

# ESTUDO DE TÉCNICAS ANALÍTICAS PARA A DETECÇÃO DO PESTICIDA DELTAMETRIM EM FORMULAÇÕES COMERCIAIS

Erika Emi Oide, José Oscar W. Vega Bustillos  
Divisão de Caracterização de Materiais – MEQ

## OBJETIVO

O objetivo deste trabalho é desenvolver uma metodologia analítica adequada para a detecção e quantificação do pesticida piretróide Deltametrim por meio da técnica analítica da cromatografia a gás acoplada a espectrometria de massa GC/MS.

## METODOLOGIA

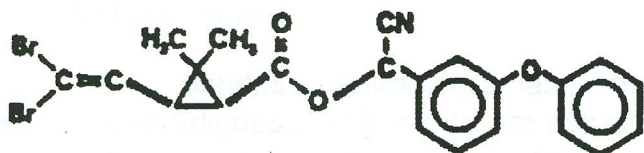
O Deltametrim é um pesticida da 2<sup>o</sup> geração do grupo dos piretróides, recomendado para uso agrícola e pecuário por ser imóvel nos minerais do solo, além de possuir uma vida média entre 1 a 8 semanas nesse meio.

Nomenclatura: Deltametrim

Fórmula molecular:  $C_{22}H_{19}Br_2NO_3$

Solubilidade na água (20°C): 0,002mg/L

Fórmula estrutural:



O pesticida Deltametrim foi diluída num solvente para ser analisado pela técnica da GC/MS. Neste caso o solvente mais adequado foi o Diclorometano grau cromatográfico. O pesticida foi analisado qualitativamente por dois métodos de ionização, o primeiro foi por impacto de elétrons. Esse método consiste no choque de elétrons acelerados contra as moléculas

do composto em questão. Nesse método a eficiência de detecção foi baixa no espectrômetro de massa devido à alta taxa de fragmentação do composto. Foi então realizado o método de ionização química, onde as energias envolvidas de ionização estão na ordem de 1 a 7 eV. Nesse método foi utilizado o gás metano como gás reagente, desta forma o íon do Deltametrim protonado foi detectado sem fragmentação molecular.

A quantificação do Deltametrim será realizada dentro dos parâmetros básicos das Boas Práticas de Laboratório e fixando uma metodologia para análise deste composto. É preciso que exista um procedimento padrão para que se possa realizar uma comparação das análises, e assim obter respostas mais precisas. A quantificação é baseada na proporção simples da quantidade do padrão com a amostra.

A contaminação de amostras antes e durante a análise é um ponto que deve merecer muita atenção, considerando a pequena quantidade de resíduos a serem determinados.

A calibração do equipamento depende do composto a ser analisado, no nosso caso, é preciso calibrar o espectrômetro de massa e o cromatógrafo a gás, para se obter a menor razão sinal ruído. Por meio deste procedimento, o limite mínimo de detecção do Deltametrim pela técnica da GC/MS será quantificada.

## RESULTADOS

O melhor resultado obtido, após a otimização do cromatografo e do espectrômetro de massa, explorando a injeção do tipo "split" e "splitless", a coluna cromatografica adequada, o fluxo de gás de arraste, temperatura do injetor, programação de temperatura da coluna cromatografica, parâmetros de ionização, voltagem do detetor de multiplicação de elétrons, faixa de unidades de massa atômica, aumentando assim o limite de detecção para 100 ppb para o íon do Deltametrim, ainda estamos em fase de melhoria deste resultado. O objetivo do limite de detecção é de 5 ppb.

## CONCLUSÕES

Para se adaptar as análises de Deltametrim nas Boas Práticas de Laboratório, foi estabelecido um programa que consiste em: melhorar os parâmetros do equipamento (CG/EM) e a preparação de padrões para análises quantitativas.

Os resultados anteriores a esse projeto estão sendo reavaliados, pois anteriormente, os parâmetros de pressão e fluxo de gás não foram explorados.

Na figura 1 é apresentado o cromatograma do Deltametrim pelo método de ionização química. O pico maior representa o pesticida Deltametrim.

Na figura 2 é apresentado um espectro de massa do Deltametrim por ionização química onde o composto aparece protonado.

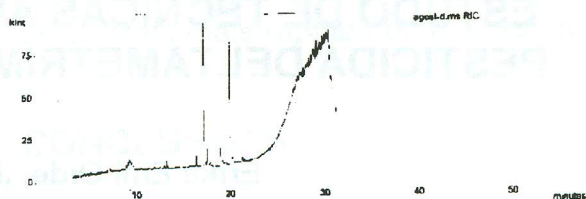


Figura 1: Cromatograma do Deltametrim

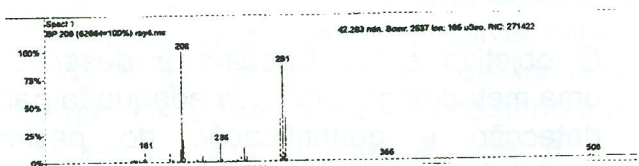


Figura 2: Espectro de massa do Deltametrim

## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] Garner, W.Y., Boas Práticas de Laboratório; ed. Qualitymark
- [2] Toledo, H..H.B.; Inomata, O.N.K.; Lemes, V.R.R.; Análises de Resíduos de Pesticidas; 1996.

## APOIO FINANCEIRO AO PROJETO

Programa Institucional de Bolsas de Iniciação Científica - PIBIC