

Extração de Glifosato em grãos de soja empregando dispersão de matriz em fase sólida e resina iônica com determinação por VPD

Douglas A. Ramalho¹(IC), Grasielli C. Oliveira¹ (PG), Eliana F.G.C. Dores² (PQ), Marilza Castilho¹ (PQ).

¹ GENMAT– Grupo de Eletroquímica e Novos Materiais - ²LARB – Laboratório de Análise de Resíduos de Biocidas - Universidade Federal de Mato Grosso Departamento de Química, Av. Fernando Corrêa, s/nº, Campus Universitário, 78060-900 *e-mail: drake.ramalho@gmail.com

Palavras Chave: glifosato, soja, resina iônica, DMFS.

Introdução

O glifosato (GLI) (N-Fosfonometilglicina) é um herbicida usado para o controle de uma variedade de ervas daninhas e devido a sua baixa toxicidade em mamíferos, se tornou um dos herbicidas mais utilizados no mundo, possui alta polaridade e ausência de grupos cromóforos, o que dificulta os métodos de extração e quantificação. Há décadas verifica-se um considerável interesse neste composto, devido a sua eficácia e modo de ação, como também no desenvolvimento de métodos de extração e determinação de resíduos de GLI em diferentes matrizes

Neste trabalho foi empregada a técnica dispersão de matriz em fase sólida (DMFS)¹, e a resina de troca aniônica² para extração do GLI em grãos de soja, com posterior detecção e quantificação utilizando voltametria de pulso diferencial (VPD) com eletrodo de gota pendente de Hg (HMDE)³.

Resultados e Discussão

Grãos de soja orgânica (Jasmine) foram triturados e peneirados em malha analítica de 50 mesh. Foi homogeneizada 0,5 g desta matriz fortificada com 10 ou 20 ppm do padrão glifosato a 1,5g dos adsorventes alumina e sílica, previamente ativados termicamente, e 1,0g para os adsorventes Septra CN e NH₂ da Phenomenex, em almofariz de ágata. A mistura foi transferida para tubos de filtração em vidro, e comprimida. Uma etapa de purificação foi realizada usando clorofórmio e ou diclorometano. Um volume de 20,0 mL de água Milli-Q foi percolado sob vácuo. O eluato aquoso foi tratado com carvão ativado seguido da etapa de derivatização do GLI para um composto N-nitroso eletroativo³, para sua determinação por VPD em HMDE, empregando um Analisador Polarográfico 663 VA Stand Metrohn® Swiss conectado a um Potenciostato Autolab PGSTAT 302. Um eletrodo de Ag/AgCl (KCl 3,0 molL⁻¹) e um eletrodo de carbono vítreo foram usados como referência e contra-eletrodo. Todas as medidas foram feitas em triplicata. Os adsorventes, alumina e sílica, nestas condições, mostraram-se ineficientes haja vista que não foi detectado GLI em nenhuma das replicatas. Para os adsorventes Septra CN e NH₂ estudos estão em andamento na seleção do eluente. Para a extração usando uma resina de

troca aniônica, tratou-se a resina com KOH e lavagem com água até neutralização. Foram acondicionados 20,0mL da resina em uma bureta. A farinha de soja foi fortificada com 10 e 20,0 ppm de GLI, e homogeneizada com água e diclorometano. Esta mistura foi agitada por 10 min, centrifugada a 4000 rpm por 20 min e o sobrenadante filtrado a vácuo. O filtrado foi percolado pela coluna e feita a eluição posterior com HCl 1,0 molL⁻¹, ambos a vazão controlada com auxílio de uma bomba peristáltica. Os eluatos das colunas foram tratados para derivatização do GLI e posterior análise por VPD, como mostrado na Fig. 1. O pico de redução do derivado nitroso do GLI aparece em ~-0,9V.

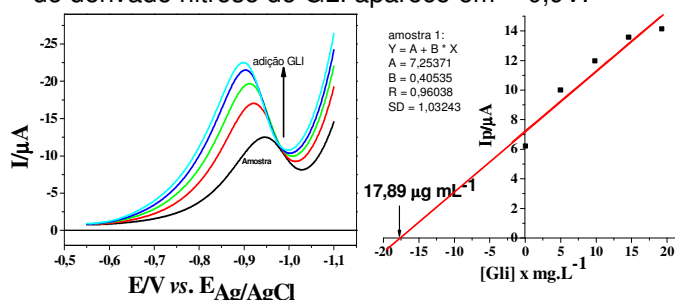


Fig. 1. Voltamogramas de pulso diferencial para o derivado do GLI e curva analítica de adição padrão.

A concentração encontrada de 17,89 ppm está próxima da concentração prevista de 20 ppm (recuperação 89,45%). Para a fortificação de 10ppm a concentração encontrada foi de 9,27 ppm (92,7% de recuperação).

Conclusões

A extração do GLI em grãos de soja empregando resina de troca aniônica se mostrou eficiente. Já com o emprego da técnica DMFS, novos estudos utilizando diferentes eluentes estão em andamento.

Agradecimentos

CNPq, FINEP e FAPEMAT Proc. n.º. 669428/2008

¹Barker, S. A.; Long, A.R.; Short, C. R.. *J. Chromatogr. A*, **1989**, 475, 353.

²Teofilo, R. F.; da Silva, G. A.; Reis, E. L.; Reis, C.; Paiva, J. F. S.; Kubota, L. T. . *Port. Electrochim. Acta*, **2008**, 26, 325-337.

³Friestad, H.O. e Bronstrad, J.O. *J. Assoc. Off. Anal. Chem.* **1985**, 68, 76-79.