

**Autor correspondente:**

Caio Fernando Gromboni  
Universidade Federal de São  
Carlos - Departamento de  
Química  
Jaú (SP), Brasil

**Email:**  
caioquimica@yahoo.com.br

# UTILIZAÇÃO DE SPE E GC/MS PARA EXTRAÇÃO E QUANTIFICAÇÃO DE CLORFENVINFOS E CIPERMETRINA EM AMOSTRAS DE ÁGUAS RESIDUAIS

Gromboni, Caio Fernando \*; Brondi, Sílvia Helena Govoni;  
Nogueira, Ana Rita A.

A aplicação de produtos carrapaticidas na forma de banhos é comumente empregada para o controle dos carrapatos, sendo gastos em média de 4 a 5 L por animal, na forma de aspersão. O descarte do resíduo gerado pode ocasionar problemas ambientais. O objetivo do estudo foi desenvolver uma metodologia analítica, empregando a extração em fase sólida (SPE) seguida pela cromatografia gasosa acoplada à espectrometria de massas (GC/MS), para avaliar diferentes processos foto-oxidativos utilizados no tratamento de resíduos gerados dos banhos carrapaticidas aplicados no rebanho bovino da Embrapa Pecuária Sudeste. Foram avaliadas duas formulações comerciais: Supocade® (contendo em cada litro 25 g de cipermetrina e 138 g de clorfenvinfos) e Colosso® (contendo em cada litro 150 g de cipermetrina, 10 g de citronelal e 250 g de clorpirifós). A partir dos espectros de massas obtidos no GC/MS, modo SCAN, injetando os padrões analíticos dos carrapaticidas na concentração de 1 mg/L, selecionou-se três íons de maior intensidade para cada analito em estudo, cipermetrina e clorfenvinfos, operando em seguida o MS no modo SIM. Entre 9,5 e 10,5 min, o detector monitorou os íons m/z 170, 267 e 323, correspondendo ao clorfenvinfos e no tempo de 15,2 a 16,0 min, os íons m/z 163, 181 e 165, correspondentes à cipermetrina. Foram testados os adsorventes florissil, C18 e sílica e como fase móvel os solventes hexano, acetonitrila e metanol. Os melhores resultados de recuperação foram obtidos utilizando florissil e acetonitrila. Para validação da metodologia analítica desenvolvida, SPE-GC/MS, foram considerados os parâmetros: precisão, recuperação, linearidade, coeficiente de correlação linear, limite de detecção (LOD) e limite de quantificação (LOQ). Para ambos pesticidas as faixas lineares das curvas de calibração se apresentaram entre 50 e 10 mg L<sup>-1</sup>. As figuras de mérito obtidas foram R<sup>2</sup> = 0,9975 e 0,9967, LOD = 0,010 e 0,020 mg L<sup>-1</sup> e LOQ = 0,033 mg L<sup>-1</sup> e 0,066 mg L<sup>-1</sup>, respectivamente para clorfenvinfos e cipermetrina. As concentrações dos carrapaticidas originais e posteriores ao tratamento, presentes nos resíduos foram determinadas, sendo a metodologia desenvolvida adequada na análise de águas residuárias, indicando que a reação foto-Fenton foi mais eficiente no tratamento dos banhos.