

Desenvolvimento de método de extração com álcool isopropílico para determinação de benzeno, tolueno, etilbenzeno e xilenos em amostras de solo utilizando GC-FID

Jurema de Castro Souza (PG)^{1*}, Antônio Celso Spínola Costa (PQ)¹, Leonardo Sena Gomes Teixeira (PQ)², Paula Costa Santana (IC)².

¹ Instituto de Química, Universidade Federal da Bahia, 40170-290, Salvador - BA, Brasil. * jucastro@ufba.br

² Universidade Salvador - Unifacs, Av. Cardeal da Silva 747, 40220-141, Salvador - BA, Brasil.

Palavras Chave: BTEX, extração, GC-FID.

Introdução

Um grande problema para o meio ambiente é a contaminação do solo por produtos derivados do petróleo. Alguns poluentes como benzeno, tolueno, etilbenzeno e os xilenos (BTEX) têm contaminado frequentemente os solos, através do manuseio e estocagem inadequados de solventes industriais e vazamentos de tanques subterrâneos^{1,2}.

Uma larga variedade de técnicas de extração é usada para determinação de BTEX em solos: análise em *headspace*, purga e trapeamento, fluido supercrítico e solventes². A maioria destas técnicas tem a limitação de uso de pequenas quantidades de amostra (normalmente < 5g) e são de alto custo.

Neste trabalho foi realizado um procedimento de extração do BTEX em amostras de solo com álcool isopropílico, para posterior quantificação em cromatografia gasosa e detecção por ionização em chama. Foi realizada uma avaliação da técnica de extração através da determinação do percentual de recuperação dos analitos em diferentes solos, variância e precisão das medidas, tempos de estocagem e de agitação.

Resultados e Discussão

As amostras de solo foram contaminadas com adição de soluções sintéticas de BTEX em metanol diretamente no solo, na faixa de 12 a 200mg Kg⁻¹, e armazenadas por 1 dia à 4 °C, após 20 segundos de agitação. Os analitos foram extraídos adicionando 25 mL de álcool isopropílico e cerca de 5,0g de CaO em 5g de solo. As amostras foram agitadas por 15 minutos, usando bastão magnético. Após decantação, uma alíquota da solução sobrenadante foi filtrada e injetada no cromatógrafo. As determinações foram feitas em um cromatógrafo a gás equipado com uma coluna de sílica fundida com um revestimento CP-Sil PONA (100m x 0,25mm com 0,5µm de espessura) e detector por ionização de chama. A temperatura do injetor foi 200 °C e do detector 220 °C. O volume de amostra injetada foi de 1 µL numa razão split/splitless de 10:1.

Para a avaliação da eficiência da técnica de extração foram determinados os teores de recuperação dos analitos para os diferentes tipos de

solo: solo arenoso entre 90-118%, franco-arenoso 90-120%, argiloso 99-111% e muito argiloso 50-80%. A variância foi estimada entre 2 a 35, para diferentes tipos de solo e analitos. A precisão foi realizada em condições de repetitividade (n=6), nas concentrações de 12 e 200 mg Kg⁻¹ (extremos da contaminação), mostrada na Tabela 1.

Tabela 1. Precisão (%) nas concentrações 12 e 200 mg Kg⁻¹ em diferentes tipos de solo (n=6).

Analito	(1) 12 mg Kg ⁻¹ - (2) 200 mg Kg ⁻¹							
	arenoso		franco-arenoso		argiloso		muito argiloso	
	(1)	(2)	(1)	(2)	(1)	(2)	(1)	(2)
benzeno	5,0	3,7	5,7	4,2	2,3	3,8	7,2	5,5
tolueno	4,0	3,7	3,3	5,0	3,4	3,4	4,4	3,4
etilbenzeno	3,4	4,6	1,4	5,9	1,7	2,2	3,0	1,8
o-xileno	5,7	3,4	1,8	6,3	3,5	2,4	4,8	1,3
m-xileno	5,3	3,0	3,1	5,8	1,1	2,7	3,0	2,0
p-xileno	5,8	4,2	1,6	4,7	1,4	2,4	3,4	1,8

Foi realizado um teste de estocagem, em que as amostras contaminadas eram armazenadas por até 15 dias a 4°C. As melhores recuperações ocorreram quando as extrações foram feitas em até 6 dias de estocagem antes da extração. Um estudo do tempo de agitação durante a extração, com o uso de um bastão magnético, entre 1 a 30 minutos, estimou que as melhores recuperações foram em 15 minutos. Os limites de detecção para os analitos foram numa faixa de 5,0mg Kg⁻¹.

Conclusões

A técnica proposta mostrou-se eficiente, através das quantitativas recuperações, e precisa, para os diferentes tipos de solo estudado. Estes resultados indicam que a técnica pode ser satisfatoriamente aplicada na determinação de BTEX em solos contaminados por vazamentos de combustíveis ou outros solventes industriais.

Agradecimentos

Os autores agradecem o financiamento do CNPq.

¹ Kliest, J. J. G. Chemistry and analysis of VOCs in the environment, ed. Bloemen. 1993, p. 202-236.

² Meney, K. M.; Davidson, C. M.; Littlejohn, D. *et al.* Analyst. 2000, 123, 195.