

Validação de um método multirresíduo para determinação de pesticidas em água por HPLC/DAD.

Anna Carolina A. Ribeiro¹(PG)*, Camila S. Freitas¹(IC), Márcia Regina L. de Magalhães¹(IC), Eliana F. G. C. Dores¹(PQ) e Ricardo Dalla Villa¹(PQ).

¹Universidade Federal de Mato Grosso, Av. Fernando Correa da Costa nº 2367, Coxipó, 78060-900 – Cuiabá, MT.

*E-mail: caroll_mell@hotmail.com

Palavras Chave: água, contaminação, tebuconazol, epoxiconazol.

Introdução

A crescente demanda por pesticidas e a diversidade de princípios ativos aplicados na agricultura, podem oferecer riscos aos corpos d'água. Neste contexto, o desenvolvimento de métodos analíticos exatos e precisos, que visem à determinação simultânea de vários princípios ativos, é de suma importância para avaliação de riscos ambientais. Isto posto, este trabalho teve como objetivo inserir dois novos princípios ativos ao método proposto por Carbo e colaboradores¹, uma vez que o consumo de pesticidas tem aumentado consideravelmente na agricultura matogrossense.

Resultados e Discussão

O método utilizado consiste basicamente na filtragem de 500 mL da amostra, percolação por cartucho contendo SDVB, eluição com solução de metanol : acetonitrila (7 : 3), e por fim concentração em evaporador rotatório até volume final de 1 mL.

Os parâmetros analíticos instrumentais foram determinados de acordo com Ribani e colaboradores². A quantificação dos analitos foi feita pelo método de padronização interna, utilizando terbutilazina. Os limites de quantificação (LQ) e detecção (LD) variaram de $5,0 \times 10^{-3}$ a $0,61 \text{ mg L}^{-1}$, e $1,0 \times 10^{-3}$ a $0,2 \text{ mg L}^{-1}$, respectivamente. Todas as curvas analíticas apresentaram coeficientes de correlação linear (r) superiores a 0,99 (Tabela 1).

Tabela 1. Parâmetros analíticos instrumentais avaliados.

Pesticidas	LD (mg L^{-1})	LQ (mg L^{-1})	r	Intervalo de trabalho (mg L^{-1})
Acetamiprido	$1,0 \times 10^{-3}$	$5,0 \times 10^{-3}$	0,999	0,10-10
Aldicarbe	0,060	0,19	0,999	0,50-10
Carbendazim	0,060	0,19	0,999	0,10-10
Carbofuran	0,20	0,61	0,998	0,20-10
Clomazona	$8,0 \times 10^{-3}$	0,020	0,998	0,50-10
Clorfluazurom	0,040	0,13	0,999	0,10-10
Diurum	0,020	0,050	0,999	0,50-10
Epoxiconazol*	0,10	0,31	0,999	0,50-10
Imidacloprido	0,030	0,10	0,999	0,050 -10
Lufenurom	0,080	0,24	0,999	0,10-10
Metomil	0,080	0,23	0,999	0,10-10
Tebuconazol*	0,10	0,29	0,997	0,50-10
Teflubenzurom	$8,0 \times 10^{-3}$	0,020	0,998	0,10-10
Tiacloprido	0,030	0,090	0,999	0,10-10
Tiametoxam	0,050	0,14	0,998	0,10-10

*Princípios ativos adicionados ao método.

34ª Reunião Anual da Sociedade Brasileira de Química

Com exceção do tebuconazol (nível $1,99 \text{ } \mu\text{g L}^{-1}$), metomil e tiametoxam, as porcentagens de recuperação variaram de 50 a 119%, com coeficientes de variação (CV) inferiores a 17% (Tabela 2). Em casos de alta complexidade analítica e concentrações do analito na ordem de mg L^{-1} , o intervalo de recuperação aceitável pode ser de 50 a 120%², com precisão de até 16%³.

Tabela 2. Exatidão (% recuperação) e precisão (% CV) do método analítico (n = 5).

Pesticidas	Recuperação \pm CV(%)		
	Níveis de Fortificação ($\mu\text{g L}^{-1}$)		
	2,0	10,0	20,0
Acetamiprido	113 \pm 10	101 \pm 6	90 \pm 9
Carbendazim	88 \pm 10	89 \pm 14	73 \pm 6
Carbofuran	87 \pm 3	50 \pm 16	57 \pm 11
Clomazona	83 \pm 13	91 \pm 16	90 \pm 5
Diurum	95 \pm 16	100 \pm 9	88 \pm 7
Epoxiconazol	106 \pm 3	100 \pm 11	100 \pm 6
Imidacloprido	119 \pm 8	116 \pm 5	95 \pm 8
Metomil	173 \pm 15	129 \pm 5	120 \pm 8
Tebuconazol	46 \pm 9	89 \pm 9	83 \pm 6
Teflubenzurom	63 \pm 13	72 \pm 7	70 \pm 8
Tiacloprido	111 \pm 13	104 \pm 5	97 \pm 5
Tiametoxam	168 \pm 10	134 \pm 6	129 \pm 8

Embora o método seja bastante preciso para o metomil, tebuconazol e tiametoxam, novos ensaios devem ser feitos a fim melhorar a exatidão do mesmo. Para o aldicarbe, clorfluazurom e o lufenurom, o método não foi preciso nem exato.

Conclusões

Os resultados obtidos confirmam a exatidão e precisão do método multirresíduo proposto por Carbo e colaboradores¹, para 12 dos 15 pesticidas avaliados, incluindo o tebuconazol e epoxiconazol. O método multirresíduo avaliado pode ser uma ferramenta útil para o monitoramento de áreas impactadas com os princípios ativos avaliados.

Agradecimentos

Ao CNPq e ao Programa de Pós Graduação em Recursos Hídricos - UFMT.

¹ Carbo, L.; Souza, V.; Dores, E. F. G. C.; Ribeiro, M. L. J. *Braz. Chem. Soc.* **2008**, *19*, 1111.

² Ribani, M.; Bottoli, C. B. G.; Collins, C. H.; Jardim, I. C. S. F.; Mello, S. F. C. *Quím. Nova.* **2004**, *27*, 771.

³ Wood, R. *Trends Anal. Chem.* **1999**, *18*, 624.