

Determinação multirresíduos de herbicidas em água potável e de superfície por SPE e HPLC-DAD

Rafael Roehrs¹ (PG), Horácio Heinzen² (PQ), Ionara R. Pizzutti (PQ), Martha B. Adaime (PQ), Renato Zanella¹ (PQ)* rzanella@base.ufsm.br

¹ LARP, Departamento de Química, Universidade Federal de Santa Maria – UFSM.

² Universidad de La Republica (UDELAR), Montevidéu, Uruguai.

Palavras Chave: *herbicidas, água, HPLC-DAD, SPE*

Introdução

O objetivo do trabalho foi desenvolver um método rápido e adequado para a determinação simultânea de resíduos dos herbicidas bensulfuron, bentazone, bispiribac sódico, cyhalofop, metsulfuron metílico e pirasosulfuron etílico em amostras de água potável e de superfície. Estes herbicidas são bastante usados, principalmente em lavouras de arroz irrigado do Sul do Brasil e no Uruguai. O método envolve uma etapa de pré-concentração por extração em fase sólida (SPE) e a determinação por cromatografia líquida de alta eficiência com detecção por arranjo de diodos (HPLC-DAD).

Resultados e Discussão

Empregou-se um sistema HPLC-DAD HP série 1050, equipado com amostrador automático e bomba gradiente.

Avaliou-se os cartuchos SPE com os seguintes materiais: C18 (Bakerbond spe, 40 µm, 500 mg) e fase polimérica Oasis-HILB (30 µm, 200 mg). Os cartuchos foram condicionados com 2,0 mL de acetonitrila (2 x 1 mL) e 2,0 mL de água acidificada em pH 3 com ácido fosfórico.

Volumes de 250 mL de amostra foram passados pelos cartuchos, seguindo-se a passagem de nitrogênio para a secagem e a eluição com acetonitrila. Após evaporou-se o solvente e redissolveu-se em 0,2 mL de acetonitrila para obter-se um fator de pré-concentração de 1250 vezes.

Para a separação dos herbicidas empregou-se uma coluna Metachem e a fase móvel composta por acetonitrila (A) e água pH 3 (B), com o seguinte gradiente de eluição: tempo: 0 min, 48% A, vazão: 1 mL min⁻¹; tempo: 12-13 min, 80% A, vazão: 1,2 mL min⁻¹; tempo: 20 min, 80% A, vazão: 1,2 mL min⁻¹. A detecção por DAD foi efetuada em 220, 235, 240 e 247 nm.

Uma relação linear foi obtida entre a área dos picos e a concentração dos compostos na faixa de 0,1 a 10 mg L⁻¹, com valores de $r > 0,9989$. Os valores de LOD do instrumento são satisfatórios e ficaram entre

0,02 e 0,04 mg L⁻¹, já os valores de LOQ ficaram entre 0,06 e 0,12 mg L⁻¹.

A etapa de pré-concentração foi avaliada nos níveis de concentração 0,1, 0,3 e 0,5 µg L⁻¹ apresentando valores de recuperação aceitáveis para ambas as fase C18 e polimérica, com valores de precisão adequados para a análise de resíduos.

Considerando que a etapa de pré-concentração adotada, os valores de LOD do método ficaram entre 0,016 e 0,032 µg L⁻¹, e os LOQ entre 0,048 e 0,096 µg L⁻¹.

Conclusões

Os resultados obtidos permitem concluir que o método proposto para a análise multirresíduos de herbicidas, envolvendo a etapa de pré-concentração por SPE e quantificação por HPLC-DAD, é eficiente e rápido, permitindo a quantificação destes em níveis de concentração adequados para o controle destes poluentes em água potável e de superfície.

Agradecimentos

CNPq/CT-HIDRO (bolsa doutorado), Projeto ALFA / Comunidade Européia, UDELAR e UFSM