

SEPARACION Y DETERMINACION DE SULFONILUREAS EN UN SISTEMA DE ANALISIS POR INYECCIÓN EN FLUJO

Isidora Petkovic, Natalia González, Natalia Llamas, Carolina Acebal*

INQUISUR (UNS-CONICET)-Departamento de Química, Universidad Nacional del Sur, Avenida Alem 1253, B8000CPB, Bahía Blanca, Argentina.

*e-mail: cacebal@uns.edu.ar

Introducción

Los herbicidas de la familia de las sulfonilureas aplicados en pre y post emergencia eliminan un amplio número de malezas de hoja ancha y algunas gramíneas [1], y son comúnmente empleados en la región de Bahía Blanca para cultivos de maíz, girasol y soja. Su residualidad en suelos puede ser prolongada, dependiendo del pH del suelo. La presencia de estos herbicidas en el agua subterránea se debe principalmente a la lixiviación a través del suelo, aunque también pueden ser encontrados en fuentes de agua superficial debido a su uso inadecuado. Por ello, la determinación de este tipo de compuestos en cuerpos de agua empleados para consumo humano y animal es de gran interés.

La Cromatografía a Baja Presión (Low Pressure Chromatography, LPC) surge de acoplar columnas cromatográficas cortas a sistemas de Análisis por Inyección en Flujo (FIA) [2]. Esta metodología se presenta como una alternativa que permite la realización de separaciones simples sin una instrumentación compleja como la que se requiere para llevar a cabo un análisis por Cromatografía Líquida de Alta Eficiencia (HPLC) [3]. Esto ha abierto nuevas posibilidades en el campo del análisis en flujo ya que permite resolver fácilmente problemas relacionados con el análisis de muestras que contienen más de un analito de interés, los cuales pueden ser separados y detectados en un sistema en flujo. Además, los requerimientos operacionales para la implementación de este tipo de sistemas son menores que los exigidos para HPLC, y los tiempos de análisis, en la mayoría de los casos, son más cortos. Por otro lado, los costos de análisis disminuyen significativamente lo cual resulta de gran relevancia para los laboratorios de rutina.

El objetivo de este trabajo fue realizar la separación y determinación de nicosulfuron (NS), metsulfuron metil (MSM) y clorsulfuron (CS), herbicidas de la familia de las sulfonilureas, empleando LPC.

Resultados

Se diseñó un sistema LPC para llevar a cabo la separación de los analitos seleccionados. Para ello, se acopló una columna cromatográfica de 2,5 cm de longitud y 4,6 mm de diámetro (Chromolith Flash RP-18e, Merck) a un sistema FIA entre la válvula de inyección y la celda de flujo, situada en el espectrofotómetro (λ de trabajo 225 nm). La separación en el sistema LPC se llevó a cabo isocráticamente, empleando como fase móvil acetonitrilo/ácido acético 0,1% 25:75. Se realizó la optimización del caudal a emplear ($1,5 \text{ mL min}^{-1}$) y del volumen de inyección ($10 \mu\text{L}$). Bajo estas condiciones, se obtuvieron tiempos de retención de 154, 231 y 292 segundos para NS, MSM y CS, respectivamente.

El método propuesto presentó un intervalo lineal entre $3,0\text{-}7,0 \mu\text{g mL}^{-1}$ para los analitos estudiados y valores de RSD menores a 4,2% ($n=8$).

Conclusión

El método propuesto permite la separación y cuantificación de los analitos seleccionados empleando un sistema simple, rápido y de bajo costo, de fácil manejo y potencialmente portable.

Si bien el límite de detección del método se encuentra por encima de los valores permitidos para este tipo de muestras, el sistema propuesto puede ser acoplado de manera sencilla a un paso de preconcentración para alcanzar los valores deseados.

Referencias

[1] Brown H (1990) *Pesticide Science*, 29, 263-281

[2] Rodrigo Santos J, Rangel A (2012) *Analytica Chimica Acta*, 715, 57-63.

[3] Šatínský D, Solich P, Chocholouš P, Karlicek R (2003). *Analytica Chimica Acta*, 499, 205–214.