

Validação de metodologia para análise de Aldicarbe por CLAE

Maria Angela T. Adorno (PQ) *, Leonardo H. S. Damasceno (PG), Julia S. Hirasawa (PG), Marcelo Zaiat (PQ)

janjadorno@yahoo.com.br

Laboratório de Processos Biológicos - Departamento de Hidráulica e Saneamento Escola de Engenharia de São Carlos/USP – Avenida Trabalhador São-carlense, 400 – centro – São Carlos/SP – CEP 13566-590.

Palavras Chave: Aldicarbe, CLAE, validação, degradação anaeróbia, RAHLF (Reator Anaeróbio Horizontal de Leito Fixo).

Introdução

Aldicarbe é o principal constituinte do pesticida Temik[®], usado em culturas de batatas, amendoim, cítricos e algodão. Como há elevado risco de contaminação de águas superficiais e uma vez que ele e seus derivados são tóxicos aos organismos humanos mesmo em baixas concentrações¹, é necessário o estudo da sua biorremediação. Neste laboratório estuda-se a degradação do Aldicarbe em Reator Anaeróbio Horizontal de Leito Fixo (RAHLF) e, para a sua quantificação, usa-se a Cromatografia Líquida de Alta Eficiência (CLAE), que é um método adequado para a análise desta substância (Fig. 1), pois a cromatografia gasosa requer um extenso tratamento prévio da amostra.

Resultados e Discussão

A validação deste método foi feita através das curvas de calibração obtidas a partir de soluções de padrões de Aldicarbe (d) e de alguns de seus metabólitos de degradação (ald. sulfóxido (a) e ald. sulfona (b)) em água ultra purificada e no substrato sintético usado para alimentação do RAHLF, usando metomil (c) como padrão interno, em triplicata. Foram observados os parâmetros: linearidade, limite de detecção ($LD=3SE_b + b/m$; SE_b =erro padrão do intercepto, b =coeficiente linear e m =coeficiente angular)² – Tab. 1, precisão do método e precisão instrumental³ (1mg/L (a) e (b); 136,5 mg/L (c) ; 5mg/L (d) – Tab. 2.

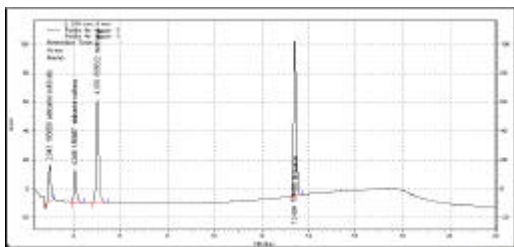


Figura 1. Cromatograma de a, b (1mg/L), c (136,5 mg/L) e d (5 mg/L) em água, col. C-18, 15cm x 0,4mm, FM: acetonitrila/água (elução gradiente: ACN/H₂O 20:80 até 55:45 em 13min.), detector de UV, $\lambda=210$ nm, fluxo=1,2 mL/min, forno a 40°C.

Tabela 1. Resultados das curvas de regressão, linearidade e limite de detecção (LD)

Substância	Eq. regressão	R ²	Faixa de conc. (mg/L)	LD (mg/L)*
a'	$y=0,2436x - 0,0042$	0,9994	0,1 -5	0,068
b'	$y=0,25987x - 0,00412$	0,99997	0,1 -5	0,003
d'	$y=0,6859x + 0,3307$	0,9356	0,49 – 15,01	1,388
a''	$y=0,259x + 0,0611$	0,9991	0,1 -5	0,340
b''	$y=0,251x + 0,0026$	0,9999	0,1 -5	0,047
d''	$y=0,6802x + 0,3367$	0,9272	0,49 – 15,01	1,484

* solução em água; '' solução em substrato sintético

Tabela 2. Resultados de precisão do método (CV%) para os t_{ret} e precisão instrumental

Subst.	Média dos tret. (min.)	CV. % (tret.) em substrato	Média dos tret. (min.)	CV % (tret.) repetições*
a	2,949 ± 0,098	3,322	2,946 ± 0,038	1,290
b	3,988 ± 0,084	2,097	4,001 ± 0,059	1,470
c	4,873 ± 0,098	2,019	4,892 ± 0,076	1,559
d	13,166 ± 0,129	0,982	13,27 ± 0,106	0,796

* CV% de 10 injeções da mesma solução

Conclusões

Os resultados apresentados mostraram que este método é adequado para as análises de águas residuárias contendo estas substâncias.

Agradecimentos

À FAPESP pelo auxílio e bolsa concedidos.

¹Makihata, N., Kawamoto, T. e Teranishi, K., *Analytical Sciences* **2003**, v. 19, 543.

²Duarte, I. C. S., Oliveira, L. L., Buzzini, A. P., Adorno, M. A. T. e Varesche, M. B. A. *J. Braz. Chem. Soc.*, **2006**, v. 17, n. 7, 1360.

