**ESTUDO DE MÉTODO PARA A DETERMINAÇÃO DE AGROTÓXICOS MULTICLASSES EM ÁGUA MINERAL EMPREGANDO A MICRO EXTRAÇÃO LÍQUIDO-LÍQUIDO DISPERSIVA**

**BOLZAN, Cátia Marian; CALDAS, Sergiane Souza; GUIMARÃES, Bruno Souza**

**PRIMEL, Ednei Gilberto**

**catiamarian@hotmail.com**

**Evento: Encontro de Pós-Graduação**

**Área do conhecimento: Química Analítica**

**Palavras-chave** (água mineral, agrotóxicos e LC-MS/MS)

1 INTRODUÇÃO

A qualidade da água tem sido afetada por diversos tipos de poluentes, e a poluição decorrente do desenvolvimento da agricultura tem afetado de forma significativa os recursos naturais, principalmente através da aplicação dos agrotóxicos. O destino destes compostos no meio ambiente depende entre outros fatores, de suas propriedades físico-químicas. De acordo com estas propriedades os agrotóxicos podem ter tendência à lixiviação atingindo as águas subterrâneas, como por exemplo, a água mineral1. Águas minerais são definidas como aquelas que por sua composição química ou características físico-químicas são consideradas benéficas à saúde humana, por serem naturalmente enriquecida de sais como, por exemplo, cálcio, magnésio, potássio e sódio. Assim sendo torna-se indispensável realizar a determinação de resíduos de agrotóxicos em amostras de água mineral para verificar a sua qualidade, pois se trata de uma prioridade para a saúde humana. Para realizar estas determinações, técnicas de preparo de amostra rápidas, de fácil execução e que utilizem pequenas quantidades de solventes orgânicos como a Microextração Líquido-Líquido Dispersiva (DLLME), são necessárias para o monitoramento de agrotóxicos em níveis traços em amostras ambientais2. Portanto, o objetivo deste trabalho foi estudar a extração de agrotóxicos de diferentes classes químicas em amostras de água mineral empregando DLLME. Durante o estudo, para verificar a influência de variáveis importantes na extração, foi utilizado a Metodologia de Superfície de Resposta (RSM), seguido por determinação por Cromatografia Liquida Acoplada Espectrometria de Massas Seqüencial (LC-MS/MS).

2 MATERIAIS E MÉTODOS

A extração dos compostos foi realizada utilizando 2 mL de acetonitrila:acetona (1:1 v/v) e 250 µL de monoclorobenzeno:clorofórmio (1:1 v/v) como solventes dispersor e extrator, respectivamente. O volume de amostra foi 10 mL de água mineral fortificada em seis níveis de concentração, variando de uma concentração equivalente ao limite de quantificação (LOQ) a 30 vezes o LOQ de cada analito. Após a mistura dos solventes com a amostra, centrifugou-se a mistura a 3000 rpm durante 5 minutos. Formou-se uma fase sedimentada contendo os analitos extraídos, a qual foi retirada com o auxilio de uma seringa e evaporada com nitrogênio, em seguida redissolveu-se em 100 µL de metanol, resultando em um fator de pré-concentração de 100 vezes.

A identificação, separação e determinação dos agrotóxicos foram realizadas por LC-ESI-MS/MS. Para o sistema cromatográfico, utilizou-se Coluna XTerra® MS C18 (3,0 mm x 50 mm, 3,5 µm) da Waters. Os componentes da fase móvel foram: Água Purificada + 0,01% de ácido fórmico e acetonitrila + 0,01% de ácido fórmico. A eluição foi feita no modo gradiente, com uma vazão variando de 0,2 a 0,4 mL min-1, resultando em um tempo de análise de 11 min.

3 RESULTADOS e DISCUSSÃO

O método foi validado avaliando-se curva analítica, linearidade limite de quantificação (LOQ), exatidão e precisão. As curvas analíticas foram contruídas através da curva trabalho, onde as amostras foram fortificadas em seis níveis de concentração a partir do LOQ de cada composto e submetidas ao processo de extração. A resposta do detector foi linear para todos os compostos, com coeficientes de correlação maiores que 0,999. Os valores de LOQ do método ficaram entre 0,005 e 0,5 µg L-1. A exatidão foi expressa em termos de recuperação e a precisão em termo de desvio padrão relativo (RSD). As recuperações variaram entre 102 e 120% com desvio padrão relativo variando entre 1,8 e 10,7%.

4 CONSIDERAÇÕES FINAIS

De acordo com os resultados obtidos, pode-se concluir que a DLLME mostrou ser uma excelente técnica de preparo de amostra, uma vez que apresenta as vantagens de ser rápida, eficiente e de fácil execução para extração e pré-concentração de agrotóxicos multiclasses em amostras de água mineral em baixos níveis de concentração.

REFERÊNCIAS

ANDREU, V. *et al*. Determination of pesticides and their degradation products in soil: critical review and comparison of methods. Trends in Analytical Chemistry, v. 23, p. 772–789, 2004.

REZAEE, M. *et al*. Evolution of dispersive liquid–liquid microextraction method. Journal of Chromatography A**,** v. 1217, p 2342–2357, 2010.