [1]. Aldrin, endrin, heptacloro, BHC, DDT são nomes de alguns organoclorados que foram ou ainda são comercializados.

Na avaliação e monitoramento destas substâncias, a busca de métodos analíticos mais rápidos e eficientes é indispensável.

O objetivo deste trabalho visa à otimização e a validação da técnica de microextração em fase sólida (SPME) na análise de resíduos de pesticidas organoclorados em águas subterrâneas.

## RESULTADOS E DISCUSSÃO

Todo o processo de otimização e validação do método foi efetuado em *vials* âmbar usando a fibra DVB/CAR/PDMS imersa em uma solução de 4,0 mL a uma concentração de 100 ng L<sup>-1</sup>.

Para otimização da SPME parâmetros como: tempo de extração (5–60 min), tempo de dessorção (30-180 seg), pH (3, 6 e 9), força iônica da solução (0-30% m/v de NaCl e Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) e velocidade de agitação (20, 60, 40 e 80%) foram estudados.

Com os parâmetros acima avaliados a eficiência da fibra foi otimizada e os seguintes parâmetros foram adotados no processo de validação da metodologia analítica e no método de análise: tempo de extração (45 min), dessorção (120 seg), pH (6,0), força iônica (0% de sal) e velocidade de agitação (60 % da velocidade máxima). O tempo de amostragem e de limpeza foram mantidos em 2 e 15 min, respectivamente.

A padronização interna foi o método utilizado para validar a técnica de SPME-GC-ECD. Neste trabalho foram avaliados os seguintes parâmetros analíticos: seletividade, linearidade, precisão e exatidão, limites de detecção e de quantificação.

A seletividade foi avaliada analisando a água ultrapura do sistema Milli-Q, a solução padrão 30ª Reunião Anual da Sociedade Brasileira de Química

contendo os 18 pesticidas organoclorados e uma amostra enriquecida com os pesticidas. Os resultados não apresentaram interferentes com tempos de retenção próximos aos dos pesticidas. Valores de coeficientes lineares  $r > 0,9950$  foram obtidos para o estudo do comportamento linear do método. A precisão foi avaliada em relação à área do pico obtido em análise das soluções padrão de 5, 30 e 100 ng L<sup>-1</sup> e apresentou valores de CV < 8,3 %. A exatidão do método foi avaliada por ensaios de recuperação em três níveis de concentração (1,5; 3,0 e 6,0 ng L<sup>-1</sup>) e apresentou valores entre 92,03 e 104,6% e CV < 4,6%. Limites de detecção e quantificação do método foram determinados através da relação sinal/ruído e situaram-se entre  $1,3 \cdot 10^{-3}$ - $1,0 \cdot 10^{-1}$  e  $4,5 \cdot 10^{-3}$ -1,5; respectivamente. A Figura 1 mostra um cromatograma obtido na separação dos 18 organoclorados usando a SPME-GC-ECD.

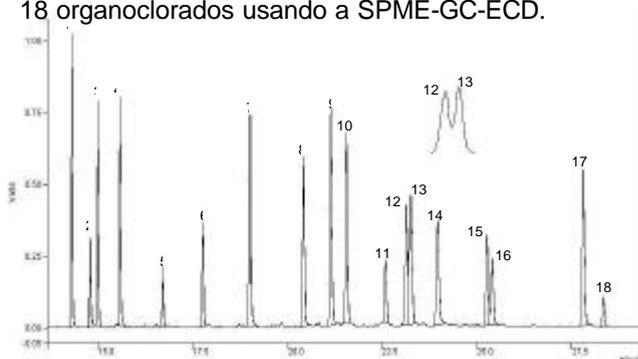


FIGURA 1: Cromatograma obtido na análise da solução padrão de organoclorados a 100 ng L<sup>-1</sup> usando MEFS-CG-DCE. Picos: 1=a-BHC, 2=?-BHC, 3=β-BHC, 4=d-BHC, 5=heptacloro, 6=aldrin, 7=heptacloro epóxido isômero B, 8=endosulfan I, 9=4,4'-DDE, 10=dieldrin, 11=endrin, 12=endosulfan II, 13=4,4'-DDD, 14=endrin aldeído, 15=endosulfan sulfato, 16=4,4'-DDT, 17=endrin cetona, 18=metoxicloro.

## Conclusões

O método de SPME-GC-ECD mostrou-se rápido, simples e de baixo custo, apresentando seletividade, sensibilidade, linearidade, precisão e exatidão e adequada à análise de pesticidas organoclorados em água.

## Agradecimentos

UFMS-FUNDECT, CAPES-PROPP

---

<sup>1</sup>Dong, C.; Zeng, Z.; Li, X. *Talanta* **2005**, 66, 721.