

Estudo de método para extração de agrotóxicos em hepatopâncreas de siri por MSPD e determinação por CG-IE-EM

Cátia M. Bolzan¹ (IC)*, Guilherme A. Martins¹ (IC), Eliana J. de Menezes² (IC), Sergiane S. Caldas¹ (PQ), Adriana N. Dias¹ (PQ), Camila M. G. Martins² (PQ), Adalto Bianchini² (PQ), Ednei G. Primel¹ (PQ) catiamarian@hotmail.com

¹Universidade Federal do Rio Grande - FURG, Escola de Química e Alimentos - EQA, Programa de Pós Graduação em Química Tecnológica e Ambiental – PPGQTA. Campus Carreiros, Av. Itália km 08 s/n CEP 96201-900 Rio Grande- RS

²Universidade Federal do Rio Grande - FURG, Instituto de Ciências Biológicas – ICB, Campus Carreiros

Palavras Chave: tecidos biológicos, MSPD, agrotóxicos

Introdução

A ocorrência de inúmeros compostos orgânicos nos compartimentos bióticos e os possíveis efeitos deletérios que estes podem causar aos ecossistemas aquáticos tem sido uma crescente preocupação. Embora a determinação destes compostos gere informações suplementares com relação aos contaminantes biodisponíveis, as determinações de resíduos de agrotóxicos em espécies comuns do ambiente aquático são geralmente desconhecidas.

Em tecidos biológicos, onde as concentrações do analito são baixas e a matriz é complexa, o preparo de amostra é uma etapa fundamental. A técnica de dispersão da matriz em fase sólida (MSPD), apresenta as vantagens de utilizar pequena quantidade de amostra e baixo volume de solventes orgânicos, além de baixo custo e rapidez. O objetivo deste trabalho foi otimizar um método empregando extração por MSPD e determinação por cromatografia gasosa acoplada a espectrometria de massas (CG-EM) de 7 agrotóxicos em amostras de hepatopâncreas de siri.

Resultados e Discussão

O procedimento para MSPD consistiu em homogeneizar 0,5 g de amostra com 1 g de C18 reutilizada de cartuchos de SPE, por 5 minutos; transferir a amostra dispersa para um cartucho vazio de SPE, e proceder a eluição com 10 mL de acetonitrila.¹ O extrato foi coletado em um tubo graduado e uma alíquota foi retirada para injeção no sistema cromatográfico.

As determinações foram realizadas no sistema cromatográfico GCMS-QP2010 Plus (Shimadzu). As temperaturas de operação do detector foram: interface a 280 °C e fonte a 230 °C. O modo de ionização utilizado é o impacto de elétrons (IE) a 70 eV e a detecção realizada no modo de monitoramento de íons selecionados. As condições de operação do CG foram: injetor, 250 °C; coluna, 80 °C, 0 min; seguido de gradiente de 50 °C/min até 160 °C, 1 min; 2°C/min até 180 °C e depois 150°C/min até a temperatura final de 300 °C, 4 min. Fluxo de gás He, 1,0 mL/min; pressão, 63,2 kPa; velocidade linear média, 36,4 cm/s e volume de injeção de 2 µL com taxa de divisão de 1:10. A

coluna utilizada foi Crossbond 5% difenil/95% dimetil polisiloxano (30 m x 0,25 mm x 0,25 µm, Restek). Os compostos foram identificados pelo tempo de retenção e confirmados pelo espectro de massas. Com estas condições foi possível a separação dos 7 compostos em um tempo de determinação de 17 minutos (Figura 1).

A linearidade do instrumento foi avaliada na faixa de 0,0025 a 2,5 mg L⁻¹. Todas as curvas analíticas apresentaram coeficientes de correlação linear (r) maiores que 0,99. Os limites de quantificação do método ficaram abaixo de 0,5 mg kg⁻¹.

A exatidão do procedimento foi avaliada com a fortificação das amostras em um nível de 10 mg kg⁻¹. Os valores de recuperação (70% a 120%) e desvio padrão relativo (RSD) menor que 20% estão dentro dos valores aceitáveis para validação em métodos cromatográficos.

O efeito matriz foi avaliado como descrito por Krueve et al.² Alguns compostos, como fenitrotiona, apresentaram enriquecimento de sinal, o que foi compensado pela utilização de padronização externa na matriz e utilização de padrão interno.

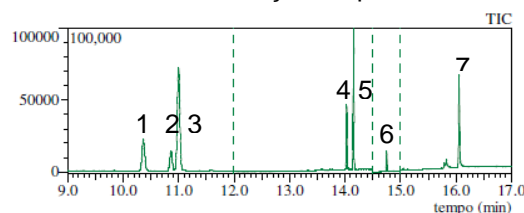


Figura 1. Cromatograma da mistura 0,5 mg L⁻¹ no modo total (1 - dimetoato; 2-atrazina, 3 - clomazona, 4 - malationa, 5 - fenitrotiona, 6 - fipronil e 7 - tebuconazol)

Conclusões

A técnica MSPD demonstrou ser simples e eficiente na extração de agrotóxicos de diferentes classes em amostras de hepatopâncreas de siri.

Agradecimentos

CNPq, CENPES-PETROBRÁS, FAPERGS, FURG, CAPES

¹ Rodrigues, S.A.; Caldas, S.S.; Primel, E.G. *Anal. Chim. Acta.* **2010**, *678*, 82.

² Krueve, A.; Kunnapas, A.; Herodes, K.; Leito, I.; *J. Chromatogr. A* **2008**, *108*, 3335.