

## Novo sorvente para extração em fase sólida para determinação de compostos orgânicos em água - Argila.

Gláucia M. F. Pinto<sup>1</sup> (PQ)\*, Talita K. T. Dias<sup>1</sup> (PG), Maria R. W. Maciel<sup>1</sup> (PQ)

<sup>1</sup>Universidade Estadual de Campinas, Faculdade de Engenharia Química, Departamento de Processos Químicos, Cidade Universitária, Campinas -SP, 13081-970, e-mail: gla-jef@uol.com.br.

Palavras Chave: pesticidas, EFS, argila

### Introdução

A preocupação ambiental nunca foi tão intensa como nos últimos tempos. Os compostos orgânicos, em especial os agrotóxicos, são aplicados em grande quantidade, são tóxicos e muitas vezes usados indiscriminadamente. O tratamento de amostras ambientais contendo agrotóxicos necessita de técnicas de extração e pré-concentração dos poluentes e posteriormente utilizam-se técnicas de separação, como cromatografia líquida (CLAE) e gasosa (CG), para quantificar e identificar os mesmos. Atualmente, a EFS – extração em fase sólida, tem sido bastante utilizada na primeira etapa do processo, porém os sorventes normalmente utilizados apresentam desvantagens, uma vez que possuem variabilidade em sua composição, dificuldade de regeneração, instabilidade a pH e altos custos.

Dessa maneira, o presente trabalho apresenta uma alternativa para preparo e determinação de amostras ambientais, contaminadas com poluentes orgânicos. Foi utilizada argila natural como sorvente sólido e um procedimento alternativo para reter os agrotóxicos persistentes clorpirifós e profenofós, visando isolar e pré-concentrar os mesmos em amostras de água.

### Resultados e Discussão

A recuperação dos agrotóxicos ( $R = \text{massa analisada} / \text{massa adicionada}$ ) foi determinada por cromatografia gasosa, utilizando coluna cromatográfica DB-17 (50% fenil e 50% polimetilsiloxano) de 60 m x 0,250 mm x 0,5  $\mu\text{m}$ . As temperaturas de análise foram: 240°C para injetor, 250°C para coluna e 260°C para detector (ionização em chama, FID), sendo o volume de injeção de 1  $\mu\text{L}$ . Os testes com argila foram comparados com extrações utilizando Celite, sílica e sílica recoberta com C-18.

Na etapa de otimização foram estudados os efeitos do ajuste do pH, da força iônica, a massa de sorvente e o solvente e volume utilizados na dessorção. O ajuste do pH é importante por interferir na solubilidade e retenção do composto e o ácido clorídrico permitiu melhores recuperações que o ácido fosfórico, sendo que a melhor condição foi obtida com pH 2,5, com recuperações de 10-14% maiores que as obtidas pelo

ácido fosfórico. O ajuste da força iônica das amostras foi realizado pela adição de 1,5 g; 5,0 g e 10 g NaCl, sendo que a melhor recuperação foi obtida com 10g, com resultados 6% maiores. A massa da argila também foi testada variando-se de 0,5 g para 1,0 g, sendo que 1,0 g permitiu que melhores recuperações fossem obtidas, quando se avaliou 500 mL de amostra. O aumento do volume de dessorção de 5 mL para 10 mL de acetona, permitiu extração 23-30% maiores que as obtidas com metanol. O procedimento desenvolvido atingiu recuperações de 100% para clorpirifós e 69% para profenofós, estando dentro dos valores de recuperação satisfatórios. Os testes com argila foram comparados com extrações utilizando celite, sílica e sílica recoberta com C-18 e os resultados para clorpirifós e profenofós foram: 37% e 10%; 19% e 6%; 129% e 112%, respectivamente.

### Conclusões

Foi possível selecionar, através de otimização de experimentos, as melhores condições e valores para o ajuste de pH, ajuste da força iônica, a massa de sorvente e o tipo e o volume de solvente de dessorção. A melhor extração foi obtida em pH 2,5 ajustado com ácido clorídrico, ajuste da força iônica com 1,0 g de NaCl e dessorção com 10 mL de acetona, com recuperação de 100% para clorpirifós e 69% para profenofós. A argila empregada como sorvente permitiu recuperações dentro dos limites aceitos para os agrotóxicos estudados apresentando, ainda, facilidade e baixo custo de aquisição e manipulação, comprovando ser uma boa alternativa para a utilização em EFS de amostras ambientais contaminadas com os compostos em estudo.

### Agradecimentos

FAPESP, Faculdade de Química da PUC-Campinas.