

Otimização e validação do método SPME-GC-MS/MS para determinação de trifluralina, clorpirifós e endossulfan em águas superficiais

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

*jokacs@yahoo.com.br

¹ Universidade Federal de Mato Grosso do Sul, Departamento de Química, 79070-900, Campo Grande / MS.

Palavras Chave: SPME-GC-MS/MS, Agrotóxicos, Água

Introdução

O uso de agrotóxicos na agricultura iniciou-se na década de 20. E o consumo destes vem crescendo desde então [1]. No início deste milênio são característicos os problemas ambientais relacionados com o uso intensivo dos agrotóxicos, com consequências óbvias para a saúde humana e o meio ambiente [2]. Isso porque esses contaminantes são facilmente transportados pelo ar ou pela água [3]. Assim, este trabalho teve como objetivo otimizar e validar um método para a determinação de trifluralina, clorpirifós e endossulfan em águas superficiais.

Resultados e Discussão

Os estudos foram realizados em um Cromatógrafo à Gás (GC-3900) acoplado a um Espectrômetro de Massas (Saturno 2100-T/MS/MS) da Varian, por coleta íons e ionização eletrônica, com energia 70 eV. O software Saturno GC/MS 5.52 workstation e processador de dados MS 2.0 com banco de dados da NIST foram usados para o tratamento de dados. 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 160 °C (2 min), 160-180 °C a 15 °C min⁻¹ (7 min), 180-265 °C a 8 °C min⁻¹ (2 min); Hélio 5.0 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 foram de 0 volts para trifluralina e clorpirifós e 100 volts para alfa e beta endossulfan. As condições de otimização para a Micro Extração em fase Sólida (SPME) foram: fibra PDMS/DVB 65µm; tempo de extração de 40 minutos; tempo de dessorção de 2 minutos; pH da solução 6 e 0% de solução salina. A padronização interna foi o método utilizado para quantificação dos analitos e o padrão interno escolhido foi pentacloronitrobenzeno (PI). O cromatograma obtido para o método otimizado é mostrado na figura 1.

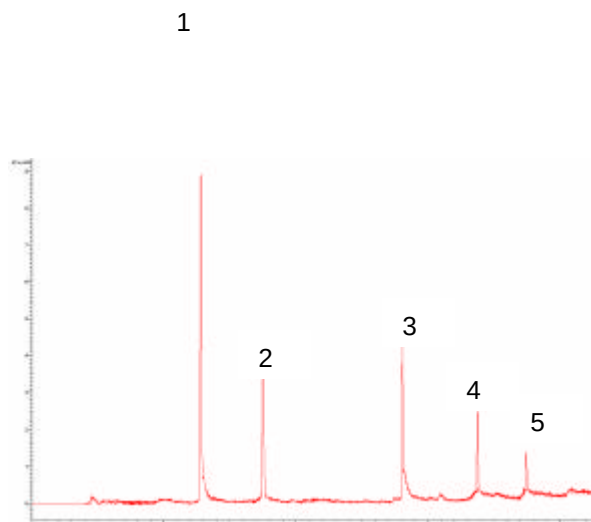


Figura 1. Cromatograma obtido com a fibra PDMS/DVB 65µm na análise da solução padrão dos pesticidas a 1 µg L⁻¹ usando SPME-GC-MS/MS. Picos: 1= trifluralina, 2= PI, 3= clorpirifós, 4= alfa endossulfan e 5= beta endossulfan.

Conclusões

Os coeficientes lineares tiveram valores de R² entre 0,99511 e 0,99838. A repetibilidade do método teve valores menores que 0,9%. Os valores da recuperação relativa ficaram entre 70,22% e 103,41%. Os limites de quantificação (LQ) ficaram entre 60 ng l⁻¹ e 242 µg l⁻¹. O método de extração e pré-concentração desses agrotóxicos em água superficial usando SPME apresentou-se rápido e simples e juntamente com a técnica GC-MS/MS, mostrou-se preciso, com exatidão, sensibilidade e seletividade.

Agradecimentos

CAPES - UFMS

¹ Gonçalves, C., Alpandura, Journal of Chromatography A, 1026: 239- 250, 2004.

² Baird, C., Química Ambiental. Editora Bookman. 2ª edição, 2005

³ Biziuk, M. et. al., J. Chromatogr. A 754 (1996) 103.

