

## **BOLSISTA 1**

Dados do Plano de Trabalho	
Título do Plano de Trabalho:	Extração e quantificação de pesticidas em amostras de solos e alimentícias na bacia do rio Salgado.
Modalidade de bolsa solicitada:	PIBITI
Projeto de Pesquisa vinculado:	Desenvolvimento analítico para quantificação de resíduos de pesticidas em matriz ambientais e alimentícias por métodos cromatográficos.

### **1. OBJETIVOS:**

Obter informações sobre as condições ideais de extração e quantificação de pesticidas em solo e avaliar as condições de uso dos pesticidas pelo os agricultores e promover palestra sobre o uso correto dessas substâncias. Após a compilação das informações o bolsista irá realizar o tratamento geoestatístico dos dados obtidos durante o estudo e interpretação ambiental dos resultados observados.

### **2. MÉTODO:**

#### **2.1 Amostragem**

A amostragem será realizada de forma aleatória simples, marcando uma rede ou grade de pontos (grid) sobre a área. A distância, horizontal e vertical, entre os pontos da rede, não é fixa pois é subordinada ao tamanho da área a ser amostrada. A profundidade de coleta será de 0-10cm e de 10-20cm.

A quantidade de solo a ser coletado e de no mínimo 1 kg de solo argiloso e 2 kg de solo arenoso. Deve ser acondicionada em sacos plásticos em ambiente refrigerado, preferencialmente em gelo seco ou comum; o gelo comum normalmente é usado para armazenamento com tempo inferior a 24 horas, uma vez que após esse período quase sempre ocorre o degelo, aumentando o grau de dificuldade de transporte das amostras. Em seguida a esse procedimento, encaminhar a amostra o mais rápido possível para ser armazenada em câmara fria a 5°C. A análise deverá ser feita, preferencialmente, dentro de 7 dias. Se a previsão de análise for superior a esse período, deve-se congelar a amostra.

#### **2.2 Processamento das amostras para determinação agrotóxicos**

Para determinação dos pesticidas em amostras de solo e sedimentos, amostras de sedimentos superficiais (0 a 2 cm) serão coletadas nas estações e armazenadas em recipientes de alumínio e condicionados a baixa temperatura (4 ° C). Amostras de sedimentos secos (30 g) serão liofilizadas e submetidas a extração sólido-líquido assistida por sonicação usando uma mistura de hexano: acetato de etilo: DCM (1: 1: 1). As amostras serão purificadas (cleaned up) por cromatografia líquido-sólido usando adsorventes de sílica e alumina para a remoção de polímeros orgânicos, tais como alifáticos e compostos polares que causam interferência analítica (CAVALCANTE et al., 2012; OLIVEIRA et al., 2016). Uma coluna (1 × 50 cm) será

preenchida com 8,0 g de sílica, 4,0 g  $\text{Al}_2\text{O}_3(\text{s})$ , 2,0 g  $\text{Cu}(\text{s})$  e 1,0 g de sulfato de sódio em hexano. Os extratos foram então serão adicionados à coluna de clean up e eluídos com 100 mL de mistura (hexano: acetato de etila:DCM, 1:1:1) antes de ser concentrado em um sistema de evaporação para 1,0mL.

### **2.3 Caracterização e propriedades físico-químicas dos agrotóxicos investigados**

O conhecimento das propriedades físico-químicas dos agrotóxicos, bem como sua estrutura e massa molecular são fundamentais para realização de um estudo sobre a dinâmica no ambiente. Para elaborar o diagnóstico do risco de contaminação dos recursos hídricos, pelos princípios ativos utilizados na região de estudo, serão utilizados os parâmetros: solubilidade em água (S), coeficiente de adsorção à matéria orgânica do solo (Koc), pressão de vapor (PV), constante da Lei de Henry (Kh), produto da constante de dissociação ácida do composto (Pka), tempo de meia-vida no solo (DT50 solo) e na água (DT50 água), retirados do global availability of information on agrochemicals (<http://sitem.herts.ac.uk/aeru/iupac/>).

### **2.4 Padrões e solução estoque**

Os padrões analíticos dos pesticidas foram obtidos da empresa sigma – aldrich com 99% de pureza. As soluções estoque, formam preparadas nas concentrações de 10, 100 e 500 mg/l e as de trabalho, nas concentrações de 1,0; 0,5; 0,2; 0,25; 0,1; 0,03 e 0,02 mg/mL em solvente acetonitrila.

### **2.5 Método de extração por Ultrassom**

Pesar 2,5g de solo e colocado em tubo de centrífuga com capacidade para 50mL, depois adicionar 30mL de metanol grau HPLC, levar a mistura para o ultrassom por 30 minutos, em seguida levar para centrifugar por 5 minutos na velocidade de 3500 rpm, Repetir esse mesmo procedimento por mais duas vezes. O sobrenadante deve ser recolhido para um balão e ser levado para o rota evaporado até a secura, após secura ressuspendido em metanol, por fim filtra a amostras com filtro de 0,45  $\mu\text{m}$  para posterior análise no HPLC.

### **2.6 Método de extração por QuEChERS para determinação de agrotóxicos nos solos, sedimentos e em alimentos**

Para determinação de resíduos de pesticidas em solos serão adotadas metodologias já disponíveis e validadas, como a utilizando o método de extração QuEChERS (Quick, Easy, Cheap, Effective, Rugged and Safe) modificado (ANASTASSIADES et al, 2008) e Cromatografia gasosa acoplada a espectrometria de massas (GC-MS) (MARTINS et al., 2018). O preparo de amostra a ser empregado em um método analítico é dependente das características da matriz, das propriedades do analito e do nível de concentração da substância a ser determinada. Entre os vários métodos para extração de pesticidas em matrizes complexas destaca-se o método QuEChERS.

O método QuEChERS envolve uma extração inicial em acetonitrilo seguida de uma partição pela adição de sais (salting-out), e uma etapa de limpeza utilizando extração em fase sólida com adsorvente disperso. Este método é hoje o método de extração mais utilizado para a determinação de resíduos de pesticidas em amostras de alimentos, proporcionando percentagens de recuperações aceitáveis para pesticidas ácidos, neutros e básicos. O método de extração a ser testado para utilização em alimentos será o QuEChERS CEN 15662. Em virtude da disponibilidade instrumental da Central Analítica de UFCA, que possui um HPLC, buscaremos otimizar metodologia de análise para espécies químicas xenobióticas.

### 3. CRONOGRAMA:

**AT1:** Levantamento Bibliográfico

**AT2:** Planejamento do plano amostral e Formulação de questionário.

**AT3:** Aplicação do questionário.

**AT4:** Participar de treinamento de coleta e técnica de extração.

**AT5:** Otimização da metodologia de extração.

**AT6:** Otimização da metodologia de análise cromatográfica.

**AT7:** Coleta das amostras e análise

**AT8:** Coleta das amostras e análise

**AT9:** Coleta das amostras e análise

**AT10:** Coleta das amostras e análise

**AT11:** Tratamento do dados.

**AT12:** Relatório final

Nº	2019					2020						
	08	09	11	10	12	01	02	03	04	05	06	07
<b>AT1</b>	X	X	X	X	X							
<b>AT2</b>		X										
<b>AT3</b>			X									
<b>AT4</b>				X								
<b>AT5</b>					X							
<b>AT6</b>						X						
<b>AT7</b>							X					
<b>AT8</b>								X				
<b>AT9</b>									X			
<b>AT10</b>										X		
<b>AT11</b>											X	
<b>AT12</b>												X