

## Desenvolvimento de método para determinação de agrotóxicos por cromatografia gasosa bidimensional abrangente (GC×GC-μECD).

Juliana Macedo da Silva<sup>1\*</sup> (PG), Claudia Alcaraz Zini<sup>1</sup> (PQ), Elina Bastos Caramão<sup>1</sup> (PQ).  
\*jumadasilva@yahoo.com.br

<sup>1</sup> Instituto de Química, UFRGS, Av. Bento Gonçalves, 9500, 91501-970 Porto Alegre, RS, Brasil.  
Palavras Chave: Agrotóxicos, sedimentos, GC×GC.

### Introdução

Os agrotóxicos podem ser definidos como sendo qualquer substância ou mistura de substâncias que possuem capacidade de atenuar, prevenir, destruir ou repelir qualquer tipo de peste.<sup>1</sup> O uso desses compostos está diretamente ligado à produção agrícola, sendo que o transporte para as águas superficiais e subterrâneas pode ocasionar contaminação do solo e sedimento.

A cromatografia gasosa bidimensional abrangente (GC×GC) é uma técnica que utiliza duas colunas cromatográficas, de diferentes mecanismos de retenção, conectadas pelo modulador que tem função de amostrar e focalizar as frações eluídas da primeira coluna e, em seguida, liberar rapidamente para a segunda coluna.

Neste contexto, a técnica GC×GC-μECD foi utilizada para determinação de sete agrotóxicos de diferentes classes químicas (propanil, fipronil, propiconazol, trifloxistrobina, permetrina, difenoconazol e azoxistrobina) em sedimento proveniente de região de influência orizícola do estado do Rio Grande do Sul.

### Resultados e Discussão

Para determinação dos compostos foram testados quatro conjuntos de colunas: (1)DB-5/DB-17ms, (2)HP-50+/DB-1ms, (3)DB-5/DB-WAXetr e (4)DB-WAX/DB-1ms. Os melhores resultados foram obtidos com o conjunto de colunas nº1, devido ao menor tempo de análise e resolução entre os picos.

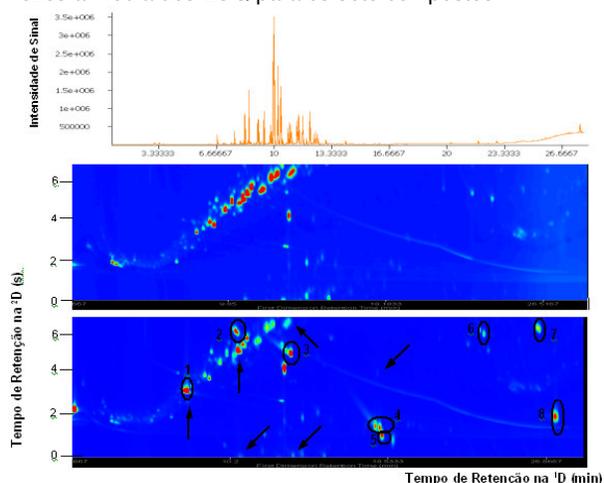
As amostras foram extraídas de acordo com Liu e colaboradores<sup>2</sup>, por ultra-som, e a análise dos extratos mostrou o grande poder de separação da GC×GC, já que os analitos foram separados dos interferentes da matriz, minimizando erros de quantificação.

Parâmetros de mérito como curva de calibração, linearidade, repetitividade, precisão intermediária e exatidão foram avaliados.

A curva de calibração foi construída com concentrações de 5 a 415 μg L<sup>-1</sup>, com RDS menor que 5% e R<sup>2</sup> maior que 0,99 para todos os compostos. Tanto para repetitividade quanto para precisão intermediária, o RSD para área e altura dos picos ficou entre 0,4 e 3%.

Os limites de detecção e quantificação foram calculados levando em consideração os parâmetros da curva de calibração, com LOD na faixa de 1,93 a

10 μg L<sup>-1</sup> e LOQ na faixa de 5,8 a 30, 4 μg L<sup>-1</sup>. A exatidão do método foi verificada através dos testes de recuperação em três níveis de concentração, de 1, 2 e 10 vezes a média dos LOQ para os sete compostos.



**Figura 1.** Cromatogramas do extrato da amostra de sedimento (A) monodimensional; (B) diagrama de cores; (C) diagrama de cores da amostra fortificada com 500 μg L<sup>-1</sup> de mistura dos padrões. 1) Tricloroguaiacol (PI), 2) Propanil, 3) Fipronil, 4) Propiconazol I e II, 5) Trifloxistrobina, 6) Permetrina *cis* e *trans*, 7) Difenoconazol e 8) Azoxistrobina. As setas indicam os interferentes da matriz que co-eluem com os analitos na 1D GC.

A GC×GC-μECD trouxe resultados satisfatórios, devido à separação entre os interferentes da matriz e os analitos, o que diminui problemas de quantificação, quando comparada a 1D GC. A avaliação dos parâmetros de mérito também mostrou bons resultados, apontando a técnica como apropriada para determinação desses compostos em sedimentos.

### Agradecimentos

Ao CNPq e FINEP pelo apoio financeiro e a FEPAM pelo fornecimento e coleta das amostras.

<sup>1</sup> <http://www.epa.gov/pesticides>, acessada em: dezembro, 2008.

<sup>2</sup> You, J.; Weston, D. P.; Lydy, M. J.; *Arch. Environ. Contam. Toxicol.* **2004**, *47*, 141.