



ESCOLA SUPERIOR AGRÁRIA
INSTITUTO POLITÉCNICO DE CASTELO BRANCO

**Determinação de Pesticidas Polares por Cromatografia
Líquida de Alta Pressão e Detecção por
Espectrofotometria Ultra Violeta – Visível em Águas
Potáveis e Preparação de Amostras por
Extracção em Fase Sólida**

**Engenharia dos Recursos Naturais e Ambiente
Relatório do Trabalho de Fim de Curso**

Nzinga KiKuvu Quaresma Raposo



CASTELO BRANCO

2005

ÍNDICE GERAL

1 – INTRODUÇÃO	1
2 – POLUIÇÃO E PESTICIDAS	2
2.1– Poluição das águas	2
2.1.1 – Ciclo hidrológico	2
2.1.2 – Poluição das águas	3
2.1.3 – Bioacumulação de poluentes	6
2.1.4 – Metabolismos	8
2.1.4.1 – Vias de absorção de pesticidas	8
2.1.4.2 – Distribuição e acumulação	11
2.1.4.3 – Biotransformações	12
2.1.4.4 – Excreção dos tóxicos	12
2.1.4.5 – Perigos e esclarecimentos	13
2.2 – Técnicas cromatográficas	13
2.3 – Preparação da amostra	14
3 – MATERIAIS E MÉTODOS	16
3.1 – Materiais	16
3.2 – Equipamento	19
3.3 – Métodos	20
3.3.1 – Escolha do comprimento de onda do detector	21
3.3.2 – Escolha do solvente para a preparação dos padrões	22
3.3.3 – Preparação dos padrões individuais de pesticidas (concentração≈ 1000 mg/L)	22
3.3.4 – Preparação de três padrões-mistura de concentrações de 10,50 e 100 mg/L.	22
3.3.5 – Simulação de uma amostra de água com concentração de 20 mg/L com todos os padrões e tratada por extracção em fase sólida (SPE)	23
3.3.6 – Escolha da melhor fase móvel	25
3.3.7 – Escolha do gradiente de concentração	26
3.3.8 – Rectas de Calibração	27
3.3.9 – Determinação das percentagens de recuperação e selecção	

das melhores colunas SPE	27
4 – RESULTADOS E DISCUSSÃO	29
4.1 – Escolha do comprimento de onda de trabalho no detector	29
4.2 – Escolha do solvente dos padrões	29
4.3 – Escolha da melhor fase móvel	30
4.3.1 – Acetonitrilo: Água	30
4.3.2 – Acetonitrilo: Acetato de Amónio $10^{-3}M$	32
4.3.3 – Metanol: Acetato de Amónio $10^{-3}M$	33
4.4 – Rectas de Calibração	37
4.5 – Determinação das percentagens de recuperação e selecção das melhores colunas SPE	40
5 – CONCLUSÕES	44
6 – BIBLIOGRAFIA	46
Agradecimentos	
ANEXOS	

RESUMO

Este trabalho foi realizado no sentido de implementar um método de análise para um conjunto de dezasseis pesticidas semivoláteis ocorrendo em águas potáveis, por cromatografia líquida de alta pressão (HPLC) com detector de ultravioleta visível (UUVIS) e com a preparação de amostras por extracção em fase sólida (SPE). Os pesticidas em questão foram o 2,4-DB da família dos fenoxiácidos, o Aldicarb, o Methomyl, o Oxamyl, o Carbaryl e o Carbofurano da família dos carbamatos, a Carbendazima da família dos benzimidazoles, o Isoproturon, e o Linuron da família das fenilureias, o Captan, Ioxinyl e o Benfuracarb. O método desenvolvido denominou-se método Labaqua.

Foram usadas amostras constituídas por água ultra pura (Milli Q) com diferente pH (pH=3, pH=7 e pH=11), adicionadas com os pesticidas referidos de modo a simular amostras reais de água contaminada e verificar a influência do efeito do pH nas recuperações. Durante o desenvolvimento do método determinou-se que a fase móvel mais adequada seria metanol: acetato de amónio 10^{-3} M com gradiente de concentração.

Para as amostras-simulação pipetadas contendo 10 µg/L de cada pesticida, os extractos obtidos nas colunas SPE contendo polidivinilbenzeno e N-vinilpirrolidano da Waters (Oasis-HLB), obtiveram taxas de recuperação razoáveis para a maioria dos pesticidas, entre 32,8 e 60,2 % com um desvio padrão inferior a 2,28, excepto para o Ioxinyl, Aldicarb, Benfuracarb e Abamectina.

Este método tem potencialidades para ser automatizado e é de grande interesse em laboratórios de rotina, porque usa menores quantidades de solvente.

Palavras-chave: HPLC com detecção UUVIS; extracção em fase sólida; pesticidas; análise de águas; taxas de recuperação