

Otimização dos parâmetros de separação e aquisição dos pesticidas organoclorados usando GC-MS/MS

Crislaine Batista Prates (PG)^{1*}, Josiana Lopes Cavalcante de Souza (PG)¹, Nilva Ré-Poppi (PQ)¹.

¹ Universidade Federal do Mato Grosso do Sul, departamento de Química. Campo Grande-MS.

*crislaineprates@hotmail.

Palavras Chave: Pesticidas organoclorados, SPME-GC-MS/MS, Água

Introdução

Pesticidas organoclorados são micro poluentes orgânicos de grande preocupação ambiental devido sua toxicidade, sua persistência na natureza e seus efeitos adversos em animais e seres humanos [1]. Visando a sua determinação em águas superficiais, esse estudo tem como objetivo o desenvolvimento de um método SPME-GC-MS/MS para a determinação simultânea de 18 pesticidas.

Resultados e Discussão

O estudo está sendo realizado com a fibra DVB/CAR/PDMS, e as análises em Cromatógrafo à Gás (GC 3900) acoplado ao Espectrômetro de Massas (SATURNO 2100-T/MS/MS). As condições de análise para Cromatografia à Gás foram: coluna cromatográfica de sílica fundida VF-5ms de 30m x 0,25mm ID x 0,25µm de espessura de filme; temperatura do injetor 250°C; programação de temperatura de 130 °C (4min), 130-215°C a 15°Cmin⁻¹ (0,5min), 215-230°C a 2°Cmin⁻¹ (3min), 230-260 a 5°Cmin⁻¹. Hélio 99,999% foi utilizado como gás de arraste (1,0 mL min⁻¹). As condições de análise para Espectrometria de Massas foram: temperatura manifold, transferline e trap de 50, 250 e 200°C respectivamente. As energias de excitação otimizadas através do método AMD estão demonstradas na tabela 1. O cromatograma obtido para o método otimizado é mostrado na figura 1.

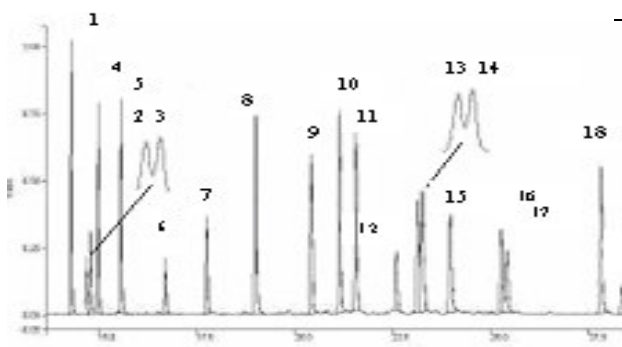


Figura 1. Cromatograma da solução padrão com 150ng L⁻¹ dos organoclorados. Os pesticidas correspondentes aos números estão na tabela 1.

A determinação das condições para o isolamento do íon pai (íon de maior intensidade) e sua dissociação é realizada através da amplitude de excitação e a excitação do nível de armazenamento que pode ser

determinada para cada íon. Para esse estudo foi criado o AUTOMATED METHODS DEVELOPMENT (AMD), visando a otimização das condições de excitação para cada pesticida.

Tabela 1. Dados obtidos para o estudo das energias de excitação com o método AMD

Pesticida	Tempo retenção (min)	Íon pai	Íon de quantificação	Energia excitação
1-α-BHC	9,823	181	146, 109	86
2-γ-BHC	10,277	219	183, 181	70
3-PI	10,325	295	265, 273	90
4-β-BHC	10,443	181	146	81
5-δ-BHC	10,988	183	146	84
6-heptaclor	11,950	272	237, 235	100
7-Aldrin	12,865	293	257, 255	99
8-Heptaclor	13,981	353	353	0
Epóxido				
9-Endosulfan I	15,203	267	265	99
10-DDE	15,879	318	318	0
11-Dieldrin	16,167	277	241, 239	95
12-Endrin	17,040	281	243, 265	100
13-Endosulfan II	17,502	269	231, 235, 229, 194	100
14-DDD	17,624	235	165, 231	90
15-Endrin	19,137	281	281	0
Aldeído				
16-Endosulfan Sulfato	19,270	387	298	100
17-DDT	19,435	235	165	98
18-Endrin	22,013	317	243, 245	100
Cetona				
19-Metoxi-cloro	22,741	227	141, 181	99

Conclusões

As condições para separação dos pesticidas foram satisfatórias. Dos 18 pesticidas estudados 15 apresentaram resposta satisfatória para aquisição GC-MS/MS (EI). Os próximos estudos serão: otimização da extração para a SPME (estudo de fibras, estudo do tempo de extração, dessorção, etc) e validação do método. Após estes estudos o método será aplicado para análise de amostra real.

Agradecimentos

CNPq - UFMS

¹ Gülbakan, B.; Uzun, C.; Celikbıçak, Ö.; Güven, O.; Salih, B. Reactive & Functional Polymers **2008**, 68, 580–593