

## Determinação de ametrina em amostras de solo por CG/MS com injeção direta via Chromatoprobe

Magda A. S. Ramalho\* (PG), Rodnei Bertazzoli (PQ)- \*magda09@fem.unicamp.br

Laboratório de Engenharia Eletroquímica- DEMA/FEM, UNICAMP, R. Mendeleiev, 200, 13083-860, Campinas-SP

Palavras Chave: ametrina, análise de solo, cromatografia, injeção direta de amostra sólida

### Introdução

O Brasil está entre os maiores consumidores de agroquímicos. Dentro dessa classe de produtos, o consumo de herbicidas responde por metade da quantidade total de agroquímicos aplicados no solo. Neste cenário, a ametrina (2-etilamina-4-isopropilamina-6-metilto-s-triazina), é um herbicida intensamente utilizado como pré-emergente na cultura da cana-de-açúcar. O objetivo deste trabalho foi identificar a presença do herbicida ametrina em latosolo usando a técnica de CG-MS, com a introdução direta da amostra (Direct Sample Introduction-DSI) sem fazer uso de métodos de extração. Foi utilizado o acessório Chromatoprobe acoplado ao injetor 1079 num equipamento de CG-MS/MS tipo Íon Trap, Varian 450.

### Resultados e Discussão

Amostras de solo padrão, tratadas com peróxido de hidrogênio, lavadas e secas a 100 °C, foram dopadas com solução de ametrina. A solução estoque foi preparada com 10 mg de padrão de ametrina, dissolvida em 100 mL de metanol. Com isso, obteve-se a solução estoque de 1000 mg/L. Com essa solução foi feita a dopagem de amostras de solo em concentrações de até 50 µg/Kg. Para as determinações amostras de 2g de solo foram acondicionadas em um "vial" e inserida no injetor "chromatoprobe" na temperatura de 60 °C, assim permanecendo por 2 min. A seguir, a temperatura foi elevada a 140 °C a 20 °C/min, mantido por 1 min, finalizando o ciclo com a elevação da temperatura até 240 °C, a uma taxa de 200 °C/min. Paralelamente, a coluna inicia o ciclo a 50 °C e rampa de aquecimento de 20°C/min até 100°C, manutenção por 6 min e nova rampa de aquecimento de 100°C/min até 200°C. A corrente do filamento do espectrômetro de massas foi de 10 µA. Esse procedimento permitiu a obtenção de um pico bem definido da ametrina com tempo de eluição de em 16,5 min, conforme se observa na figura 1. A ametrina foi identificada no espectro de massas através do ion filho de relação m/z de 212 e do ion pai com m/z igual a 227 m/z.

A figura 2 mostra uma curva padrão obtida pela integração do pico da ametrina em várias concentrações. Essa curva será utilizada para quantificar o herbicida em solos reais que receberam previamente a solução de ametrina.

Serão analisadas amostras em função do tempo após a aplicação e em várias profundidades.

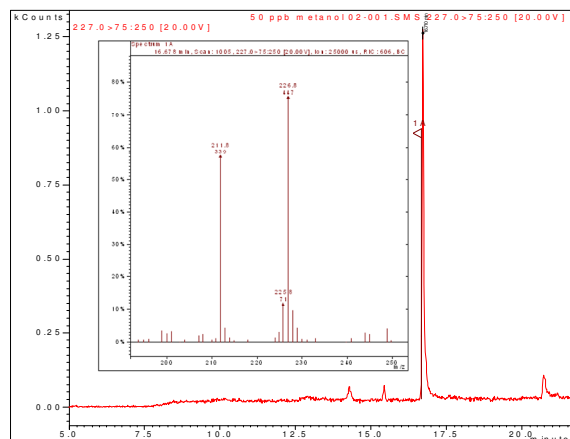


Figura 1. Cromatograma CG-MS/MS de amostra de solo, dopada com ametrina, em concentração de 25 µg/Kg eluindo no tempo de 16,5 min e identificada com espectro de massa da ametrina com ions filho 212 m/z e ion pai 227 m/z.

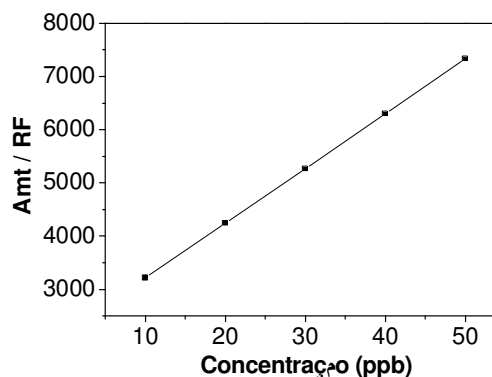


Figura 2. Curva padrão obtida pela integração dos picos de ametrina após a análise de amostras de solo padrão que receberam concentrações conhecidas.

### Conclusões

O injetor de sólidos permite realizar uma análise rápida sem a necessidade de qualquer tipo de extração. Quando combinado com a espectrometria de massas, as interferências da matriz são eliminados, tornando a identificação simples e clara. Foi possível identificar a ametrina com pico bem definido e alta intensidade.