

Validação de método por SDME/GC-MS para a determinação de 19 resíduos de pesticidas em dois tipos diferentes de bebidas

Jeancarlo Pereira dos Anjos^{1,2,3} (PG)*, Jailson B. de Andrade^{1,2,3} (PQ) - *jeancarlopanjos@gmail.com

¹Universidade Federal da Bahia, Instituto de Química, 40170-290, Salvador-BA, Brasil; ²Centro Interdisciplinar de Energia e Ambiente – CIEnAm, Universidade Federal da Bahia, Canela, 40110-040, Salvador-BA, Brasil; ³INCT de Energia e Ambiente, UFBA, 40170-290 Salvador, BA, Brasil.

Palavras Chave: pesticidas, validação, SDME, GC-MS

Introdução

Diversos métodos analíticos têm sido propostos para a determinação simultânea de multirresíduos de pesticidas em matrizes aquosas. Os métodos para a determinação de pesticidas no ambiente e em alimentos, normalmente, requerem muitas etapas de preparação das amostras antes da análise instrumental, tais como a extração, *clean-up* e concentração.¹

Estudos têm focado no desenvolvimento de métodos analíticos econômicos, miniaturizados e com baixos impactos ao meio ambiente. Nesse sentido, a técnica de microextração com gota única (SDME) tem surgido como um procedimento de preparação de amostras simples, rápido, barato e praticamente livre de solventes. Baseia-se na distribuição de analitos entre uma microgota de solvente orgânico e a fase aquosa (amostra).²

Este trabalho tem como objetivo validar um método analítico por SDME/GC-MS para a determinação de pesticidas em água de coco e vinho branco.

Resultados e Discussão

A extração dos 19 pesticidas foi realizada por meio de SDME ($t_{\text{extração}}$: 30 min.; solv.: tolueno; V_{gota} : 1 μL ; $v_{\text{solução}}$: 10 mL; $V_{\text{agitação}}$: 200rpm; acidificação do meio: HCl e sem adição de sal), com posterior análise por GC-MS (t_{corrida} : 20 min.).³

A validação do método foi feita avaliando-se as figuras de mérito: seletividade, linearidade, precisão, limite de detecção, limite de quantificação e exatidão. Não houve influência, na extração dos pesticidas, para graduação alcoólica do vinho até 15% de álcool etílico. Assim, o mesmo método foi aplicado para 20 amostras de água de coco e 9 de vinho branco.

A Tabela 1 apresenta algumas figuras de mérito avaliadas para a validação do método.

A precisão e a exatidão foram avaliadas em 3 níveis de concentração. Para a precisão, os valores dos CV estiveram nas faixas: 3,1-16% (1 $\mu\text{g L}^{-1}$), 8,3-25% (5 $\mu\text{g L}^{-1}$) e 5,0-21% (10 $\mu\text{g L}^{-1}$).

A exatidão foi avaliada por meio de testes de recuperação, estando os valores dentro das seguintes faixas, para a água de coco: 27,9-160% (1

37ª Reunião Anual da Sociedade Brasileira de Química

$\mu\text{g L}^{-1}$), 28,3-143% (5 $\mu\text{g L}^{-1}$) e 30,4-110% (10 $\mu\text{g L}^{-1}$); enquanto, para o vinho: 13,2-168% (1 $\mu\text{g L}^{-1}$), 34,1-176% (5 $\mu\text{g L}^{-1}$) e 52,4-191% (10 $\mu\text{g L}^{-1}$).

Tabela 1. Figuras de mérito obtidas para os pesticidas

Pesticida	Faixa linear ($\mu\text{g L}^{-1}$)	R ²	LOD ($\mu\text{g L}^{-1}$)	LOQ ($\mu\text{g L}^{-1}$)
carbofuran	1,0 - 25,0	0,9911	0,88	2,94
molinate	0,5 - 15,0	0,9997	0,38	1,28
sulfotep	0,5 - 15,0	0,9922	0,10	2,51
dimethoate	0,25 - 15,0	0,9927	0,25	6,11
demeton-O	0,5 - 15,0	0,9955	0,25	3,26
diazinon	0,5 - 15,0	0,9957	0,10	2,53
disulfoton	0,5 - 15,0	0,9974	0,10	2,37
methyl parathion	0,5 - 15,0	0,9914	0,50	6,65
fenitrothion	0,5 - 15,0	0,9922	0,50	3,47
malathion	1,0 - 25,0	0,9254	0,73	2,42
fenthion	0,5 - 15,0	0,9951	0,10	2,96
dursban	0,5 - 15,0	0,9968	0,25	2,48
parathion	0,5 - 15,0	0,9913	0,25	6,69
endosulfan	0,25 - 10,0	0,9984	0,10	1,99
ethion	0,5 - 15,0	0,9996	0,10	2,73
bifenthrin	0,5 - 25,0	0,9885	0,36	1,21
permethrin I	0,5 - 15,0	0,9916	0,25	1,81
permethrin II	0,5 - 25,0	0,9981	0,10	2,42
azoxystrobin	0,5 - 15,0	0,9925	0,25	2,67

Conclusões

O método foi validado com sucesso, mostrando-se rápido e eficiente para aplicação em amostras reais de água de coco e vinho branco. Foram identificados e quantificados os pesticidas sulfotep, demeton-O, dimethoate, disulfoton, fenitrothion e malathion (água de coco) e carbofuran, molinate, dimethoate, malathion, dursban e azoxystrobin (vinho branco).

Agradecimentos

CNPq, CAPES, FAPESB, PRONEX e INCT – E&A

¹ Menezes Filho, A.; Dos Santos, F. N.; Pereira, P. A. P. *Microchem. J.* **2010**, *96*, 139.

² Pinheiro, A. S.; De Andrade, J. B. *Talanta* **2009**, *79*, 1354.

³ Anjos, J. P.; De Andrade, J. B. *36ª RASBQ 2013*, ANA-11.