

COMPARAÇÃO QUALITATIVA DA EXTRAÇÃO DE N-ALCANOS EM SEDIMENTOS ESTUARINOS

NUNES, Lucinéia Volter¹; HOLZ, Fabiana Priebe¹; SANCHES FILHO, Pedro José²

¹Acadêmicas em Gestão Ambiental do Instituto Federal Sul-rio-grandense. lucineiatri@yahoo.com.br; fabianaholz@gmail.com ; ² Professor do Departamento de Química do Instituto Federal Sul-rio-grandense. pjsans@ibest.com.br.

1 INTRODUÇÃO

Um estuário é um corpo d'água parcialmente encerrado, que se forma quando as águas doces provenientes de rios e córregos fluem até o oceano e se misturam com a água salgada do mar. Os estuários e as áreas circundantes são áreas de transição entre a terra e o mar, entre água doce e salgada. O ambiente é caracterizado por flutuações na salinidade, o que influencia diretamente a distribuição de contaminantes entre a água, biota e sedimento (Quináglia, 2006).

É reconhecida a importância dos sistemas estuarinos pela sua capacidade de depuração e pelo papel crucial que desempenham ao nível da sustentabilidade ecológica, através dos complexos processos físicos e biogeoquímicos que ocorrem e que proporcionam elevadas produtividades biológicas e abrigo para muitas espécies em idade juvenil (FERNANDES, 2001).

Os hidrocarbonetos derivados do petróleo são causa de grande preocupação ambiental devido à elevada toxicidade para os seres vivos, especialmente os hidrocarbonetos aromáticos que podem ser carcinogênicos e mutagênicos (FRONZA, 2006). O estudo de hidrocarbonetos alifáticos, em especial os n-alcenos, pode ajudar na identificação da origem da matéria orgânica em ambientes aquáticos, já que são utilizados como biomarcadores e indicadores de poluição por petróleo.

A extração de hidrocarbonetos em amostras sólidas pode ser realizada por diferentes métodos, sendo eles: extração em fase sólida (SPE), micro extração em fase sólida (SPME), extração acelerada por solventes (ASE), extração ultra-sônica (UE), extração super-crítica (SFE), extração por fluido supercrítico (EFSC), extração por soxhlet.

A extração do analito em amostras sólidas continua sendo um passo crítico na análise de contaminantes. Vários são os aspectos que devem ser levados em conta: seletividade para os componentes de interesse, recuperação do analito, volume do solvente orgânico necessário, toxicidade do solvente, tempo de extração e número de passos de *clean-up* requeridos após a extração (COTTA et. al, 2009).

A extração em Soxhlet é um dos métodos recomendado pela EPA para a extração de compostos orgânicos semi-voláteis e não voláteis de matrizes sólidas. Esta extração tem sido por muitos anos o método padrão para preparar um extrato de solvente das matrizes sólidas contendo Hidrocarbonetos. Contudo, o procedimento é tedioso, pois o tempo de extração é longo, com aproximadamente 16 h ou mais, requer uma grande quantidade de solvente e pode, ainda, degradar compostos termicamente lábeis (COTTA et.al, 2009).

Já a extração por ultra-som ocorre em um curto espaço de tempo (cerca de 90 min) e oferece boa recuperação dos analitos, por meio de um equipamento simples e de fácil operação. Além disso, para melhorar a recuperação, usa-se um solvente

polar, como a acetona, minimizando-se, assim, a necessidade da secagem das amostras antes da extração (COTTA et.al, 2009).

Dessa forma, o trabalho tem por objetivo uma comparação entre os métodos de ultra-som e Soxhlet para extração de n-alcanos em sedimentos estuarinos da região da barra do Saco do Laranjal-Pelotas-RS. Nesta fase do trabalho foi realizada apenas uma análise qualitativa, ou seja, foi determinado somente a natureza dos compostos extraídos.

2 METODOLOGIA

O ponto escolhido para amostragem encontra-se na região estuarina da Laguna dos Patos, na praia da Barra do Saco do laranjal, em frente a desembocadura do Canal São Gonçalo na Laguna. A coleta de sedimento foi feita com uma Draga do tipo Van Veen, na interface sedimento/água até uma profundidade de 10 cm. As amostras foram armazenadas em frascos de vidro, previamente descontaminados, e encaminhados ao laboratório sob temperatura de 4 °C.

A extração dos analitos, foi realizada a partir de 20g de amostra úmida, em banho de ultra-som, utilizando como solvente uma mistura de hexano e acetona 1:1(100 mL) em 3 ciclos de 30 minutos, com uma filtragem a cada ciclo, totalizando 300 mL de solvente (EPA 3550, 1996).

A extração em soxhlet se deu conforme metodologia da EPA 3540. Segundo essa metodologia, é utilizada uma mistura de acetona/hexano 1:1, por 16 horas, com volume total de 260 mL de solvente.

Depois de secos, ambos os extratos foram fracionados em uma coluna líquida preparativa para obtenção da fração de hidrocarbonetos alifáticos, seguindo metodologia da UNEP, 1992.

A identificação dos n-alcanos foi feita por cromatografia gasosa, em Cromatógrafo East & West Analytical Instrument com detector FID, modo *splitless* e o padrão comparativo para hidrocarbonetos saturados (C8 à C40) em concentração 40 mg.L⁻¹ em n-hexano da Fluka Analytical.

3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

A figura 1 apresenta os cromatogramas dos extratos obtidos pelos métodos de ultra-som e Soxhlet.

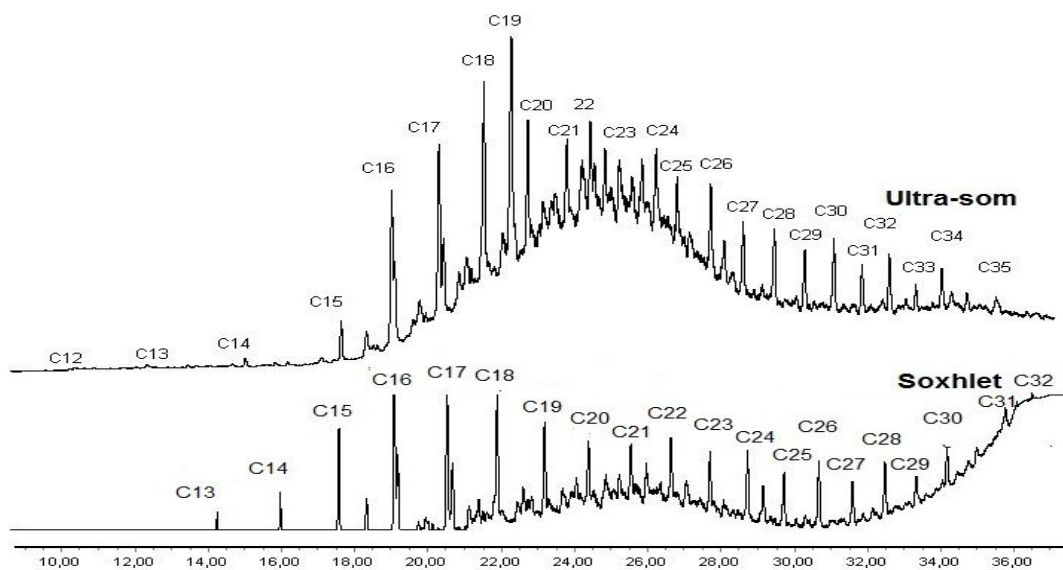


Figura 1- Cromatogramas resultantes das extrações de ultra-som e Soxhlet.

O perfil dos cromatogramas submetidos a diferentes tipos de extração não apresentou diferenças significativas, sendo que o ultra-som apresentou n-alcenos que variam de nC12 a nC35 e o soxhlet de nC13 a nC32.

Como já observado por Emídeo & Dórea 2010, o método de ultra-som para a determinação de n-alcenos em sedimento, demonstrou ter eficiência comparável ao método de Soxhlet na análise de amostras de sedimento do rio Japarutuba. Além disso, tem baixo custo, menor tempo de extração e versatilidade, que conferem à técnica por ultra-som uma alternativa na determinação de hidrocarbonetos em amostras ambientais sólidas como solo e sedimento. Entretanto, o método de ultra-som aumenta a exposição do analista aos solventes utilizados no processo e a quantidade de solvente utilizada é maior. Já na extração por soxhlet essa exposição é menor.

O método de soxhlet teve eficiência maior na extração dos n-alcenos de baixo peso molecular, essa característica pode ser explicada devido ao circuito ser fechado que diminui as perdas dos compostos.

4 CONCLUSÃO

A análise qualitativa permitiu observar que o método de soxhlet é mais eficiente na identificação dos compostos mais leves enquanto que o método de extração por ultra-som permitiu a identificação de hidrocarbonetos mais pesados. No geral as duas técnicas apresentam o conjunto de hidrocarbonetos majoritários semelhantes. Destaca-se a faixa de C15 a C19 como a faixa de hidrocarbonetos de origem biogênica, como algas, e de origem antrópica, como resíduos de combustíveis.

5 REFERÊNCIAS

COTTA, Jussara; REZENDE, Maria; LANDGRAF, Maria Diva. Avaliação de solventes de extração por ultra-som usando-se cromatografia líquida de alta eficiência para a determinação de hidrocarbonetos policíclicos aromáticos em solos contaminados. **Química Nova**, São Paulo, vol.32 no.8, 2009.

FERNANDES, Luís. **Transporte de poluentes em estuários**, 2001. Trabalho Final de Curso da Licenciatura em Engenharia do Ambiente. Instituto Superior Técnico. Lisboa, 2001.

FRONZA, Lice. **Capacidade de Liberação de Hidrocarbonetos dos Sedimentos de Áreas Contaminadas do Estuário da Lagoa dos Patos – RS**, 2006. Dissertação de Mestrado em Oceanografia Física, Química e Geologia. Fundação Universidade Federal de Rio Grande. Rio Grande, 2006.

Quinágua, G. A. 2006. **Caracterização dos Níveis Basais de Concentração de Metais No Sedimento do Sistema Estuarino da Baixada Santista**. Tese de Doutorado. Instituto de Química, Universidade de São Paulo –USP. 269p.