

Determinação de herbicidas em solos utilizando extração soxhlet e banho de ultra-som por HPLC/UV

Ricardo De Prá Urio¹ (PG)*, Clóvia Marozzin Mistura² (PQ), Jorge Cesar Masini¹ (PQ)

¹Instituto de Química, Universidade de São Paulo, C.P. 26077, 05513-970, São Paulo, SP, Brasil

²Instituto de Ciências Exatas e Geociências, Universidade de Passo Fundo, C.P. 611, Passo Fundo, RS, Brasil

ricledzeppelin@yahoo.com.br

Palavras Chave: Determinação, extração, solo.

Introdução

O uso cada vez mais frequente de pesticidas na agricultura pode deixar resíduos destes ou de seus metabólitos no ambiente. Assim, a determinação da presença e níveis de concentração destes resíduos nas diversas matrizes ambientais são fundamentais nos programas de monitoramento.¹

Ao realizar-se análise de uma matriz ambiental para determinação da presença de resíduos de pesticidas é importante que os compostos possam ser extraídos de forma eficiente produzindo informação correta sobre o grau de contaminação, principalmente quando as amostras são de solo. Os procedimentos de extração envolvem o preparo da amostra, a escolha dos solventes e a metodologia mais adequada para preservar os compostos de interesse.²

Resultados e Discussão

Foram avaliadas duas metodologias de extração. A extração por sistema Soxhlet e a extração por Banho de ultra-som. Utilizou-se como solvente nos dois procedimentos acetona e metanol 1:1(v/v). Os extratos foram encaminhados para HPLC/UV nas seguintes condições: coluna C₁₈; λ de 230nm; vazão de 0,8 mL min⁻¹; fase móvel de 60:40% metanol e água(v/v), a água foi acidificada com ácido fosfórico até pH 4,60; volume de injeção: 25μL, tempo de corrida de 30 min.

Os solos coletados em área não agrícola, foram fortificados com soluções contendo simazina e atrazina, com concentração de 0,5 mg kg⁻¹. Avaliaram-se as extrações, Soxhlet e banho ultra-som, testando-se a recuperação e a quantidade de amostra de solo de 2 e 5 g para o ultra-som e 5 e 10 g para o Soxhlet.

Os resultados (Tabela 01 e 02) para os procedimentos demonstraram que os pesticidas em estudo tiveram melhores recuperações na extração Soxhlet e com 10 g de solo.

Tabela 1: Recuperações obtidas para fortificação do solo 0,5 mg kg⁻¹ empregando-se extração em banho ultra-som.

Quantidade (amostra)	Fortificação (mg kg ⁻¹)	Pesticidas	Recuperação (%)				
			A	B	C	Média*	RSD (%)*
2 g	0,5	Simazina	101,58	100,89	99,96	100,81	1,10
2 g	0,5	Atrazina	82,53	78,76	78,85	80,04	2,51
5 g	0,5	Simazina	108,75	119,62	111,60	113,30	4,68
5 g	0,5	Atrazina	78,39	87,06	81,78	82,39	4,96

* n= 9; A, B e C valor médio das triplicatas; RSD = Desvio padrão relativo.

33ª Reunião Anual da Sociedade Brasileira de Química

Tabela 2: Recuperações obtidas para fortificação do solo 0,5 mg kg⁻¹ empregando-se extração em soxhlet.

Quantidade (amostra)	Fortificação (mg kg ⁻¹)	Pesticidas	Recuperação (%)				
			A	B	C	Média*	RSD (%)*
5 g	0,5	Simazina	86,74	80,59	80,45	82,59	4,93
5 g	0,5	Atrazina	106,04	99,91	106,18	104,05	3,54
10 g	0,5	Simazina	79,67	85,06	89,09	85,37	4,35
10 g	0,5	Atrazina	115,69	125,52	124,19	121,81	4,18

* n= 9; A, B e C valor médio das triplicatas; RSD = Desvio padrão relativo.

Observa-se que a extração por Soxhlet apresentou vantagem em relação à extração por ultra-som, com recuperações entre 82,59 e 121,81% para o nível de fortificação de 0,5 mg kg⁻¹, enquanto o ultra-som apresentou recuperações entre 80,04 e 113,30%.

Conclusões

Os resultados obtidos neste trabalho permitem concluir que os procedimentos propostos para a determinação dos pesticidas simazina e atrazina em amostras de solos, mostraram-se bastante eficientes. A repetitividade, reprodutibilidade e recuperação estão bem próximas nos dois procedimentos de extração, soxhlet e ultra-som, apresentado uma pequena vantagem para o primeiro.

Dentre a comparação efetuada dos dois procedimentos de extração avaliados, mesmo o sistema de extração Soxhlet tendo apresentado uma melhor recuperação, pode-se recomendar o uso da extração por banho de ultra-som, devido às inúmeras vantagens deste último sobre o primeiro, a saber: menor quantidade de solvente gasto (150mLx20mL), tempo de contato nos sistemas de extração (24 h x 30 min.) e a menor possibilidade de degradação dos analitos, pois no Soxhlet o solvente empregado está na temperatura de ebulição e entra em contato diretamente com o solo.

Agradecimentos

A Universidade de Passo Fundo (UPF) pela bolsa PIBIC-UPF e ao Lab. de Cromatografia do CEPA (Centro de Pesquisa em Alimentos) da UPF.

¹ Ying, G. G., Kookana, R. S., Mallavarpu, M. Release behavior of triazine residues in stabilised contaminated soils. *Environmental Pollution*. **2005**, 134, 71-77.

² Andreu, V., Picó, Y. Determination of pesticides and their degradation products in soil: critical review and comparison of methods. *Trends in Analytical Chemistry*. **2004**, 23 (10-11), 772-789.