

# Desenvolvimento e validação de metodologia para determinação de pesticidas em água por SDME e GC/MS.

Anselmo de S. Pinheiro (PG)<sup>1,2</sup>, Jailson B. de Andrade (PQ)<sup>1,\*</sup> (\*jailsong@ufba.br)

<sup>1</sup>Instituto de Química, Universidade Federal da Bahia, Campus de Ondina, 40170-290 Salvador – BA

<sup>2</sup>Departamento de Engenharia Química, Universidade Federal de Sergipe, 49100-000 São Cristóvão - SE

Palavras Chave: pesticidas, água, SDME, GC/MS.

## Introdução

A mais recente tendência na miniaturização em química analítica envolve o uso da extração com uma simples gota (*Single Drop Microextraction – SDME*), que é um tipo de microextração onde se utiliza apenas 1 µL de solvente orgânico. Esta técnica de extração possui várias vantagens, tais como, o tempo de análise é curto, possui alta sensibilidade, usa aparelhagem simples e combina num único passo extração, pré-concentração e introdução da amostra. Neste trabalho foi desenvolvido e validado método SDME e GC/MS para determinação dos pesticidas dimetoato, etiona, parationa metílica e permetrina em água.

## Resultados e Discussão

O procedimento SDME usado encontra-se na Figura 1. A água ultra pura foi fortificada com 5,0 µL de solução padrão cumulativa composta pelos quatro pesticidas (dimetoato, parationa metílica, etiona e permetrina). Tolueno foi usado como solvente de extração (1 µL), a velocidade de agitação foi 300 rpm e o tempo de extração 30 minutos. Após extração a microgota de tolueno foi aspirada para a seringa e injetada em GC/MS.

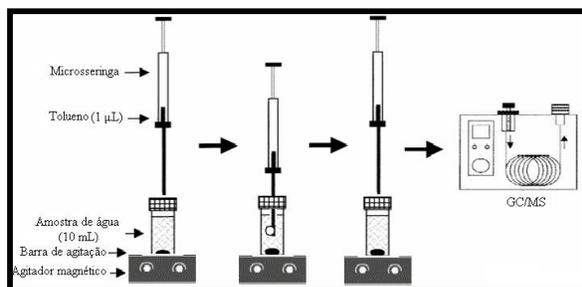


Figura 1: procedimento de extração por SDME e determinação final utilizados.

Os parâmetros utilizados neste trabalho para a validação do método analítico SDME e GC/MS foram: linearidade e faixa linear, precisão, exatidão, limite de detecção e limite de quantificação (Tabela 1). A linearidade e faixa linear foram determinadas pela análise de amostras extraídas da matriz, onde o coeficiente de correlação linear ( $r$ ) foi maior que 0,90 para os quatro pesticidas (curvas analíticas construídas com mais de 6 pontos) indicando uma linearidade satisfatória na análise de pesticida.

Tabela 1: Parâmetros de validação do método SDME/MS

Pesticida	Linearidade ( $r$ ) (n) <sup>1</sup>	Recuperação (%R) <sup>4</sup>	Faixa Linear (ppb)	Limite de Detecção (LD) <sup>1</sup>	Limite de Quantificação (LQ) <sup>2</sup>
Dimetoato	0,9969 (7)	78,6	0,05-60	0,05 ppb	0,15 ppb
Paration	0,9998 (9)	76,2	0,05-40	0,05 ppb	0,15 ppb
Etion	0,9950 (10)	106,8	0,0625-30	0,0625 ppb	0,1875 ppb
Permetrina	0,9823 (7)	99,4	0,375-60	0,375 ppb	1,125 ppb

<sup>1</sup>: Número de pontos da curva analítica; <sup>1</sup>LD: limite de detecção do método; <sup>2</sup>LQ: limite de quantificação do método; <sup>3</sup>CV: coeficiente de variação; <sup>4</sup>R: Recuperação relativa.

Os valores de CV foram obtidos com replicatas ( $n=9$ ), consideradas em três níveis de concentração baixo, médio e alto, conforme sugere a ANVISA, e não excederam os 20%, estando de acordo com as metodologias de validação de resíduos de pesticidas. A recuperação relativa foi determinada pela fortificação (em 10 mL de água Milli-Q e 10 mL de água de torneira) de solução padrão cumulativa composta pelos quatro pesticidas nos mesmos níveis de concentração (2,5 µg/L – parationa metílica, dimetoato e permetrina; 1,25 µg/L – etiona). O método desenvolvido mostrou-se exato, pois a recuperação obtida esteve na faixa proposta pela literatura (70-120%). O LD e LQ foram estabelecidos pelo método sinal/ruído, através da análise de amostras de água ultra-pura fortificadas com concentrações decrescentes do analito e extraídas por SDME até o menor nível detectável e quantificável, respectivamente. Os valores obtidos para o LD e LQ foram menores que 2 µg/L o que mostra a grande sensibilidade do método. Nove amostras de água coletadas no Perímetro Irrigado Propriá (Estado de Sergipe) foram analisadas e detectou-se a presença dos quatro pesticidas: dimetoato (2,12-2,99 µg/L), parationa metílica (0,040-0,083 µg/L), etiona (0,035-0,12 µg/L) e permetrina (0,60-1,47 µg/L).

## Conclusões

O método SDME e GC/MS desenvolvido e validado mostrou-se ser simples, rápido e bastante sensível, podendo ser aplicado na análise de pesticidas em amostras reais de água.

## Agradecimentos

CNPq;CAPES; FAPESB.

<sup>1</sup> Lambropoulou, D. A.; Albanis, T. A. J. *Biochem Biophys Methods*. 2007, 70, 195-228.