

Comparação de três técnicas empregadas na extração de multirresíduos de agrotóxicos de uva in natura

Louise Lee da Silva Magalhães¹ (PG)*, Sonia Claudia do Nascimento de Queiroz² (PQ), Isabel Cristina Sales Fontes Jardim¹ (PQ). louise@iqm.unicamp.br

¹ Universidade Estadual de Campinas, Instituto de Química, LabCrom, Cidade Universitária Zeferino Vaz, CP: 6154, Campinas, SP, Brazil CEP 13083-970, ² EMBRAPA Meio Ambiente, Rodovia SP 340 - Km 127,5 CP: 69 Jaguariúna, SP, Brasil CEP: 13820-000).

Palavras Chave: Preparo de amostras, agrotóxicos, uva, ELL, EFS, método QuEChERS

Introdução

O preparo de amostra é frequentemente a fase crítica de um método multirresíduo, devido à diversidade de substâncias que podem ser extraídas e a ineficiência da extração dos analitos de interesse, aplicados em matrizes com características e composições próprias. Os agrotóxicos são moléculas de estruturas complexas, com características químicas diferentes, como polaridade e estabilidade, e muitas vezes se degradam rapidamente durante o procedimento analítico a seus metabólitos ou a outros produtos. Por estas razões, se faz necessário o desenvolvimento de métodos de preparo de amostras, cada vez mais eficientes e rápidos para determinações de analitos em matrizes complexas. A Extração Líquido-Líquido (ELL) apresenta recuperações satisfatórias para compostos apolares e de média polaridade, porém tem algumas desvantagens relevantes, como pode formar emulsões, requer grandes volumes de solventes, demanda longo tempo de extração e é de difícil automação.

A Extração em Fase Sólida (EFS), uma alternativa à ELL, exige pequenos volumes de solvente e é de fácil operação e automação. Dependendo do sorvente, pode ser empregada na análise de compostos polares e apolares.

O método QuEChERS apresenta como vantagens rapidez, simplicidade, baixo custo, eficiência, robustez, segurança, baixo consumo de solventes, além de cobrir uma ampla variedade de classes de agrotóxicos (com caráter ácido, básico ou polar).

Neste trabalho, foi feito um estudo comparativo entre as técnicas de preparo de amostra: ELL modificada, EFS e o método QuEChERS na extração dos agrotóxicos, ciproconazol, difenoconazol, fenarimol, tebuconazol e triadimefom, aplicados em culturas de uva, para posterior determinação por Cromatografia Líquida de Alta Eficiência (CLAE)

Resultados e Discussão

A ELL modificada resultou em recuperações de 35 – 110%, sendo adequados para a maioria dos

32ª Reunião Anual da Sociedade Brasileira de Química

agrotóxicos estudados. Porém, alguns compostos obtiveram recuperações baixas, possivelmente pela técnica envolver várias etapas, dificultando a repetibilidade dos resultados.

Empregando a EFS foram obtidos extratos mais limpos que o método da ELL modificada, permitindo recuperações e coeficientes de variação dentro do intervalo aceito na literatura (50 – 120 %, com coeficiente de variação (CV) ≤ 15 %). Isto apontou que o método é adequado para o preparo de amostra na matriz uva.

Com o método QuEChERS foi possível obter recuperações mais altas para todos os compostos estudados (82 – 115%). Estes resultados aliados às características de rapidez, eficiência de extração e menor número de etapas, colaboraram para seleção do método QuEChERS como a técnica de extração mais apropriada para ser aplicada aos agrotóxicos de interesse na matriz em estudo neste trabalho.

Tabela 1. Comparação entre os métodos de preparo de amostras empregados.

Preparo de amostra	Tempo* (h)	Quantidade de solvente (mL)	Descarte (mL)	Faixa de Recuperação (%)
ELL modificada	24	1330	1175	35-110
EFS	12	655	635	52-106
QuEChERS	8	50	40	82-115

* Refere a extração simultânea de cinco amostras

Conclusões

O método QuEChERS apresentou-se mais rápido, com menor consumo de solvente, menor produção de descarte, menor número de etapas e valores de recuperação mais altos que a ELL modificada e a EFS, sendo o mais indicado para a extração dos agrotóxicos estudados

Agradecimentos

CAPES, FAPESP, CNPq