

**AVALIAÇÃO DE METODOLOGIAS CROMATOGRÁFICAS PARA
DETERMINAÇÃO DE GLIFOSATO E SEU METABÓLITO AMPA POR CL-EM**

SILVA, M. C.^[1]; BERTOLO, J. P.^[2]; SARZI, J. S.^[3]; FURES, E. A.^[4]; CARDOSO, M. G.^[5]; CABRERA, L. C.^[6]

A análise de glifosato em matrizes ambientais é um desafio devido às características físico-químicas da molécula, como elevada polaridade, baixa absorção na região do UV e dificuldade de ionização, que limitam sua detecção direta por técnicas convencionais. Para contornar essas restrições, a derivatização com cloreto de 9-fluorenilmetoxycarbonila (FMOC-Cl) é amplamente empregada, reagindo com os grupos amina do glifosato e de seu principal metabólito, o ácido aminometilfosfônico (AMPA). O presente estudo buscou avaliar e comparar diferentes metodologias cromatográficas acopladas à espectrometria de massas (CL-EM), a fim de selecionar o método mais sensível e seletivo para a quantificação de glifosato e AMPA em solução, especialmente após ensaios de adsorção. O procedimento iniciou-se com ajuste do pH das amostras para 9, utilizando solução tampão de borato ($0,4 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$). Em seguida, realizou-se derivatização com FMOC-Cl ($1 \text{ g}\cdot\text{L}^{-1}$ em acetonitrila), mantendo a mistura sob agitação por 30 minutos em ambiente protegido de luz, prevenindo fotodegradação. A extração foi feita com acetato de etila, seguida de centrifugação a 3500 rpm por 4 minutos. O sobrenadante foi filtrado em membrana de politetrafluoretileno ($0,22 \mu\text{m}$) e acondicionado em frascos de polipropileno para análise instrumental. Foram testadas quatro condições cromatográficas distintas. Na opção A, utilizou-se coluna C_{18} ($2 \mu\text{m} \times 2,0 \text{ mm} \times 100 \text{ mm}$) com fase móvel de água ultrapura e metanol, ambas contendo formiato de amônio, sob ionização negativa. A opção B manteve a fase C_{18} em dimensões reduzidas ($2,7 \mu\text{m} \times 3 \text{ mm} \times 50 \text{ mm}$) e, em modo de ionização positivo. Em ambas, a derivatização foi aplicada, com detecção dos íons em m/z 390 (glifosato) e 332 (AMPA). A opção C utilizou coluna Ultra-amino ($3 \mu\text{m} \times 50 \text{ mm} \times 30 \text{ mm}$), sem derivatização, operando com fase móvel de hidróxido de amônio e acetonitrila, apresentando íons característicos em m/z 168 (glifosato) e 110 (AMPA). Já a opção D fez uso da coluna Zorbax HILIC Plus ($2,1 \text{ mm} \times 50 \text{ mm} \times 3,5 \mu\text{m}$), com fase móvel composta por água ultrapura e acetonitrila, derivatização e ionização negativa, detectando os mesmos íons das opções A e B. As metodologias com colunas C_{18} (A e B) apresentaram baixa seletividade, com sinais interferentes que prejudicaram a quantificação em baixas concentrações. A coluna Ultra-amino (C) mostrou desempenho instável, devido ao uso de hidróxido de amônio, que ocasionou obstruções e comprometeu a reprodutibilidade. A coluna HILIC (D), por sua vez, apresentou maior equilíbrio entre sensibilidade, seletividade e estabilidade operacional, permitindo detecção confiável de glifosato e AMPA, com adequada separação dos interferentes. A associação da

^[1] Miqueias de Castro da Silva. Engenharia Ambiental e Sanitária. UFFS – *campus* Cerro Largo, miqueias.castro18@outlook.com

^[2] Jéssica Piovesan Bertolo. Mestranda do Programa de Pós-Graduação em Ambiente e Tecnologias Sustentáveis – PPGATS – UFFS – *campus* Cerro Largo, jsscbertolo@gmail.com

^[3] Janaina Silva Sarzi. Pós-Doutoranda, UFFS – *campus* Cerro Largo, janassarzi@gmail.com

^[4] Endi Adriano Fures. Mestrando do Programa de Pós-Graduação em Ambiente e Tecnologias Sustentáveis – PPGATS – UFFS – *campus* Cerro Largo, endiadrianofures@gmail.com

^[5] Manuela Gomes Cardoso. Doutora em Engenharia Química, docente na UFFS – *campus* Cerro Largo.

^[6] Lizziara da Costa Cabrera. Doutora em Química, docente na UFFS – *campus* Cerro Largo, Largolizara.cabrera@uffs.edu.br

derivatização com FMOC-Cl à análise por CL-EM utilizando a coluna HILIC demonstrou ser a estratégia mais eficiente para a determinação de glifosato e AMPA em soluções. Essa metodologia mostrou-se mais robusta, seletiva e sensível em relação às demais avaliadas, sendo a mais indicada para monitoramento ambiental e estudos envolvendo processos de adsorção.

Palavras-chave: Produtos de transformação, Poluente traço, Química analítica ambiental.

Área do Conhecimento: Ciências Exatas e da Terra.

Origem: Pesquisa.

Instituição Financiadora/Agradecimentos: FAPERGS.