

RESUMO - CONTAMINANTES EMERGENTES E AGROTÓXICOS

DETERMINAÇÃO DO HERBICIDA PIROXASULFONA EM AMOSTRAS DE MEL UTILIZANDO A EXTRAÇÃO LÍQUIDO-LÍQUIDO COM PURIFICAÇÃO EM BAIXA TEMPERATURA (ELL-PBT)

Luma Soares Costa (lumascosta@gmail.com)

Carolina Freitas Schettino (carolinafschtettino@gmail.com)

Lázaro Chaves Sicupira (lazaro.sicupira@gmail.com)

Flaviano Silvério De Oliveira (flavianosilverio@yahoo.com.br)

A piroxasulfona é um herbicida pré-emergente indicado para combater plantas daninhas em batata, café, cana-de-açúcar, soja, milho, trigo dentre outras culturas. No Brasil, este herbicida teve sua autorização de comercialização e uso em 2020, sendo classificado como um agrotóxico de baixa toxicidade a humano, porém com elevado potencial de contaminação ambiental. Devido à sua recente inserção no mercado mundial de agrotóxicos, até o momento, são raros os estudos envolvendo o desenvolvimento de métodos de extração para o monitoramento deste herbicida em matrizes ambientais como a água, o solo e o mel. Por isso, o objetivo deste estudo foi otimizar e validar a extração líquido-líquido com purificação em baixa temperatura (ELL-PBT) para determinar resíduos de piroxasulfona em amostras de mel empregando a cromatografia em fase gasosa acoplada à espectrometria de massas (CG-EM). Este método se baseia em fortificar uma amostra de 4 g de mel com a solução de trabalho do herbicida e, deixar em repouso por 1 h para evaporação do solvente e interação do analito com a matriz mel. Em seguida, adicionam-se

4,00 mL de água ultrapura no frasco para diminuir a viscosidade do mel. Posteriormente, 8,00 mL da fase extratora foram adicionadas à amostra de mel fortificada, seguida de agitação em vórtex por 1 min. O sistema foi mantido a -20 °C por 1 h, com o objetivo de promover a separação das fases orgânica e aquosa por meio da solidificação da fase aquosa e do mel. A fase orgânica líquida foi transferida para um tubo de polipropileno contendo 0,500 g de sulfato de sódio anidro (Na_2SO_4), agitada em vórtex por 30 s e centrifugada a 4000 rpm por 5 min. Em seguida, 1,5 mL do extrato orgânico obtido foi transferido para um vial e analisado por CG-EM. Neste estudo, quatro fases extratoras foram avaliadas (acetonitrila, acetonitrila+acetato de etila 6,5:1,5, acetonitrila com 0,1% (v/v) de ácido fórmico e acetonitrila com 0,1% (v/v) de ácido acético). Após otimização, o método de extração foi validado em termos de seletividade, limite de quantificação, exatidão, precisão e efeito de matriz. Os resultados da otimização indicaram que, a fase extratora constituída por acetonitrila e acetato de etila atingiu as melhores taxas de recuperação ($103 \pm 9\%$) com menor número de interferentes. Os resultados de validação revelaram que a ELL-PBT foi seletiva, pois o cromatograma do extrato da matriz isenta deste herbicida não apresentou nenhum interferente no tempo de retenção da piroxasulfona. O método foi preciso e exato pois apresentou taxas de recuperação entre 101 e 111%, com desvio padrão relativo (DPR) inferior a 10%, ou seja, dentro da faixa de 70 a 120% e DPR menor que 20%, respectivamente. O limite de quantificação foi 3 $\mu\text{g kg}^{-1}$ e a faixa de linearidade foi de 3 a 225 $\mu\text{g kg}^{-1}$. Portanto, os dados obtidos neste estudo mostraram que a ELL-PBT é uma alternativa eficiente e segura para o monitoramento de resíduos de piroxasulfona em amostras de mel.

Palavras-chave: piroxasulfona; herbicidas piraziois; ell-pbt; contaminação de mel.