



VALIDAÇÃO DE UMA METODOLOGIA ANALÍTICA PARA DETERMINAÇÃO DE CLORPIRIFÓS EM ÁGUA EMPREGANDO SPE E LC-MS

Endi Adriano Fures (apresentador)¹
Miqueias de Castro da Silva²
Jonas Simon Dugatto³
Liziera da Costa Cabrera⁴

Resumo: Agrotóxicos são amplamente utilizados no Brasil, principalmente pela atividade de agricultura. Essas substâncias podem atingir os recursos hídricos por diversas formas de transporte e contaminar as águas de superfície e subterrânea, podendo impactar o meio ambiente e causar danos à saúde pública. O clorpirifós é um agrotóxico da classe dos inseticidas, utilizado contra diversos insetos no cultivo de diversas culturas agrícolas. O desenvolvimento e a validação de metodologias analíticas é imprescindível para assegurar a segurança e integridade dos resultados, principalmente com o caso de análise de traços de agrotóxicos. Uma metodologia analítica empregando Extração em Fase Sólida (SPE) e Cromatografia Líquida acoplada a Espectrometria de Massas (LC-MS) foi desenvolvida e validada para a determinação desse agrotóxico em amostras de água. O método foi desenvolvido no laboratório a priori para a determinação de outros agrotóxicos. O preparo de amostras inicia-se com a filtração da amostra em uma membrana de acetato de celulose com poro de 0,45 μm . Posteriormente há a acidificação a pH3 da amostra e a percolação em cartuchos de SPE contendo C_{18} utilizando um sistema *manifold*. Segue-se com a eluição dos analitos com 2 mL de solvente metanol e essa amostra é analisada em LC-MS. Para a validação foram preparadas três amostras contendo 250 mL de água, uma em cada concentração de clorpirifós, sendo 0,25; 0,01 e 0,005 mg/L, e também uma amostra controle, considerando que o preparo por SPE promove um fator de pré-concentração de 125 vezes. Foram analisados 10 μL por injeção no cromatógrafo. A validação da metodologia para esse composto contemplou a avaliação dos parâmetros de seletividade, exatidão, precisão, linearidade, limite de quantificação e de detecção. O limite de quantificação do método para determinação de clorpirifós foi de 0,005 mg/L enquanto que o limite de detecção foi de 0,0015 mg/L. O método apresentou seletividade e excelente linearidade, com coeficiente de determinação maior do que 0,99. As recuperações

¹Mestrando em Ambiente e Tecnologias Sustentáveis, UFFS, *campus* Cerro Largo, bolsista (Capes), endiadrianofures@gmail.com

²Graduando em Engenharia Ambiental e Sanitária, UFFS, *campus* Cerro Largo, bolsista (IC-CNPq), miqueias.decastro@gmail.com

³Mestre em Ciência e Tecnologia dos Alimentos, UFFS, *campus* Cerro Largo, jonas.dugatto@uffs.edu.br

⁴Doutora em Química, UFFS, *campus* Cerro Largo, liziera.cabrera@uffs.edu.br



variaram entre 106 a 114%, para o composto, apresentando RSD < 20%. O método desenvolvido é sensível, rápido e apresenta boa seletividade, permitindo a identificação e a quantificação de clorpirifós em nível traço podendo ser utilizado em trabalhos de monitoramento desse composto em águas superficiais de rio ou subterrâneas e até mesmo de chuva.

Palavras-chave: cromatografia; análise; pesticidas; quantificação

Categoria: Química