

Autor correspondente:

Débora Renata Cassoli de Souza
D. C. Souza Souza
Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária - Laboratório de Resíduos e Contaminantes
Jaguariúna (SP), Brasil

Email:
debora@cnpma.embrapa.br

VALIDAÇÃO DE METODOLOGIA PARA ANÁLISE DE ALGUNS HERBICIDAS EM ÁGUA DE RIO POR LC-ESI-MS/MS

Souza, Débora Renata Cassoli de Souza D. C. Souza*; Assalin, Marcia Regina; de Queiroz, Sonia Claudia do Nascimento; Ferracini, Vera Lucia; ROSA, MARIA A.; Tavares, Marley Mendonça; Ferreira, Geane Trento

O presente trabalho apresenta o desenvolvimento e validação de um método multiresíduo para a determinação de herbicidas em água de rio. Os herbicidas estudados foram: molinato, simazina, metribuzim, atrazina, ametrina, tebutiuron, diuron, clomazona, hexazinona, 2,4-D, picloram, sulfentrazone e propanil. O uso de cartuchos de extração, SPE (solid-phase extraction), OASIS[®] HLB da Waters, permitiu a extração simultânea dos resíduos de herbicidas com a vantagem de ser rápido, usar maiores volumes de amostras e consumir menores volumes de solventes. A detecção e separação dos compostos foram realizadas por cromatografia líquida acoplada a um espectrômetro de massas (LC-MS/MS) e modo de ionização *Electrospray* (ESI). As condições de injeção, pressão dos gases, posição da agulha, temperatura do gás de secagem e energias de ionização foram otimizadas. Durante a validação, os limites de quantificação (LQ) foram calculados pela razão sinal-ruído, variando de $0,003 \mu\text{g L}^{-1}$ a $0,2 \mu\text{g L}^{-1}$. As curvas analíticas mostraram ser lineares na faixa de trabalho. Amostras testemunhas de água foram fortificadas nos níveis $0,2 \mu\text{g L}^{-1}$, $0,4 \mu\text{g L}^{-1}$, e $2,0 \mu\text{g L}^{-1}$ e os valores médios de recuperações obtidas foram na faixa aceitável que é de 70-120%, exceto para o molinato e tebutiuron. As precisões intermediárias, obtidas durante três dias diferentes com duplicata dos três níveis de fortificação, forneceram valores de desvio padrão relativo (RSD) menores que 15%. O método mostrou ser rápido e eficiente na extração dos herbicidas e está sendo utilizado como rotina no Laboratório de Resíduos e Contaminantes (LRC) da Embrapa Meio Ambiente.