

## **USO DAS TÉCNICAS DE DPX E HPLC-DAD PARA DETERMINAÇÃO DE AGROTÓXICOS EM AMOSTRAS DE ÁGUA DO RIO ITAJAÍ MIRIM**

**Autores:** Guilherme Leal Branco<sup>1</sup>, Tauani Marandola<sup>2</sup>, Bárbara Picoli Soares<sup>3</sup>, André Felipe Knop<sup>4</sup>, Leda Gabriela Ardiles<sup>5</sup>, Michela Cancillier<sup>6</sup>, Adriana Neves Dias<sup>7</sup>.

**Identificação autores:** Voluntário<sup>1</sup> IFC - GRAD, Voluntário<sup>2</sup> IFC - EM, Voluntário<sup>3</sup> IFC - EM, Técnico de laboratório Colaborador<sup>4,5,6</sup> IFC; Prof. Dra. Orientadora Adriana Neves Dias<sup>7</sup>, IFC - *Campus Brusque*).

### **RESUMO**

O rio Itajaí Mirim é de suma importância para a população exercer atividades básicas como abastecimento de água, irrigação das plantações, pesca e fonte de hidratação de animais, além de outras atividades. Um estudo divulgado pelo jornal local revelou a presença da baixa quantidade de agrotóxicos na água encanada de Brusque. Logo, este estudo busca perscrutar a presença de quatro agrotóxicos em amostras de água do rio Itajaí Mirim. As técnicas utilizadas para o estudo foram a DPX (Extração em Ponteira Descartável) e o HPLC-DAD (Cromatografia Líquida de Alta Eficiência com Detector por Arranjo de Diodos).

### **INTRODUÇÃO E JUSTIFICATIVA**

Brusque está entre os nove municípios banhados pelo rio Itajaí Mirim e sua água é destinada para vários setores, como a agropecuária, por exemplo. Na região brusquense encontram-se principalmente culturas de arroz, milho e feijão, e para controle de insetos, plantas e outras pestes indesejadas utilizam-se agrotóxicos, que acabam sendo levados até o rio e deteriorando a qualidade da água. O SISAGUA (Sistema de Informação de Vigilância da Qualidade da Água para Consumo Humano), do Ministério da Saúde, realizou um estudo entre 2014 e 2017 e constatou a presença de 27 agrotóxicos na água encanada de Brusque, no entanto dentro do limite permitido pela legislação brasileira e acima do limite para 21 agrotóxicos pela legislação da União Europeia (VIEIRA, 2019). Os agrotóxicos encontrados foram: alacloro, atrazina, carbendazim, clordano, DDT+DDD+DDE, diuron, glifosato, lindano, mancozebe, permetrina, trifluralina, 2,4D+2,4,5T, aldicarbe, aldrin, carbofurano, clorpirifós, endossulfan, endrin, metamidofós, metolaclo, molinato, parationa metílica, pendimentalina, profenofós, simazina, tebuconazol e terbufós.

Nos últimos anos, houve grandes avanços nas técnicas cromatográficas, preparo de amostras e instrumentação analítica. Logo, nota-se a tendência da miniaturização nas pesquisas, assim neste estudo foi desenvolvido um procedimento por DPX (Extração em Ponteira Descartável), que é uma técnica de preparo de amostra recente desenvolvida em 2003 pelo Dr. William Brewer (Universidade da Carolina do Sul, EUA). A DPX emprega uma ponteira padrão de pipeta num volume de 1 ou 5 mL, que contém um sorvente livre entre dois filtros e surge como alternativa à convencional SPE (Extração em Fase Sólida) (PINTO; QUEIROZ, 2015). O procedimento moderno de preparo de amostra adjacente a técnica cromatográfica HPLC-DAD (Cromatografia Líquida de Alta Eficiência com Detector por Arranjo de Diodos) foram empregados para desenvolver um método para a determinação de quatro agrotóxicos (difenoconazol, pendimetalina, tebuconazol e trifluralina) em amostras de água do rio Itajaí Mirim.

## METODOLOGIA

Neste estudo está sendo utilizado um cromatógrafo líquido modelo LC 20AT (Shimadzu, Kyoto, Japão) equipado com DAD modelo SPD-M20A, injeção manual modelo Rheodyne 7725i (Rohnert Park, CA, EUA), *loop* de injeção de 20  $\mu$ L, coluna C18 (150 mm x 4,6 mm d.i., 4,6  $\mu$ m de espessura de filme. Juntamente a ponteira de DPX de 1 mL com 20 mg de material extrator WAX(55-65  $\mu$ m).

Em 2019 o procedimento de extração foi otimizado na seguinte ordem: 1<sup>a</sup>) pH e força iônica da amostra; 2<sup>a</sup>) A escolha do solvente ou da mistura de solventes (água ultra-pura, metanol e/ou acetonitrila) para dessorção; 3<sup>a</sup>) A otimização do número de ciclos de extração (1 a 7 ciclos) e ciclos de dessorção (1 a 7 ciclos); 4<sup>a</sup>) A etapa de limpeza e 5<sup>a</sup>) Avaliação da eficiência do material sorvente.

A pandemia do novo coronavírus, Covid-19, levou à suspensão das atividades presenciais no IFC. Logo, no ano de 2020 e no primeiro semestre de 2021 as metodologias de execução do projeto foram reuniões pelo *Google Meet* que possibilitaram discussões de materiais científicos e produções de postagens para

apresentação e divulgação do projeto na rede social online *Instagram* e apresentações de seminários com temas para auxiliar no estudo do projeto.

## RESULTADOS E DISCUSSÃO OU RESULTADOS ESPERADOS/PARCIAIS E DISCUSSÃO

Os resultados obtidos em 2019 para as condições de DPX foram: volume de solução aquosa de 700  $\mu\text{L}$ ; 6 ciclos de extração de 30 s; 5 ciclos de dessorção de 30 s com 200  $\mu\text{L}$  de ACN; 5 ciclos de limpeza de 30 s com ACN e 2 ciclos de 30 s com água ultra-pura (200  $\mu\text{L}$ ).

Durante a pandemia do *SARS-CoV-2* que levou à suspensão das atividades experimentais nos períodos letivos de 2020 e primeiro semestre de 2021 foram realizadas leitura de artigos científicos, escrita de artigos, apresentações que possibilitaram discussões de materiais científicos pelo *Google Meet*; produção e divulgação do projeto na rede social *Instagram* @ppqifc (Quadro 1) . Além disso, o projeto foi apresentado no 21° Salão de Iniciação Científica da PUC-RS, no qual levou a nota máxima e se tornou destaque no evento.

Quadro 1- Temas de cada publicação no Instagram e suas respectivas visualizações.

Temas	Visualizações até o dia 24/10/2021
Uma breve introdução sobre o rio Itajaí Mirim	290
O que são agrotóxicos?	290
Conhecendo sobre: DPX	290
Conhecendo sobre: Cromatografia	290
As partes de um Cromatógrafo Líquido de Alta Eficiência	290
Conhecendo sobre: Preparo de Amostras	290
As otimizações do projeto de pesquisa: Uso de técnicas de DPX e HPLC-DAD para determinação de agrotóxicos em amostras de água do rio Itajaí Mirim	290

Como é fazer projeto de pesquisa	302
História dos agrotóxicos	486
Legislação de agrotóxicos	82
Impactos dos agrotóxicos na saúde humana	171
Impactos dos agrotóxicos no meio ambiente	404
Participantes dos projetos de pesquisa de química do IFC Brusque	1116
Série Métodos Analíticos - Episódio 1	95
Série Métodos Analíticos - Episódio 2	183
Série Métodos Analíticos - Episódio 3	81
Série Métodos Analíticos - Episódio 4	93
Série Métodos Analíticos - Episódio 5	54

Fonte: Autoria própria (2021)

As visualizações mostradas para os sete primeiros temas no quadro 1 é uma média de todas as postagens do perfil, haja vista que vídeos em outros formatos que não no “igtv” não permitem este tipo de acompanhamento. Apenas foi possível coletar o número real de visualizações para os demais temas.

Observa-se que nos períodos letivos de 2020 e 2021 o uso da rede social *Instagram* possibilitou uma boa divulgação do projeto à comunidade interna e externa. A atividade mais recente desenvolvida pelo grupo no *Instagram* foi a Série Métodos Analíticos. A série tem em torno de sete episódios, alguns deles já foram publicados, quadro 1, os mesmos abordam temas como etapas do processo analítico, relacionando e exemplificando com projeto de pesquisa, e abordando principalmente as etapas de preparo de amostra e análise.

## CONSIDERAÇÕES FINAIS

Desta maneira, no período que segue pretende-se continuar com a divulgação

do projeto e com o retorno das atividades presenciais dar sequência a parte experimental, como a avaliação dos parâmetros de mérito para a quantificação dos agrotóxicos nas amostras de água coletadas do rio Itajaí Mirim, quando estes forem detectados.

## REFERÊNCIAS

PINTO, M. A. L., QUEIROZ, M. E. C. Extração em ponteiras descartáveis: fundamentos teóricos e aplicações. *Scientia Chromatographica*, v.7, p. 101-108, 2015.

VIEIRA, Cristóvão. Pesquisa detecta agrotóxicos na água encanada de Brusque, mas quantidade é baixa. *O Município*, 2019. Disponível em:

<https://omunicipio.com.br/pesquisa-detecta-agrotoxicos-na-agua-de-brusque-mas-quantidade-e-baixa/>. Acesso em: 16 de março de 2019.