

A Ciência e os caminhos do desenvolvimento

RMN de ^1H no controle de qualidade de herbicidas e seu potencial uso para análises da água superficial

Thaís Ruy Aiolfi, Denise Saraiva Dagnino, Jan Schripsema

A ressonância magnética nuclear de hidrogênio (RMN de ^1H) é uma técnica utilizada para detectar compostos de forma rápida e não direcionada, com uma simples preparação de amostra. Os herbicidas, no Brasil, foi a classe de agrotóxicos mais comercializada no ano de 2017, compreendendo 58% do total. Destes, o glifosato e o ácido 2,4-diclorofenoxiacético (2,4-D), herbicidas pós-emergenciais utilizados em lavouras de cana-de-açúcar, foram os dois ingredientes ativos mais comercializados no país. Desta forma, pretendeu-se analisar com a RMN de ^1H os produtos comerciais (PC) que contém glifosato e 2,4-D, visando a identificação dos compostos ativos, suas impurezas, e obtendo o limite de detecção instrumental do aparelho, para que posteriormente as águas do Rio Paraíba do Sul, no município de Campos dos Goytacazes, sejam analisadas para a presença destes compostos. A metodologia de diluição dos produtos comerciais se desenvolveu da seguinte forma: 25 μL de cada PC foram adicionados em 600 μL de solvente (D_2O para o glifosato e DMSO-d_6 para o 2,4-D), que foram agitados em vortex, resultando em 600 μL de cada solução final. As análises foram feitas no aparelho Bruker *Avance III* operando à 500,13 MHz para ^1H , à temperatura de 25 $^\circ\text{C}$, com 100 scans. O espectro do PC que contém glifosato mostra a presença de glifosato como sal de isopropilamina e algumas impurezas na formulação. A relação de intensidade entre picos de glifosato e isopropilamina é de 1:1, com limite de detecção instrumental de 1,29 mg/L para o glifosato. Já o espectro que contém 2,4-D indica 2,4-D na forma de sal com dimetilamina, e ácidos 2,6-diclorofenoxiacético e 2,4,6-triclorofenoxiacético como impurezas da formulação. A relação de intensidade entre os picos de 2,4-D e dimetilamina é de 1:1, com limite de detecção instrumental de 1,02 mg/L para o 2,4-D. Os limites de detecção foram calculados para três vezes o tamanho do ruído. Com a RMN de ^1H foi possível a identificação de compostos conhecidos e não conhecidos na solução, e o limite de detecção deixa explícito a necessidade de uma etapa de pré-concentração para analisar as águas do Rio Paraíba do Sul com a técnica para atingir os limites legais de 2,4-D e glifosato na água doce, de 30 e 280 $\mu\text{g/L}$ respectivamente.

Palavras-chave: RMN de ^1H , Herbicidas.

Instituição de fomento: FAPERJ, CNPq, CAPES.