



DESENVOLVIMENTO DE UM NOVO MÉTODO CLAE-EFS PARA A EXTRAÇÃO E QUANTIFICAÇÃO DO ÁCIDO 2,4- DICLORÓFENOXIACÉTICO E 2,4-DICLOROFENOL

*Marina Diaz Rodrigues¹, Maria Laura Videiro Schmitt², Murilo Ricardo Sigal Carriço²
Elton Luis Gasparotto Denardin³, Rafael Roehrs⁴.*

¹Autora Principal, Universidade Federal do Pampa, Uruguaiiana, RS, Brasil

²Coautor, Universidade Federal do Pampa, Uruguaiiana, RS, Brasil

³Coorientador, Universidade Federal do Pampa, Bagé, RS, Brasil

⁴Orientador, Universidade Federal do Pampa, Uruguaiiana, RS, Brasil

e-mail primeiro marinadiaz.aluno@unipampa.edu.br

INTRODUÇÃO: O ácido 2,4- diclorofenoxiacético (2,4-D) é um dos herbicidas usado no controle de plantas daninhas de folhas largas em ambientes agrícolas e não agrícolas. Devido a diversos casos de intoxicação resultante da deriva deste herbicida, estudos que simulam a descontaminação de águas com 2,4-D por fitorremediação foram realizados com sucesso. Entretanto ainda não existem estudos que avaliem a degradação do seu principal produto de degradação, o ácido 2,4- diclorofenol (2,4-DCP), conhecido por ter maior toxicidade que o 2,4-D. **OBJETIVO:** Desta forma, este trabalho tem o objetivo de desenvolver um método de extração e quantificação de 2,4-D e 2,4-DCP em água, como primeiro passo para investigar estratégias de descontaminação do 2,4-DCP. **MATERIAS E METODOS:** Inicialmente fortificamos amostras de 10 mL água com padrão analítico de 2,4-D e 2,4-DCP na concentração de 5 mg/L. Selecionamos 4 cartuchos de extração em fase sólida (EFS) para a extração dos compostos da água, Strata-X e C18-E (Phenomenex), InertSept C18 (GL Science) e Cleanert® ODS-C18 (Agela). Para o teste 1 utilizamos: condicionamento com 10 mL de metanol, água e água acidificada pH 3 com H₃PO₄ (1:1, v/v), percolação da amostra (10 mL), limpeza com 3 mL de água pH 3, eluição 10 mL de metanol posteriormente evaporado e ressuspendido em 1 mL de metanol (n=3). O teste 2, foi feito com os mesmos cartuchos, nas condições: condicionamento com 10 mL de acetonitrila (ACN) e de água pH3, percolação da amostra (10 mL), limpeza com 3 mL de água e eluição com 1 mL de ACN (n=3). Para o teste 3, repetimos o teste 2 acidificando a amostra com 100 µL de H₃PO₄ (n=3). Todas as amostras foram analisadas por cromatografia líquida de alta eficiência acoplada a detector de arranjo de diodos (CLAE-DAD) Young Lin 9100 e uma coluna C18 Inertsil ODS-3, 5 µm (4.6 x 250 nm), tendo como fases móveis água acidificada com ácido fosfórico pH 3 e acetonitrila (separadamente). A curva de calibração foi feita com 7 pontos (0,5, 2, 4, 6, 8, 10 e 12 mg/L) para ambos os compostos. Os parâmetros de validação avaliados foram, seletividade, linearidade e repetibilidade, além do limite de detecção (LD) e limite de quantificação (LQ)

RESULTADOS: O método cromatográfico desenvolvido é seletivo, tendo em vista a confirmação dos picos através do tempo de retenção, e espectro DAD, o método é linear com R^2 maior que 0,99 para ambos os compostos, limites de detecção inferiores a 0,39 mg/L além de se mostrar repetitivo com RSD de 1,75% e 3,11% para 2,4-DCP e 2,4-D respectivamente. Para o teste 1 a recuperação foi entre 78% e 119% para 2,4-D nos cartuchos avaliados, e recuperações de 2,4-DCP abaixo de 3%. Para o teste 2 as recuperações foram entre 78% e 99% para o 2,4-DCP, exceto o Strata-X, e baixas recuperações do 2,4-D abaixo de 45%. No teste 3 o cartucho ODS-C18 recuperou 98% e 103% de 2,4-DCP e 2,4-D, e para o cartucho C18-E de 72% e 111%. **CONCLUSÕES:** Os nossos resultados sugerem que o método cromatográfico é confiável e atendeu todas as etapas de validação. A respeito do método de extração, a adição de H_3PO_4 na amostra contribui para a recuperação dos analitos, desta forma a metodologia descrita no teste 3 foi a mais eficiente para extração de ambos pesticidas, 2,4-D e 2,4-DCP, em amostras de água fortificada.

Agradecimentos: Agradecemos ao apoio material e financeiro da Universidade Federal do Pampa, Capes, CNPq.

Palavras-chave: 2,4-D; 2,4-DCP; Extração em fase sólida; HPLC-DAD.