

Análise de resíduos de agrotóxicos em água e sedimento aplicando o método QuEChERS-GC/MS

Adriana Nori de Macedo¹; Gustavo Henrique Lourenço Vicente²; Silvia Helena Govoni Brondi³; Ana Rita de Araujo Nogueira⁴

¹Aluna de graduação em Licenciatura em Química, Universidade Federal de São Carlos, São Carlos, SP, adriana_nori@yahoo.com.br;

²Aluno de pós-graduação em Química, Universidade de São Paulo, São Carlos, SP;

³Pesquisadora colaboradora, Embrapa Pecuária Sudeste, São Carlos, SP;

⁴Pesquisadora, Embrapa Pecuária Sudeste, São Carlos, SP.

O Estado de São Paulo é o maior produtor nacional de cana-de-açúcar, destacando-se a região do município de São Carlos. Na cultura da cana-de-açúcar são empregadas grandes quantidades de agrotóxicos, sendo atrazina, fipronil e endossulfan os mais aplicados na região. Resíduos de agrotóxicos podem contaminar o ambiente (ar, água e solo), através da lixiviação, escoamento superficial ou volatilização, com destaque aos ambientes aquáticos, como rios, lagos e represas, os quais podem estar presentes tanto na coluna d'água quanto no sedimento. Assim, o presente estudo teve o objetivo de desenvolver uma metodologia analítica para a análise de resíduos dos agrotóxicos atrazina, fipronil e endossulfan, nas matrizes água e sedimento, utilizando o método de extração QuEChERS e a cromatografia gasosa acoplada à espectrometria de massas (GC/MS), bem como aplicar o método desenvolvido em amostras de água e sedimento procedentes de represas da Embrapa Pecuária Sudeste, para avaliar uma possível contaminação. No procedimento de extração, transferiu-se 10 g de amostra (água ou sedimento) para um tubo Falcon de volume 50 mL, com as adições de 10 mL de acetonitrila (MeCN), 4 g de MgSO₄ e 1 g de NaCl e posterior agitação manual e centrifugação a 3000 rpm por 1 min. Uma alíquota de 1 mL da fase superior (MeCN) foi eluída em coluna de extração em fase sólida (SPE), com 330 mg de octadecilsilano (C18), 330 mg de amina primária e secundária (PSA) e 700 mg de MgSO₄, pré-condicionado com 3 mL de MeCN. O extrato eluído da coluna de SPE foi coletado em tubo Falcon de volume 15 mL e transferido para um frasco do amostrador automático do GC, para posterior análise cromatográfica. As condições cromatográficas foram: temperaturas do injetor, interface e fonte de íons de 250°C e programação de temperatura do forno partindo de 120°C e atingindo 270°C, com tempo total de análise de 15 minutos. Na validação do método, os valores de exatidão variaram de 48 a 127%, com desvio padrão relativo inferior a 16%, valores estes em conformidade com o Documento SANCO da União Européia. Os limites de detecção foram inferiores a 3 µg L⁻¹ para a água e 20 µg kg⁻¹ para o sedimento. Após o desenvolvimento e validação da metodologia, foram analisadas amostras de água e sedimento procedentes de represas da Embrapa Pecuária Sudeste, nas quais não foram detectados resíduos dos agrotóxicos estudados nos tempos de retenção referentes a cada composto. Pouco consumo de reagentes e menor geração de resíduos tornam o método QuEChERS vantajoso em comparação com os métodos de extração convencionais, atendendo portanto aos princípios da química verde, podendo o mesmo ser utilizado como um protocolo para investigar a presença de resíduos de atrazina, fipronil e endossulfan em água e sedimento.

Apoio financeiro: PIBIC/CNPq, FAPESP, Embrapa.

Área: Meio Ambiente