

Determinação de picloram em águas naturais empregando Cromatografia por injeção seqüencial (SIC).

Luciana Bagdeve de O. Santos (PQ)*, Carlos M.C. Infante (PG), Jorge Cesar Masini (PQ)

Instituto de Química, Departamento de Química Fundamental, Universidade de São Paulo. *lbagdeve@hotmail.com

Palavras Chave: picloram, SIC, espectrofotometria.

Introdução

Uma importante evolução da análise por injeção seqüencial (SIA) é a Cromatografia por injeção seqüencial (SIC) que incorpora características da cromatografia líquida de alta eficiência (HPLC). O SIC [1] é composto por uma bomba de pistão (pressão < 700 psi), coluna cromatográfica, válvulas e conexões que suportam a pressão, possibilitando separações cromatográficas rápidas com custo relativamente reduzido. As características típicas do SIA como robustez para o monitoramento de processos, implementação de diversas etapas antes da análise propriamente dita são mantidas no SIC com o aditivo da separação cromatográfica. O picloram (4-amino-3,5,6-trichloro-2-pyridinecarboxylic acid) é um herbicida organoclorado freqüentemente utilizado isoladamente ou associado ao 2,4-D, para o controle de ervas daninhas. De acordo com a agência de proteção ambiental dos EUA (EPA), o nível máximo permitido para esse contaminante em águas potáveis é de 0,5 mg L⁻¹ [2]. Embora bastante utilizado no Brasil, não existem regulamentações estabelecidas para o picloram em águas. A determinação do picloram em águas é usualmente realizada por cromatografia a gás (CG) ou cromatografia líquida (HPLC).

Nesse trabalho, desenvolveu-se um procedimento analítico para a determinação de picloram em águas naturais baseado em sistema SIC (Fig.1), com detecção por espectrofotometria.

Resultados e Discussão

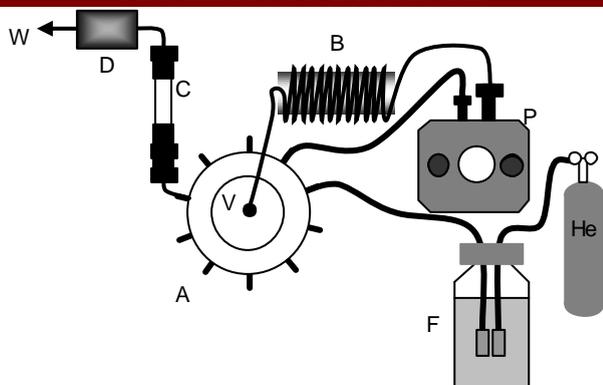


Figura 1. Diagrama de fluxos para determinação de picloram. V= válvula múltipla (10 portas); A= amostra; C= coluna monolítica, F= Fase móvel; B= Bobina

coletora de 50-cm; P= Bomba de pistão; D=Espectrofotômetro CCD; W: descarte.

Os parâmetros otimizados foram: composição da fase móvel (20:80 v/v acetonitrila: H₃PO₄ 0,005%), vazão da fase móvel (30 µL s⁻¹), volume de amostra 100 µL.

A resposta linear (Fig. 2) foi observada entre 0,25 e 5,0 mg L⁻¹ (r=0,9999). O limite de detecção para (3σ) e o coeficiente de variação para 0,25mg L⁻¹ (n=7) foram estimados em 0,033 mg L⁻¹ e 4,4 %, respectivamente.

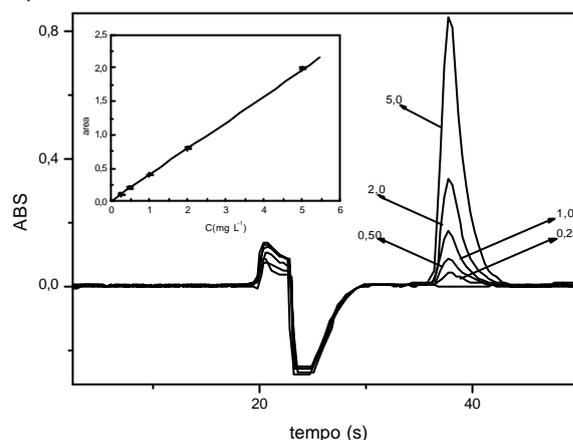


Figura 1. Curva analítica e cromatogramas obtidos, concentrações indicadas em mg L⁻¹

As determinações de picloram em amostras de águas naturais foram realizadas via detecção espectrofotométrica nas condições otimizadas. As amostras foram fortificadas com 0,5 mg L⁻¹ de picloram e a recuperação realizada utilizando a metodologia proposta que foi comparada com HPLC. Não houve evidência de diferenças significativas entre os métodos para 95% de confiança.

Conclusões

O procedimento proposto apresentou alta freqüência analítica e baixo consumo de solvente orgânico, sendo adequado para determinar o picloram em águas naturais.

Agradecimentos

A FAPESP e CNPq pelas bolsas e auxílios.

¹ Chocholou P.; Solich P.; Satínský D. *Anal. Chim. acta* **2007**, *600*, 129.

² <http://www.epa.gov/safewater/contaminants>, acessado 31/01/08.