

(ID - 71) - MÉTODO PARA DETERMINAÇÃO DE TEBUTIURON EM SOLO

. Queiroz¹; S.C.N.; Ferracini¹; V.L.; . Cerdeira¹; A. L.; Souza¹; M. D.; Gomes¹; M.A.F.; Facanali¹, R.; Pinto²; O.B.; Rampazzo², P.E.

¹Embrapa Meio Ambiente, CEP 13.820-000, Jaguariúna, SP – Brasil. E-mail: sonia@cnpma.embrapa.br

²Dow AgroScience, Mogi Mirim, SP.

Resumo

O presente trabalho descreve um método para a determinação de resíduos de tebutiuron em solo, baseado em extração com metanol seguido de análise por cromatografia líquida de alta eficiência (CLAE). Este método será utilizado em estudos de dissipação e lixiviação do herbicida em dois tipos de solos.

Introdução

Tebutiuron é o nome comum para (N-[5-(1,1-dimetiletil)-1,3,4-tiadiazol-2-il]-N,N'-dimetil uréia), que é formulado como uma suspensão concentrada (SC), pó molhável (PM) ou pellets. É um herbicida não seletivo, usado comercialmente no Brasil e em outros países para o controle de plantas herbáceas e lenhosas em cana-de-açúcar e campos de pastagem. A Embrapa Meio Ambiente e a Dow AgroSciences possuem um projeto em parceria que tem como objetivos obter dados de dissipação e lixiviação do composto tebutiuron sob condições de máxima dosagem recomendada, seguindo-se práticas agrícolas da cultura de cana-de-açúcar da região sudeste do Brasil. Para realizar este projeto é necessário estabelecer uma metodologia rápida e confiável para determinar os resíduos de tebutiuron em solo.

Metodologia

Procedimento de extração adaptado da literatura¹: o solo é seco e peneirado (20 mesh), em seguida a umidade é determinada. Vinte gramas do solo são pesados e o tebutiuron é extraído com 75 mL de metanol. A mistura é agitada por 60 min à 150 rpm em um agitador orbital com temperatura controlada a 25°C. A solução é filtrada sob vácuo utilizando filtro de fibra de vidro. Este processo é repetido por mais duas vezes consecutivas usando 35 mL de metanol. O filtrado é transferido para um balão de 250 mL, o solvente é evaporado utilizando um rotavapor até cerca de 3 mL. O extrato é transferido para um tubo graduado de 10 mL e o solvente é evaporado sob fluxo lento de nitrogênio. O resíduo é redissolvido com 4 mL da fase móvel, filtrado com Millex GV, 0,22 µm e injetado no cromatógrafo. O equipamento utilizado foi da marca 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 254 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.

Resultados representativos

A Figura 1 mostra os cromatogramas referentes às amostras branca e fortificada. A curva analítica do tebutiuron mostrou ser linear na faixa de 0,05 – 5 mg L⁻¹ pois apresentou valor de $r^2 = 0,9999$ e o gráfico de resíduos não demonstrou tendências. Os limites de detecção (LOD) e de quantificação (LOQ) foram calculados utilizando a razão sinal/ruído de 3 e 10 vezes, respectivamente. O valor de LOD foi 0,006 mg Kg⁻¹ e LOQ foi 0,07 mg Kg⁻¹, que após a pré-concentração corresponde a uma concentração final na solução de 0,1 mg L⁻¹ e de 0,03 mg L⁻¹, respectivamente. Estes resultados indicam que o método é suficientemente sensível para detectar a presença do herbicida em níveis baixos de concentração. A exatidão do método foi determinada por meio da obtenção da % de recuperação média das amostras fortificadas, em 3 níveis (1x LOQ, 2x LOQ e 10 x LOQ), em triplicatas. O valor médio foi de 99% e se encontra dentro da faixa de 70-120%, que é a considerada aceitável². 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. O valor obtido foi < 7%, indicando que o método está em consonância com a literatura, onde valores ≤ 15% são considerados aceitáveis².

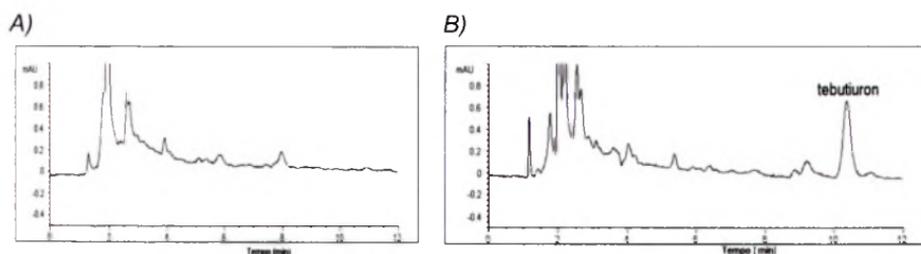


Figura 1 : Cromatogramas das amostras. A) Branco e B) Fortificada com 0,2 mg Kg⁻¹.

Considerações finais

O método proposto mostrou ser simples, rápido e eficiente para determinar os resíduos de tebutiuron em solo.

Referências bibliográficas1. Lydon J., Engelke, B. F., Helling, C., S., "Simplified high-performance liquid chromatography method for the simultaneous analysis of tebutiuron and hexazinone", *Journal of Chromatography*, v. 536, p. 223-228.

2. Manual: Critérios Mínimos para a Condução de Estudos de Resíduos. Garp: Associação Grupo de Analistas de Resíduos de Pesticidas, 2002, 117p.