

Monitorização de pesticidas como poluentes emergentes em rios do nordeste de Portugal

G. Laender²; A. Ribeiro¹; P. Brito¹; P. Patrício²; A. Queiroz^{1*}

¹Instituto Politécnico de Bragança, Portugal; ²Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais, Brasil.

*amqueiroz@ipb.pt

Resumo

Pesticidas são micropoluentes emergentes utilizados na agricultura com o intuito de proteger as plantações de possíveis pestes e/ou doenças. A intensa aplicação destes pesticidas tem causado contaminação dos recursos hídricos. Deste modo, o estudo da qualidade dos recursos hídricos é atualmente uma área de investigação cada vez mais relevante.

Problema e questões de investigação | Objetivos

Para acompanhar o aumento do número de contaminantes e da complexidade dos mesmos nas matrizes aquosas, torna-se importante o desenvolvimento e otimização de novas metodologias experimentais para identificação e quantificação deste tipo de contaminantes emergentes.

Assim, o objetivo deste trabalho consiste no desenvolvimento de um método analítico baseado na extração em fase sólida (SPE) seguida por uma análise em cromatografia gasosa, acoplada a espectrometria de massa (GC-MS).

Pretende-se otimizar e validar o método, determinando as curvas de calibração para cada pesticida, os seus limites de identificação e quantificação, avaliar a repetibilidade e por fim monitorizar amostras reais de rios da região de Bragança.

Metodologia

A metodologia experimental engloba as seguintes etapas: (i) Otimização das condições operatórias em GC-MS: programa de temperaturas do forno, razão de split/splitless, utilização dos modos de deteção FullScan/SIM; (ii) Otimização das condições de extração por SPME/SPE: temperatura e tempo de extração, força iónica, valor de pH, tipo de solvente de eluição; tipo de fibra/adsorbente (iii) Validação do método analítico (determinação das gamas de linearidade, limites de deteção e quantificação, valores de repetibilidade e reprodutibilidade).

Apresentação e discussão dos dados

- O novo método para análise de pesticidas pretende ser uma alternativa mais expedita e mais económica aos métodos já existentes.
- Partindo da legislação brasileira e portuguesa e dos compostos a monitorizar no distrito de Bragança, foram seleccionados 11 pesticidas para estudo.
- Na primeira etapa de otimização do método de GC-MS foram testados alguns programas de temperatura assim como o tipo de solvente mais apropriado a cada pesticida de acordo com o seu valor de solubilidade.



2019
VI ENCONTRO
DE JOVENS
INVESTIGADORES



Resultados

A metodologia desenvolvida revelou-se adequada para a monitorização de 7 dos 11 pesticidas estudados. Os restantes pesticidas necessitam de métodos de derivatização para que possam ser identificados por cromatografia em fase gasosa. Os 7 pesticidas em estudo são o acetocloro, o alacloro, o heptacloro, o metolacoloro, o dimetoato, epoxiconazol e a terbutilazina.

Tabela 1 – Estruturas químicas dos pesticidas estudados

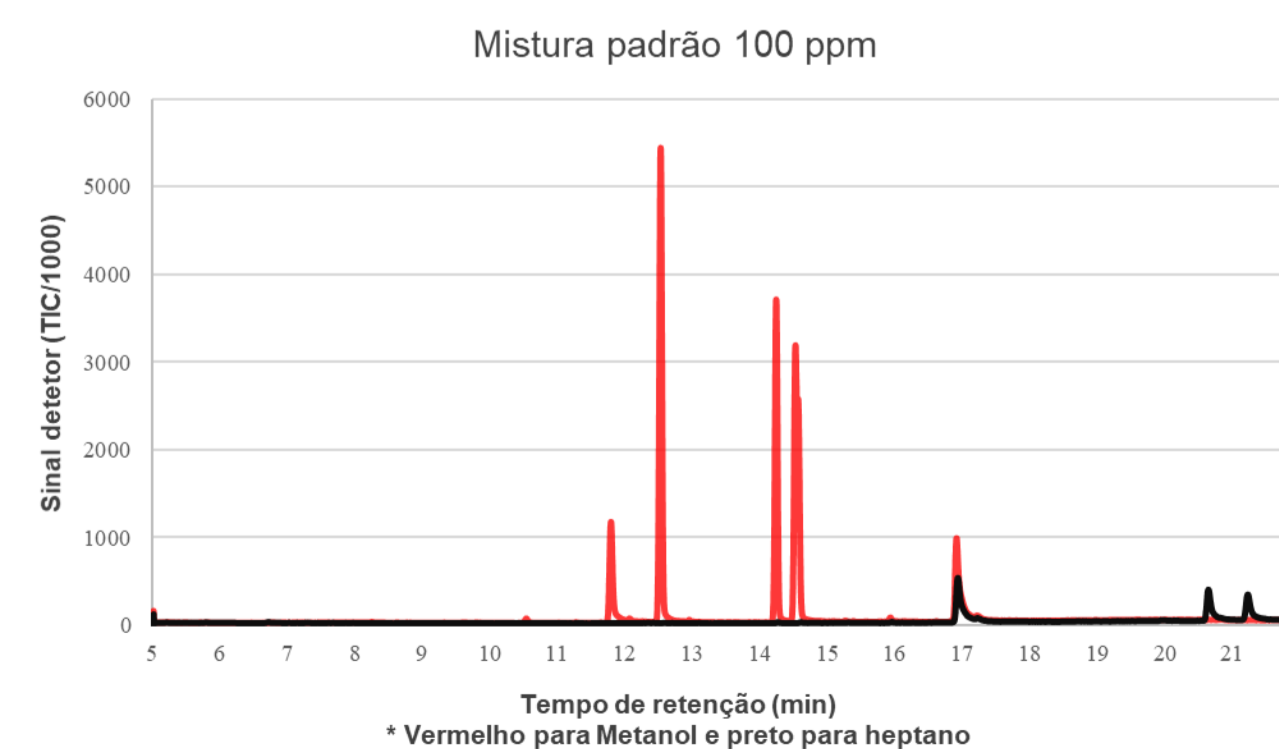
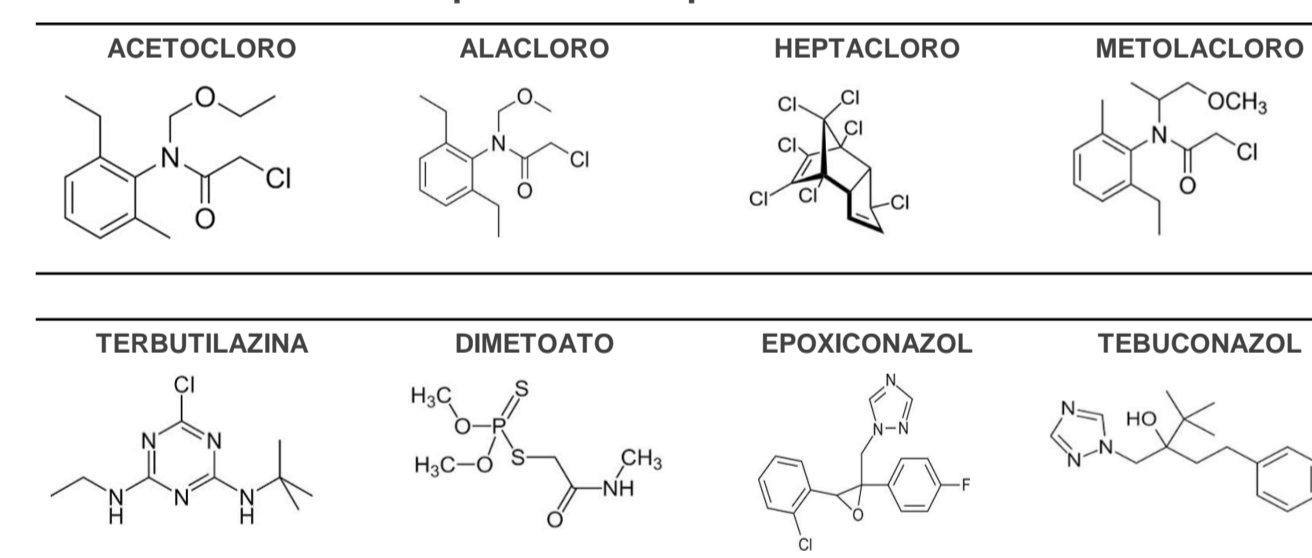


Figura 1 – Cromatograma para os pesticidas identificados neste estudo e apresentados na Tabela 2.

Conclusão

Foi possível na primeira parte do trabalho, realizar a identificação dos pesticidas por GC-MS assim como realizar alguns estudos preliminares com extração por fase sólida (SPE). Em breve pretende-se avançar para a validação do método de extração, com a determinação das eficiências de extração assim como validar o método de análise com a determinação das curvas de calibração e dos respetivos parâmetros estatísticos. Pretende-se que este método seja uma boa alternativa relativamente aos métodos já existentes.

Tabela 2 – Identificação dos pesticidas por GC-MS utilizando padrões analíticos.

Solvente	Pesticida	Tempo de retenção (min)
Metanol	Dimetoato	11,79
	Terbutilazina	12,54
	Acetocloro	14,24
	Alacloro	14,53
	Heptacloro	14,57
Heptano	Epoxiconazol	21,22
	Tebuconazol	20,66

Bibliografia

- FERREIRA, V. (2013). In: Poluentes emergentes e seus impactos em águas e solos, Porto, Requimte, 1.
- MONTAGNER, C.C., VIDAL, C., ACAYABA, R.D. (2017). Contaminantes emergentes em matrizes aquáticas do Brasil: cenário atual e aspetos analíticos, ecotoxicológicos e regulatórios, Química Nova, 40(9), 1094-1110.