

Validação de método analítico multirresíduo para determinação de agrotóxicos em solo usando HPLC/DAD

Marília S. Nascimento (IC) *, Felipe Gelinski (IC), Eliana F.G.C. Dores (PQ) e Ricardo D. Villa (PQ)

Universidade Federal de Mato grosso, Av. Fernando Corrêa da Costa n° 2367, Coxipó, 78060-900–Cuiabá, Mt.

Email: mariliasouza1989@hotmail.com

Palavras Chave: solo, validação, agrotóxico.

Introdução

Frente ao intenso uso de agrotóxicos na agricultura moderna e aos riscos ambientais oferecidos pelos mesmos, o monitoramento da concentração destes compostos em matrizes ambientais tem se tornado cada vez mais importante. Para tanto é necessário utilizar métodos confiáveis, com exatidão e precisão adequados para determinação simultânea de vários princípios ativos, dada a diversidade de formulações comumente utilizadas. Com isso em vista, o objetivo deste trabalho foi desenvolver um método para a determinação de onze agrotóxicos utilizados em culturas de algodão e soja no Estado de Mato Grosso, com diferentes propriedades físicas e químicas, em solo.

Materiais e métodos

O método de extração utilizado foi baseado no trabalho de Carbo et al. (2008). Em resumo, 15g de solo permaneceu sob agitação mecânica com uma mistura de solventes (acetato de etila: acetona: solução tampão pH2) por 3:30 horas. Em seguida, foi efetuado *clean-up* por extração em fase sólida (SDVB) e determinação por cromatografia líquida com detector UV de arranjo de diodos (HPLC/DAD), utilizando terbutilazina como padrão interno. Os parâmetros instrumentais foram determinados de acordo com Ribani et al.¹

Resultados e Discussão

Foram construídas curvas analíticas com soluções-padrão em oito concentrações (Tabela 1).

Tabela 1. Parâmetros analíticos do equipamento obtidos para os analitos (HPLC/DAD).

Analito	Intervalo (µg mL ⁻¹)	LD LQ		r ²
		(µg mL ⁻¹)		
Metomil	0, 108-10,8	0, 013	0, 038	0, 9990
Tiametoxam	0, 104-10,4	0, 012	0, 038	0, 9980
Acetamiprido	0, 104-10,4	0, 018	0, 055	0, 9987
Diurum	0, 109-10,9	0, 001	0, 002	0, 9987
Clomazona	0, 105-10,5	0, 063	0, 192	0, 9983
Leflumuro	0, 102-10,2	0, 029	0, 089	0, 9958
Teflubenzurom	0, 105-10,5	0, 016	0, 049	0, 9977
Imidacloprido	0, 102-10,2	0, 145	0, 440	0, 9984
Carbendazim	0, 107-10,7	0, 030	0, 092	0, 9976
Carbofuram	0, 107-10,7	0, 039	0, 118	0, 9984
Triflumuro	0, 111-11,1	0, 017	0, 052	0, 9985

Todos os intervalos avaliados apresentaram coeficiente de determinação (r²) superiores a 0, 9950. A precisão e exatidão do método (Tabela 2) foram avaliadas por meio de testes de adição e recuperação.

Tabela 2: Exatidão (% recuperação) e precisão (CV) do método analítico.

Analitos	%Recuperação ± CV(%)		
	Níveis de Fortificação (µg kg ⁻¹)		
	50	100	300
Metomil	60±24	80**	4±42
Tiametoxam	145±15	97±12	54±14
Acetamiprido	80±14	72±9	60±21
Diurum	58*	60±21	83±3
Clomazona	< LD	< LD	< LD
Lufenurum	34±38	36±81	61±53
Teflubenzurom	35±20	29*	63±11
Imidacloprido	94±11	74±6	83±5
Carbendazim	64±13	43±5	50±8
Carbofuram	87±11	69±4	96±4
Triflumuro	43±25	48±55	96±4

* descartou uma medida.

Para matrizes complexas as porcentagens de recuperação podem estar no intervalo de 50% a 120%, com precisão de até ±15%¹. Os melhores resultados foram obtidos para o acetamiprido, diurum, imidacloprido, tiametoxam, carbendazim e carbofuram sendo que para os demais deverão ser efetuadas modificações no método. De forma geral, as menores porcentagens de recuperação foram obtidas para os agrotóxicos que apresentam maior interação com o solo.

Conclusões

O método apresentou valores de recuperação e precisão considerados como aceitos pelos protocolos de validação para seis dos onze analitos estudados. Trabalhos futuros serão desenvolvidos alterando-se os solventes de extração e condições de pH visando melhorar as recuperações dos demais agrotóxicos.

Agradecimentos

Ao CNPq (PIBIC).

¹ Ribani, M.; Bottoli, C.B.G.; Collins, C.H.; Jardim, I. C.S.F.; Mello, S.F.C. *Química Nova*. **2004**, *27*, 771.

² Carbo, L.; Souza, V.; Dores, E.F.G.C.; Ribeiro, L.M.; *J. Braz. Chem. Soc.* 2008