

(ID – 53) - VALIDAÇÃO DE MÉTODO PARA A DETERMINAÇÃO DE HEXAZINONE E TEBUTIURON EM ÁGUA

S.C.N. Queiroz; V.L. Ferracini; M.A.F. Gomes; A.L. Cerdeira.

Embrapa Meio Ambiente, CEP 13.820-000, Jaguariúna, SP – Brasil.

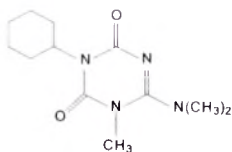
E-mail: sonia@cnpma.embrapa.br

1. Resumo

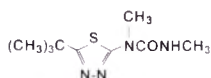
Este trabalho apresenta um método alternativo, que foi validado, para a determinação dos herbicidas tebutiuron e hexazinone em água subterrânea.

2. Introdução

O hexazinone (1) e o tebutiuron (2) possuem alto potencial de lixiviação e, conseqüentemente, podem atingir as águas subterrâneas. Assim há uma necessidade de realizar um monitoramento da qualidade da água oriunda de locais onde são aplicados estes produtos, a fim de garantir a saúde da população. Para isso torna-se necessário a disponibilização de metodologias rápidas e eficientes para a detecção e quantificação destas espécies.



1



2

3. Metodologia

Um volume de 250 mL de amostra, água mineral sem a presença de pesticidas, fortificada nas concentrações de 0,1; 0,5 e 1,0 $\mu\text{g L}^{-1}$ foi extraído com 3 porções de 50 mL de diclorometano. Em seguida o solvente foi evaporado até cerca de 0,5 mL, utilizando um rotaevaporador (Büchi). O extrato foi seco com sulfato de sódio anidro, transferido quantitativamente para um tubo de ensaio e evaporado sob fluxo lento de nitrogênio. O resíduo foi redissolvido em 1 mL de água, filtrado em membrana de 0,45 μm sendo 100 μL analisados por cromatografia líquida de alta eficiência. Foi utilizado um cromatógrafo líquido da Agilent, modelo 1100 Series; constituído de uma bomba quaternária, autoamostrador, desgaseificador, e um detector espectrofotométrico de absorção no UV/Vis, de comprimento de onda variável. A coluna utilizada foi da Mallinckrodt Baker, modelo Bakerbond HPLC, C18, 4,6 x 250 mm x 5 μm . As condições de operação foram: fase móvel água:metanol (50:50, v/v), eluição isocrática, vazão 1 mL min^{-1} , tempo de corrida de 15 minutos e detecção no UV-VIS em 247 nm.

A validação do método proposto foi obtida por meio da avaliação dos parâmetros de linearidade, limite de detecção(LOD), limite de quantificação (LOQ), exatidão e precisão.

4. Resultados representativos

As curvas analíticas obtidas para o hexazinone e para o tebutiuron mostraram ser lineares na faixa de LOQ – 300 $\mu\text{g L}^{-1}$ pois apresentaram valores de r^2 0.9976 e 0.9987, respectivamente e os gráficos dos resíduos não demonstraram tendências.

Os limites de detecção (LOD) e limites de quantificação (LOQ) foram calculados utilizando a razão sinal/ruído de 3 e 10 vezes, respectivamente. Os valores de LOD foram 0,02 $\mu\text{g L}^{-1}$ e 0,03 $\mu\text{g L}^{-1}$ e LOQ foram 0,07 $\mu\text{g L}^{-1}$ e 0,09 $\mu\text{g L}^{-1}$, obtidos após a uma pré-concentração de 250 vezes, que corresponde a uma concentração final de 18 e de 22 $\mu\text{g L}^{-1}$ para o hexazinone e para o tebutiuron, respectivamente. Estes resultados indicam que o método é suficientemente sensível para detectar a presença dos herbicidas em níveis baixos de concentração. A exatidão do método foi determinada por meio da obtenção da % de recuperação média das amostras fortificadas em triplicatas. Os valores se encontram dentro da faixa de 70-110%, que é a considerada aceitável internacionalmente¹.

A precisão, foi calculada por meio de repetições realizadas no mesmo dia, nas mesmas condições cromatográficas e pelo mesmo analista, sendo este tipo de precisão denominado de repetitividade. Também foi avaliada em três dias diferentes a fim de determinar a precisão intermediária. Os valores obtidos foram < 8%, indicando que o método está em consonância com a literatura, onde valores < 20% são considerados aceitáveis¹.

5. Considerações finais

O método proposto mostrou, por meio dos parâmetros de validação, ser eficiente e confiável para a determinação dos herbicidas tebutiuron e hexazinone em amostras de água subterrânea. A extração líquido-líquido apresenta a vantagem sobre a extração em fase sólida em relação ao custo, facilidade de obtenção do solvente e principalmente quanto a simplicidade, uma vez que utiliza materiais facilmente encontrados em laboratório.

6. Referências

Orientações sobre Validação de Métodos de Ensaio Químicos. DOQ_CGCRE-008. Inmetro, 2003. Disponível em : <<http://www.inmetro.gov.br/kits/doqaccre008r01.pdf>> (Acesso em 27 maio 2004).

FAPESP/EMBRAPA