

**DESENVOLVIMENTO E VALIDAÇÃO DE MÉTODO PARA DETERMINAÇÃO DE
RESÍDUOS DE HERBICIDAS EM CAPIM ELEFANTE.**

Sonia C. N. Queiroz^a (PQ)^a, Marcia R. Assalin (PQ)^a, Alexandre M. B. Santos (PQ)^b
^aEmbrapa Meio Ambiente, Laboratório de Resíduos e Contaminantes Jaguariuna, SP, Brasil, CEP 13918-110
^bEmbrapa Gado de Leite, Juiz de Fora, MG, CEP 70770-901
*e-mail: sonia.queiroz@embrapa.br

Capim elefante (*Pennisetum purpureum* Schum) tem sido amplamente utilizado em diversos setores agropecuários. Isto se deve principalmente a algumas características desta espécie de gramínea, tais como o elevado potencial produtivo, boa resistência à seca, pragas e doenças. No entanto, para viabilizar sua produção em larga escala, o controle químico de plantas daninhas, por meio da aplicação de herbicidas tem sido necessário. Devido a isso, os níveis de resíduos destes produtos devem ser monitorados, pois este capim é utilizado na alimentação de gado. Assim, neste trabalho foi desenvolvido e validado um método analítico para determinação de resíduos de clorimurrom-etil, metolaclor, atrazina, halossulfurom, imazetapir e metissulfurom-metil, herbicidas frequentemente utilizados no cultivo desta espécie. Para extração, foi utilizado o QuEChERS¹ com modificações e para confirmação/quantificação o LC-MS. Foram utilizados 5 g de amostra e 10 mL do solvente de extração, (acetonitrila-ácido acético; 100:1, v/v). Na etapa de salting-out utilizou-se 4,0 g sulfato de magnésio, 1,0 g de cloreto de sódio, 1,0 g de citrato de trissódio di-hidratado e 0,5 g de hidrogenocitrato de dissódio sesqui-hidratado. Na etapa de clean-up, foi utilizado PSA e florisil. As análises cromatográficas foram executadas em um cromatógrafo líquido de ultra eficiência (UPLC) (Waters Acquity, Milford, MA USA) acoplado a um espectrômetro de massas tipo Quadrupolo-Tempo de Voo (QqTOF-MS) (Synapt, Waters, Milford, MA USA), equipado com um sistema binário de bombeamento e injeção automática. O espectrômetro de massas foi operado em modo V e calibrado diariamente em modo de ionização positivo (ESI +). Os analitos foram separados por meio de eluição no modo gradiente, sendo a fase móvel constituída de (A) Ácido Fórmico 0,1 % e (B) Metanol, coluna BEH C18, 1,7µm, 2.1 x 100 mm (Waters), vazão 0,15 mL min⁻¹, volume de injeção de 5 µL, com tempo total de corrida de 15 min. Os parâmetros instrumentais otimizados foram: voltagem do capilar, cone de amostragem e cone de extração 3 KV, 18 V e 4,0 V, respectivamente. A temperatura da fonte e do gás de dessolvatação (N₂) foram 105°C e 400°C, respectivamente. A confirmação dos analitos foi realizada por meio do monitoramento da massa exata dos íons [M+H]⁺ obtidas pelo analisador de alta resolução, modo centróide e correção de massa exata pelo uso de íons de referência (Lock mass) e pelo tempo de retenção de cada composto. A curva analítica foi obtida pela adição de quantidades conhecidas dos padrões dos analitos aos extratos da matriz branco, resultando em 7 diferentes níveis de concentração, na faixa de 0,001–0,2 µg mL⁻¹, a fim de contornar o efeito matriz. Para todos os herbicidas estudados as curvas analíticas apresentaram ajuste linear na faixa estudada e os coeficientes de correlação (r) obtidos foram iguais ou maiores que 0,99. O limite de quantificação (LQ) foi determinado de forma a ser a menor concentração que pode ser quantificada com exatidão e precisão aceitáveis, sendo estabelecido em 10 µg Kg⁻¹ para imazetapir e metissulfurom-metil e 20 µg Kg⁻¹ para os demais herbicidas estudados. A precisão do método foi obtida por meio de estudos de repetitividade e precisão intermediária. As recuperações dos pesticidas foram testadas em dois níveis de fortificação sendo cinco replicatas para cada nível em 2 dias diferentes, sendo a média das recuperações obtidas entre 70 e 100% e coeficiente de variação (CV) < 13%. Todos os valores dos parâmetros de validação obtidos estão de acordo com o guia do INMETRO.² A metodologia mostrou ser adequada e foi aplicada com sucesso nas determinações de resíduos destes herbicidas em amostras capim elefante, provenientes de campo experimental.

¹Anastassiades M.; Lehota, S. J.; Stajnbaher, D.; Schenck, F. J. J. AOAC Int. 86, 412-431, 2003.

²INMETRO – Instituto Nacional de Metrologia, Normalização e Qualidade Industrial. Orientações sobre validação de métodos de ensaios químicos. DOQ-CGCRE-008. Revisão 2 – junho, 2007