

Otimização de Técnicas de Extração de Agrotóxicos em Solo para Análise por Cromatografia Líquida de Alta Eficiência (CLAE).

Lais S. R. Morais¹ (PG)*, Fernanda S. Pereira¹ (PG), Sonia C. N. Queiroz² (PQ), Isabel C. S. F. Jardim¹ (PQ). *Ismorais@iqm.unicamp.br*

¹Instituto de Química, Universidade Estadual de Campinas - UNICAMP, ² Embrapa Meio Ambiente, Jaguariúna, São Paulo).

Palavras Chave: extração, agrotóxicos, solo

Introdução

A determinação de agrotóxicos em baixas concentrações envolve uma ou mais etapas de preparação da amostra utilizando diferentes técnicas de extração e concentração, que visam isolar e concentrar os analitos de interesse. Uma técnica muito utilizada para a extração de agrotóxicos em solo é a extração líquido-sólido (ELS) com solventes. Porém, ela apresenta várias desvantagens como o consumo de volumes elevados de solventes tóxicos e tempo longo de extração. Atualmente, outros procedimentos de extração têm sido propostos, como a extração por ultrassom e à assistida por microondas. O objetivo deste trabalho foi fazer um estudo preliminar, avaliando e comparando quatro diferentes técnicas de extração de oito agrotóxicos em solos coletados em Mineiros, Goiás. Foram avaliadas as técnicas de ELS, extração por ultrassom e as extrações assistidas por microondas industrial e caseiro.

Resultados e Discussão

Para cada uma das técnicas de extração, o solvente e o tempo de extração foram otimizados e as condições que resultaram em melhores recuperações foram:

1) Extração líquido-sólido (ELS): 10 mL de acetato de etila e 1 mL de H₂O, pH 2,5, ajustado com ácido fosfórico. Tempo de agitação em rotor torque: 1h.

2) Extração por banho ultrassônico: 5 mL de acetona, 5 mL de acetato de etila e 2 mL de água, pH 2,5. Tempo no ultrassom: 1 h.

3) Microondas industrial: 10 mL de acetato de etila, 1 mL água, pH 2,5. Tempo de aquecimento: 2 min, potência do microondas: 200 W.

4) Microondas caseiro: 10 mL de acetato de etila, 1 mL água, pH 2,5. Tempo de aquecimento: 2 min, potência nominal do microondas: 20 W.

As amostras de solo (5 g), isentas de agrotóxicos, foram fortificadas 24 horas antes da extração, com 1 mL de uma solução de 50 µg L⁻¹, contendo os agrotóxicos imazetapir, nicossulfurom, imazaquim, carbofuram, atrazina, linurom, clorimurum-etil e diflubenzurom utilizados em culturas de milho e soja. Após a extração, os extratos foram

redissolvidos em 500 µL de acetonitrila, estabelecendo-se assim um fator de concentração da amostra de 10 vezes, tornando a concentração final da amostra em 500 µg L⁻¹, no caso de recuperações de 100 %. A separação dos compostos no cromatógrafo a líquido foi feita em modo gradiente, usando a fase móvel acetonitrila: água pH 3,0, ajustado com ácido fosfórico. Foi utilizada uma coluna e pré-coluna NovaPak C18, 4 µm (Waters) e detecção por arranjo de diodos. As recuperações obtidas com cada uma das técnicas de extração estão mostradas na Tabela 1.

Tabela 1. Recuperações, em porcentagem, obtidas com as quatro técnicas de extração.

Agrotóxicos	Recuperações (%)			
	1*	2*	3*	4*
imazetapir	92	84	86	85
nicossulfurom	97	112	112	98
imazaquim	104	111	95	81
carbofuram	95	78	85	95
atrazina	95	108	82	98
linurom	97	87	81	88
clorimurum	111	98	110	104
diflubenzurom	87	101	87	96

* Número referente à técnica de extração com as condições discriminadas no texto

Conclusões

Em todos os tipos de extração testados foram obtidos ótimos valores de recuperação para os agrotóxicos estudados, uma vez que se encontraram na faixa aceitável de 70 a 120 %. A quantidade e o tipo de solventes utilizados foram similares nos quatro tipos de extração. Nas ELS e por ultrassom foi necessário pelo menos uma hora de contato entre os solventes e o solo para se obterem boas recuperações. Com as extrações assistidas por microondas industrial e caseiro, o tempo foi extremamente reduzido, apenas 2 min de extração, resultando também em ótimas recuperações. Os resultados obtidos com o uso do microondas caseiro foram promissores, pois este equipamento é barato e de fácil acesso, sendo uma ótima alternativa às outras técnicas de extração.

Agradecimentos

Sociedade Brasileira de Química (SBQ)

CNPQ, Prodetab e Fapesp