

Extração de Agrotóxicos do Solo. Técnica de Agitação Mecânica versus Extração Assistida por Microondas.

Lais S.R. Moraes¹, Fernanda P. Sales¹, Priscila M. Lalli¹, Sonia C.N. Queiroz², Vera L. Ferracini², Marco A.F. Gomes², Isabel C.S.F. Jardim¹

¹ Instituto de Química, Universidade Estadual de Campinas (UNICAMP), Brazil

² Embrapa Meio Ambiente, Jaguariúna, Brazil

E-mail: lais.sayuri@gmail.com

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. Para a extração de agrotóxicos do solo usam-se, geralmente, as técnicas de extração líquido-sólido convencionais, tais como Soxhlet, extração por ultrassom e por agitação mecânica. Entretanto, estas técnicas são laboriosas, consomem muito tempo e solventes tóxicos. Outros procedimentos tais como a extração por fluido supercrítico e a extração assistida por microondas (EAM) têm sido mais estudadas e utilizadas nas últimas décadas e aplicadas com sucesso na extração de matrizes sólidas. Neste trabalho, oito agrotóxicos utilizados em cultura de milho e soja foram extraídos do solo utilizando as técnicas de extração por agitação mecânica e a extração assistida por microondas caseiro. A quantificação dos agrotóxicos foi feita por cromatografia líquida de alta eficiência com detecção por arranjo de diodos (CLAE-DAD) e as metodologias desenvolvidas utilizando as duas técnicas de extração foram validadas e comparadas.

O tempo de extração, os solventes e a potência do microondas foram previamente otimizados, e em ambos os procedimentos as amostras de solo fortificadas com os agrotóxicos foram extraídas com 10 mL de acetato de etila e 1 mL de água pH 2,5, ajustada com ácido fosfórico. A extração no microondas caseiro foi feita durante 1 min na potência nominal de 20 W e a extração por agitação foi feita por 2 h.

Os limites de detecção (LOD) e de quantificação (LOQ) do instrumento foram determinados com a própria matriz fortificada. As extrações foram feitas partindo-se de 5 g de solo, que foram concentrados a 500 μ L, resultando em um fator de concentração de 10 vezes. Os valores de LOQ do método para cada agrotóxico foram calculados com base neste fator de concentração e variaram de 3 a 20 μ g L⁻¹. As curvas analíticas para todos os agrotóxicos apresentaram um bom intervalo de linearidade com coeficientes de correlação maiores que 0,999.

Com as duas técnicas de extração foram obtidos ótimos valores de recuperação para os agrotóxicos estudados, uma vez que se encontraram na faixa aceitável de 70 a 120%⁽¹⁾. A quantidade e o tipo de solventes utilizados foram similares nos dois tipos de extração. Na extração por agitação mecânica foi necessário pelo menos duas horas de contato entre os solventes e o solo para se obterem boas recuperações (77 - 115%). Com a extração assistida por microondas, o tempo foi extremamente reduzido, apenas 1 min de extração, resultando também em ótimas recuperações (80 - 108%). Os resultados de repetitividade mostraram boa precisão para os dois tipos de extração, sendo que todos os valores de coeficiente de variação (1,1 - 7,4%) ficaram abaixo do limite recomendado de 20 %.

Considerou-se a técnica de extração assistida por microondas mais vantajosa em relação a por agitação mecânica, porque embora tenham apresentado valores semelhantes para as figuras de mérito, todas elas dentro dos limites aceitos na literatura, o método é extremamente rápido, igualmente simples e o equipamento empregado, microondas caseiro, é barato e de fácil acesso. Dessa forma, a extração assistida por microondas é uma ótima alternativa em relação às outras técnicas de extração para amostras sólidas.

1. RIBANI, M., BOTTOLI, C. B. G., COLLINS, C. H., JAROIM, I. C. S. F., MELO, L. F. C., Validação em Métodos Cromatográficos e Eletroforéticos, Química Nova, v. 27, p. 771, 2004.