

Validação do método para determinação dos pesticidas tebutiurum, carbendazim e trifluralina em água empregando EFS-CLAE/UV

Patrick Simões Dias¹ (IC)*, Sâmia Soler Gebara¹ (IC), Lúcia Simão da Silva¹ (IC), Nilva Ré Poppi¹ (PQ)

*kalts@hotmail.com

¹ Universidade Federal do Mato Grosso do Sul, Centro de Ciências Exatas e de Tecnologia, Departamento de Química

Palavras Chave: CLAE, Extração em Fase Sólida, Carbendazim, Tebutiurum, Trifluralina

Introdução

Uma das atividades mais importantes para a economia do estado de Mato Grosso do Sul é a agricultura, onde no plantio e no cultivo se utiliza em larga escala pesticidas no combate de doenças e pragas que atacam a plantação. Para determinação de tais substâncias em amostras ambientais vem se utilizando a técnica de extração em fase sólida (EFS) para a pré-concentração dos analitos e limpeza da amostra e se destaca por ser prática, econômica, rápida e de fácil aplicação.

Resultados e Discussão

Para o desenvolvimento da metodologia de extração e pré-concentração dos analitos foram avaliados os parâmetros relativos ao condicionamento do cartucho, capacidade de adsorção da fase sólida polimérica e solvente para eluição. O cartucho de fase estacionária octadecil (OSD-C18 da AccuBOND) com 500 mg de fase polimérica e 6mL de capacidade volumétrica foi condicionado com 10mL de acetonitrila, 10mL de metanol e 10mL de água ultra pura. Amostras de 500mL de água enriquecidas com padrões foram pré-concentradas passando-se pelo cartucho, seguido por limpeza com 10 mL de solução 5% de metanol e eluição dos analitos com 10mL de metanol/água (3:2 v/v). O solvente foi evaporado com um leve fluxo de nitrogênio e o resíduo dissolvido em 500µL de diclorometano/metanol (4:1 v/v) resultando em uma concentração dos analitos de 30 µg.L⁻¹ nos estudos de otimização dos parâmetros de extração.

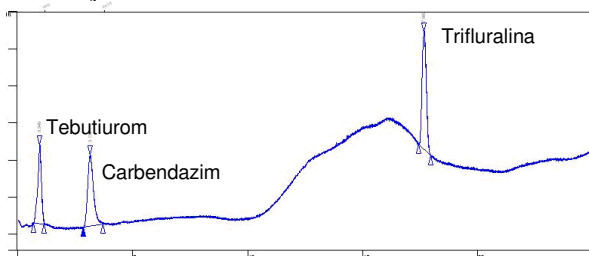


Figura 01. Cromatograma CLAE/UV obtido na análise da solução padrão de pesticidas.

As análises cromatográficas foram efetuadas em um cromatógrafo líquido, marca *Varian*, modelo *Pro-STAR*, coluna de C-18, 250x4,6mm, 5µm (Microsorb-MV) da *Varian*, injeção manual, loop de 20µL, fluxo na coluna de 0,7 mL.min⁻¹ e detecção

em 230nm. Gradiente de eluição da fase móvel com acetonitrila/água foram efetuados, de 0 a 9 min na proporção de 60:40 v/v, de 9 a 13 min a acetonitrila foi elevada para 85%, de 13 a 23 minutos manteve-se em 85% e de 23 a 27 min voltou as condições iniciais. O método mostrou resposta linear abaixo de 0,7 mg.L⁻¹. A repetitividade das medidas foi inferior a 7%. Valores de recuperação situaram-se entre 91 e 104%. Limites de quantificação (LQ) entre 6,7 – 20 µg.L⁻¹ foram alcançados.

Tabela 01. Faixa linear de aplicação para os pesticidas

Pesticidas	Faixa Linear (µg.L ⁻¹)	R ²	Coefficiente angular (a)	Coefficiente linear (b)
tebutiurum	20,0 - 700	0,9995	32510,104	207,5789
carbendazim	6,67 - 300	0,9995	114559,19	-319,8434
trifluralina	10,5 - 575	0,9997	69335,095	62,2467

*r = coeficiente de correlação linear; números de pontos da reta=6

Tabela 02. Recuperação e precisão do método EFS-CLAE/UV

	Tebutiurum		Carbendazim		Trifluralina	
	% Recup ± DP	%CV	% Recup ± DP	%CV	% Recup ± DP	%CV
6LQ	95,8 ± 1,2	1,2	91,0 ± 1,4	1,2	101 ± 0,4	0,4
4LQ	98,1 ± 0,9	0,9	92,7 ± 1,1	1,1	100 ± 0,4	0,4
2LQ	100 ± 1,0	1,0	100 ± 1,0	1,0	104 ± 0,5	0,5

Conclusões

O método desenvolvido mostrou-se relativamente rápido, simples e eficiente, apresentou limites quantificação entre 6,7 - 20 µg.L⁻¹, boa seletividade, coeficientes de correlação linear maiores que 0,9995 recuperação entre 91,0 e 104% e precisão avaliada com valores inferiores a 1,4%. Está em andamento a aplicação do método validado em amostras reais.

Agradecimentos

FUNDECT

¹Yunes,R.A.;Filho,V.C.; Química de produtos naturais, novos fármacos e a moderna farmacognosia. 1 ed. Itajaí: Editora Univali, **2007**, 155 p.

²Simpson,N.J.K. Solid-phase extraction: principles, techniques, and applications. New York: Marcel Dekker, **2000**. p. 1-16.