Utilização de SPME/GC/MS para análise multirresíduo de pesticidas em água para consumo humano

Maria Aparecida Liberato Milhome[1]* (PG), Ronaldo Ferreira do Nacimento[2](PQ).

1 - Fundação Núcleo de Tecnologia Industrial do Ceará – NUTEC, Rua Rômulo Proença, S/N, Campus do Pici, CEP 60451-970, Fortaleza-Ce, e-mail: maliberato@nutec.ce.gov.br.

2 – Departamento de Química Analítica e Físico-Química, Centro de Ciências, Universidade Federal do Ceará, Av. Humberto Monte, S/N, CEP 60455-900, Fortaleza-Ce.

Palavras Chave: *pesticidas, água, microextração, cromatografia*

Introdução

A utilização intensiva de agrotóxicos, durante o último século, teve papel fundamental na contaminação ambiental. Sendo assim, diversos programas de monitoramento ambiental têm sido adotados para controlar os riscos à saúde humana.

A microextração em fase sólida (SPME) é um método moderno, simples e rápido, que tem sido aplicado para determinação de micropoluentes, tais como os pesticidas. A otimização do processo de SPME consiste principalmente de alguns aspectos tais como: seleção do tipo e espessura da fibra; determinação do tempo de exposição do analito na fibra para atingir o equilíbrio; influência do volume de amostra; tempo e temperatura de dessorção.

A pesquisa tem como objetivo o desenvolvimento e otimização de método de extração e quantificação por SPME de oito pesticidas de diferentes classes por GC/MS para análise de água para consumo humano

Resultados e Discussão

Os pesticidas foram extraídos utilizando seringa de SPME contendo uma fibra de PDMS (100µm). A fibra foi exposta diretamente a um volume de amostra, sob agitação até o equilíbrio, e em seguida introduzida do injetor do cromatógrafo gasoso (SHIMADZU, CG-MS 2010PLUs) para dessorção térmica dos analitos. A figura 1 mostra o cromatograma de solução multielementar dos pesticidas após extração por SPME (Condições: Inj.:250°C; Fonte de íons: 200°C; Interf. 280°C, Programa Temp.: 100°C, 10°C/min até 150°C, 5°C/min até 230°C e 30°C/min até 280°C).

Foram realizados estudos do tempo de equilíbrio a 15, 30, 60 e 120 min, sendo 30 min considerados satisfatório, exceto para clorpirifós e pendimentalina (Figura 2). O efeito do volume de amostra também foi verificado, utilizado 30, 40, 50 e 80 mL, verificando-se que 40 mL são suficientes na retenção dos pesticidas estudados. A curva de calibração foi obtida através de extração por SPME de soluções padrão na faixa de 1,0 – 8,0 µg/L. O método foi satisfatório para os limites estabelecidos pela legislação de água para consumo humano.(Portaria 518 MS). Amostras de água foram dopadas com pesticidas (1 µg/L) e analisadas, e verificou-se que não houve influência da matriz, sobre os resultados.

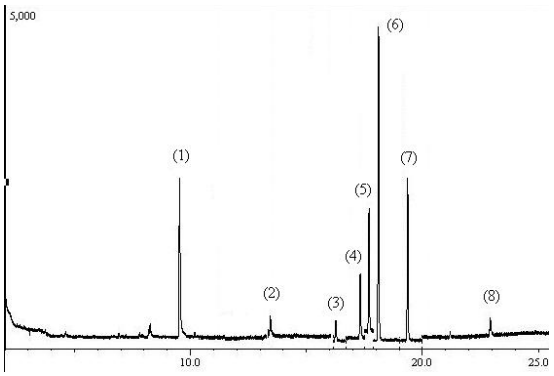

Figura 1 – Cromatograma dos pesticidas (1 µg/L) extraídos por SPME: (1) Molinato, (2) Atrazina, (3) Paration Metil, (4) Fenitrotion, (5) Malation, (6) Clorpirifós, (7) Pendimentalina, (8) Triazofós.

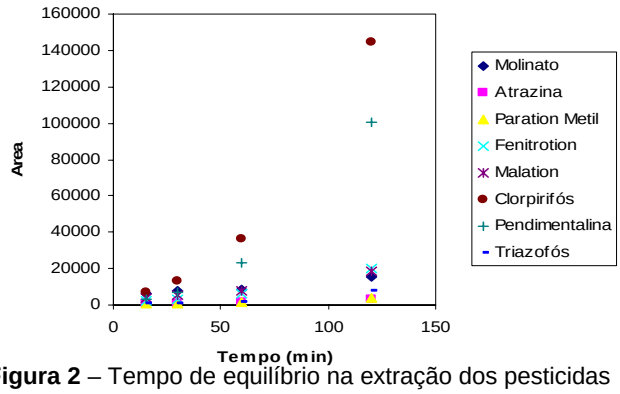

Figura 2 – Tempo de equilíbrio na extração dos pesticidas por SPME

Conclusões

O método utilizando SPME mostrou ser rápido e eficiente para analise dos pesticidas em água usando 40 mL de amostra e 30 min de exposição da fibra (PDMS) e pode ser aplicado dentro dos níveis estabelecidos pela Portaria 518 MS

Agradecimentos

NUTEC, CNPq, FUNCAP, UFC

[1]Tomkins, B. A., Ilgner, R. H., *Journal of Chromatography A*, **2002**, *972* 183.

[2]Pawliszyn, J., Solid phase Microextraction- Theoty and Practive, Edit Wiley-VCH, Canada, **1997.**