

Determinação fluorimétrica de glifosato e AMPA por cromatografia líquida em fase reversa automatizada por injeção sequencial.

Sandro de Miranda Colombo¹ (PG)*, Jorge Cesar Masini¹ (PQ).

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

s4795512@usp.br

Palavras Chave: Glifosato, AMPA, Cromatografia por Injeção Sequencial e Fluorescência.

Introdução

Glifosato é um herbicida não-seletivo, de ação pós-emergente, de amplo espectro de ação, sendo atualmente o herbicida mais utilizado no mundo.¹ Seu principal produto de degradação é o ácido aminometilfosfônico (AMPA), formado a partir de reações mediadas por microrganismos.²

A figura 1 mostra o sistema SIC ("Sequential Injection Chromatography") utilizado na separação de AMPA e glifosato após derivatização pré-coluna com os reagentes OPA-2MCE (o-ftaldialdeído e 2-mercaptoetanol), ClO⁻ 30,0 mg L⁻¹ e detecção por fluorescência.

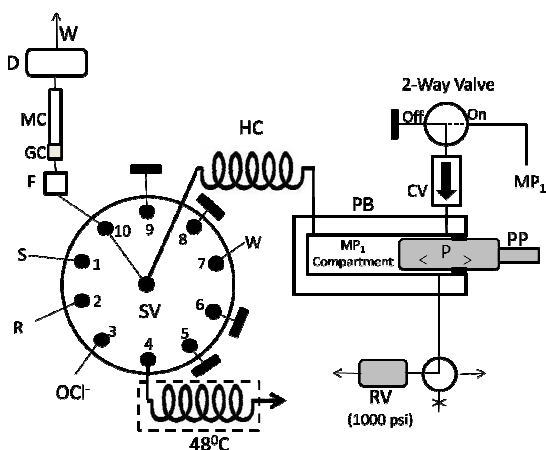


Figura 1: Equipamento SIC para realizar a separação por cromatografia líquida em fase reversa de AMPA e glifosato.

Os componentes são representados pelos símbolos PP = Bomba de pistão, P = Pistão, PB = Corpo da bomba pistão, CV = Check-Valve, RV = Válvula de Alívio (aberto à pressão > 1000 psi), HC = bobina de retenção (4 m de tubo de PTFE de 0,8 mm de diâmetro), W = Resíduos, SV = válvula seletora de 10 portas, F = filtro com 10 µm de porosidade, GC = pré-coluna monolítica C18, MC = coluna monolítica C18 (25 x 4,3 mm), D = detector de fluorescência ($\lambda_{ex.} = 340 \text{ nm}$, $\lambda_{em.} = 450 \text{ nm}$), S = amostra / solução-padrão, OCl⁻ = solução de Ca(OCl)₂ usada na conversão de glifosato em glicina no reator a 48°C, R = reagente (OPA 0,040 mol L⁻¹, 2-MCE 0,0572 mol L⁻¹, 10% (v v⁻¹) de etanol e tampão borato 0,40 mol L⁻¹ pH 9,5), MP1 = metanol: tampão fosfato na razão 20:80 (v v⁻¹), pH 3,4^a Reunião Anual da Sociedade Brasileira de Química

7,2. Retângulos pretos pequenos significam que a porta está fechada por um tubo de Teflon[®] sólido.

Resultados e Discussão

A figura 2 mostra os cromatogramas obtidos com soluções-padrões de glifosato e AMPA, assim como a curva analítica de calibração externa.

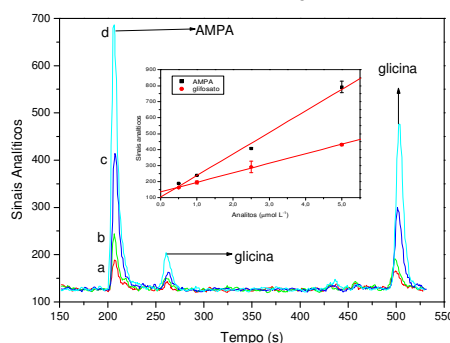


Figura 2: Cromatogramas de soluções-padrões de AMPA e Glifosato (como glicina). De "a" para "e" são representadas, as concentrações 0,5; 1,0; 2,5 e 5,0 µmol L⁻¹ após leitura do AMPA e glicina derivatizados com OPA-2MCE. Glifosato é convertido em glicina por reação com hipoclorito 30,0 mg L⁻¹ em pH 6,0.

As equações das retas analíticas para glifosato e AMPA são: $y = (60 \pm 2).x + (137 \pm 4)$ com $R = 0,9990$ e $y = (135 \pm 8).x + (104 \pm 23)$ com $R = 0,9964$, onde os termos "y" e "x" representam, respectivamente, as alturas de pico e as concentrações em µmol L⁻¹.

Conclusões

Limites de detecção < 0,50 µmol L⁻¹ (85 e 55 µg L⁻¹ para glifosato e AMPA, respectivamente), sugerem que o método pode ser aplicado para determinar esses compostos em águas de acordo com o limite estabelecido pela US-EPA, de 700 µg L⁻¹. A separação cromatográfica confere seletividade à determinação, eliminando, por exemplo, a interferência de substâncias húmicas.

Agradecimentos

FAPESP, CAPES e CNPq.

¹ Baylis, A. D., *Pest. Manag. Sci.* **2000**, 56, 299.

² Zelenkova, N. F.; Vinokurova, N. G. *J. An. Chem.* **2008**, 63, 871.