

Determinação de atrazina, propazina e simazina em águas por cromatografia a líquido em fase reversa empregando coluna monolítica

Ricardo De Prá Urio¹ (PG)*, Carlos M.C. Infante¹ (PQ), Jorge Cesar Masini¹ (PQ)

¹Instituto de Química, Universidade de São Paulo, C.P. 26077, 05513-970, São Paulo, SP, Brasil

ricledzeppelin@yahoo.com.br

Palavras Chave: Determinação, coluna monolítica, coluna empacotada, HPLC/UV, triazinas

variaram entre 118 e 96% para simazina; 102 e 79% para a atrazina e 101 e 83% para a propazina.

Introdução

Determinações de triazinas por HPLC convencional usualmente empregam colunas empacotadas com partículas de sílica modificada com C₁₈ de 5 µm de diâmetro para efetuar as separações. Essas colunas trabalham em baixas vazões devido a limitações impostas pela pressão do sistema, o que pode tornar o tempo de análise demasiadamente longo. Atualmente existem no mercado colunas monolíticas que permitem realizar análises em vazões elevadas, mas sem perdas significativas da eficiência de separação. Esta é uma das principais vantagens oferecidas pelas fases monolíticas, ou seja, redução do tempo de análise sem comprometimento da resolução cromatográfica. Uma fase monolítica é um meio contínuo de separação, (fase ou suporte contendo uma “partícula única”), comumente em formato cilíndrico, que possui uma estrutura sólida e altamente porosa de pequenos domínios e canais relativamente grandes, que fornecem altas permeabilidades e eficiência de coluna, permitindo análises a altas vazões com baixa pressão.¹

Resultados e Discussão

A determinação de atrazina, propazina e simazina por HPLC/UV foi realizada utilizando uma coluna monolítica de 100 mm (Chromolith® Performance RP 18e, Merck KGaA). A detecção foi realizada por absorção UV em 223 nm. A fase móvel utilizada para a separação na coluna monolítica foi de 50:50 (v v⁻¹) metanol:acetato de amônio 1,25 mM pH 4,7 com vazão de 4 mL min⁻¹. O tempo de corrida (isocrática) para cada injeção foi de 4 min.

Tabela 1: Parâmetros analíticos avaliados a partir de curva analítica para a atrazina, propazina e simazina com concentrações entre 20 e 400 µg L⁻¹.

Padrão	Coluna monolítica						
	t _R (min)	k	R _s	LOD (µg L ⁻¹)	LOQ (µg L ⁻¹)	r	B
Simazina	1,02	1,55	1,62	6,67	22,22	0,996	28±1
Atrazina	1,60	2,99	4,43	3,69	12,80	0,999	59±1
Propazina	2,70	5,75	6,48	3,48	11,60	0,993	57±3

(t_R) tempo de retenção, (k') fator de retenção, (R_s) resolução, (r) coeficiente de correlação linear, (LOD e LOQ) limites de detecção e quantificação, (B) coeficiente angular da reta.

A Figura 1 mostra que as triazinas foram separadas entre si (R_s > 4), bem como se observou separação satisfatória entre a simazina e os componentes não retidos da matriz (R_s > 1,5). A exatidão do método foi avaliada por estudo de adição e recuperação da concentração de 50 µg L⁻¹ das triazinas em amostras de água de rio isentas dos herbicidas (Figura 1). Os valores de recuperação obtidos

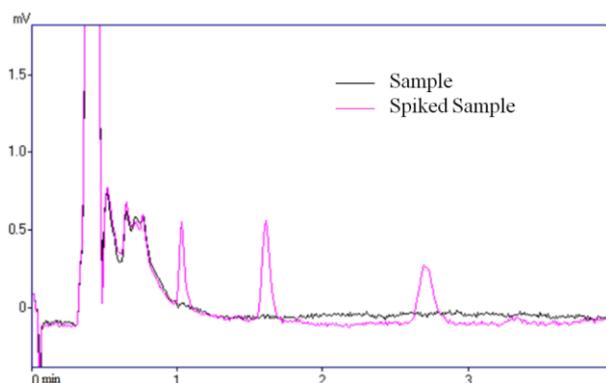


Figura 1: Cromatograma da amostra in natura e fortificada com 50 µg L⁻¹ de simazina, atrazina e propazina.

Em função dos valores de LOD e LOQ, conclui-se que para monitorar os níveis máximos de concentração permitidos pela Agência de Proteção Ambiental americana (EPA) em águas potáveis (3 µg L⁻¹ para a atrazina, 4 µg L⁻¹ para simazina e 10 µg L⁻¹ para propazina),² etapas de pré-concentração devem ser realizadas antes da análise. Essas etapas em geral também são necessárias quando se empregam colunas empacotadas convencionais.

Conclusões

Em comparação com uma coluna de fase reversa convencional de 150 mm de comprimento (partículas de 5 µm) a coluna monolítica permitiu uma significativa redução no tempo de análise (15 → 4 min) e altas vazões (1,2 → 4 mL min⁻¹) com baixa pressão (120 kgf.cm⁻²), mantendo excelente resolução entre a triazinas. Para atingir os níveis de concentração permitidos pela EPA, etapas de pré-concentração das amostras serão necessárias, independentemente do tipo de coluna.

Agradecimentos

Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de São Paulo (FAPESP), Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq)

¹ Faria, A. M., Bottoli, C. B. G., Jardim, I. C. S. F., Collins, C. H., *Quim. Nova* **2006**, 29 (2), 300-309.

² <http://www.epa.gov/waterscience/criteria/drinking/dwstandards.pdf>, acessado em outubro de 2009.