

Validação do método de extração sólido-líquido com partição a baixa temperatura para validação de fipronil em amostras de açúcar cristal

Eduardo Moreira da Silva (IC)
Adilson Correia Goulart (PQ)

PIBC
CÂMPUS ITUMBIARA
adilson.goulart@ifg.edu.br

Palavras-chave: Determinação de Fipronil. Extração de agrotóxico. Análise em açúcar.

Introdução

O açúcar cristal é um dos produtos mais consumidos em todo o Brasil. O produto resulta do caldo da cana-de-açúcar (COSTA; BURNQUIST, 2019). Para garantir a boa produtividade da cana-de-açúcar muitos agrotóxicos são aplicados, um dos princípios ativos mais utilizados é o fipronil. Segundo o Instituto Brasileiro do Meio Ambiente e dos Recursos Naturais Renováveis (IBAMA), em 2020, somente no Estado de Goiás foram utilizadas mais de 198 toneladas do agrotóxico fipronil (IBAMA, 2020). Apesar dos processos industriais que ocorrem na produção do açúcar, resíduos de fipronil podem chegar até o produto final. Desta forma, o objetivo desta pesquisa foi otimizar e validar um método analítico para determinação de fipronil em açúcar cristal.

Metodologia

O método escolhido foi a extração sólido-líquido com partição a baixa temperatura (ESL-PBT) seguida de análise em cromatógrafo a líquido de alta eficiência. Foi elaborado um planejamento fatorial para avaliar o tipo de solvente e modo de agitação. Na otimização pesou-se 1 g de açúcar em 12 frascos seguidos da fortificação destas matrizes com padrão fipronil. Posteriormente, foi adicionado a cada sistema 2 mL de água e 4 mL de metanol ou acetonitrila. Logo depois os mesmos foram agitados em vortex ou banho ultrassônico. Em seguida os sistemas foram resfriados a -20 °C por 3 horas. O método foi validado pela avaliação da seletividade; Linearidade; Limite de detecção (LD); Limite de Quantificação (LQ); Precisão e Exatidão (SANTE, 2021). O método validado foi aplicado em amostras de açúcar coletados em supermercados da cidade de Itumbiara – GO.

Resultados e Discussão

Os efeitos dos fatores do planejamento fatorial ²² foram avaliados pelo teste t de Student ao nível de 95% de confiança e 5% de significância. Na Tabela 1,

são apresentados os efeitos dos fatores avaliados. Apenas o fator solvente orgânico foi significativo. Ao mudar o solvente acetonitrila para metanol houve uma redução de 32,45% na recuperação do fipronil.

Tabela 1. Efeito dos fatores do planejamento fatorial ²² avaliados na extração do fipronil em matrizes de açúcar

Fatores	Efeitos	Erros	p-Valor
1 Tipo de Agitação	-1,248	± 0,799	0,1569
2 Tipo de solvente	-32,45	± 0,799	1x10⁻¹⁰
Interação 1x2	-1,641	± 0,799	0,074

Os parâmetros de validação demonstraram que o método ESL-PBT é seletivo, linear, apresentando coeficiente de determinação $R^2=0,9987$, exato com porcentagens de recuperação entre 80% e 120% e preciso com desvio padrão relativo >20%. Além disso, foram estabelecidos baixos valores de LD (0,02 mg kg⁻¹) e LQ (0,07 mg Kg⁻¹). Levando-se em consideração o LD e LQ estabelecidos, as amostras de açúcar coletadas na cidade de Itumbiara – GO não apresentaram resíduos de fipronil.

Conclusões

O método ESL-PBT validado nesta pesquisa apresentou viabilidade econômica haja visto que com 4,0 mL de solvente e 1,0 grama de amostra foi possível determinar o agrotóxico fipronil no açúcar. Além disso, são necessárias poucas etapas para extrair o referido agrotóxicos nesta matriz. O estudo foi relevante e pesquisas similares devem ser consideradas.

Referências Bibliográficas

- COSTA, C. C; BURNQUIST, H. L. *Revista de Economia e Sociologia Rural*, v. 39, n. 4, p. 27-46, 2019.
- IBAMA. <http://iba.ma.gov.br/agrotoxicos/relatori-os-de-comercializacao-de-agrotoxico,2020>.
- SANTE. https://www.eurl-pesticides.eu/userfiles/file/EurlALL/SANTE_11312_2021.pdf, 2021.