

# Otimização Multivariada da Análise de Agrotóxicos Organofosforados em Leite por HS-SPME/GC-MS

Frederico de Medeiros Rodrigues<sup>1,2</sup> (PG), Fábio Santos de Oliveira<sup>1</sup> (PQ), Cláudio da Costa Martins<sup>1</sup> (IC), Pedro Afonso de Paula Pereira<sup>1\*</sup> (PQ), Jailson Bittencourt de Andrade<sup>1</sup> (PQ) \* pedroapp@ufba.br

<sup>1</sup>Núcleo de Excelência em Química Analítica (NQA), IQ- UFBA, <sup>2</sup>Empresa Baiana de Desenvolvimento Agrícola SA.

Palavras Chave: leite, organofosforados, planejamento fatorial.

## Introdução

O leite destaca-se como importante componente da dieta humana, aspecto este que o coloca no topo da cadeia alimentar. É também um relevante indicador de contaminação do gado e de poluição ambiental devido à utilização de agrotóxicos no sistema produtivo agropecuário.

O presente trabalho tem como objetivo a otimização de um método analítico para determinação de resíduos de agrotóxicos organofosforados em leite por HS-SPME/GC-MS.

## Resultados e Discussão

Para otimização multivariada do sistema em estudo foi projetado um planejamento fatorial fracionário  $2^{7-3}$ , onde os níveis das variáveis escolhidas foram avaliadas e encontram-se listados na Tabela 1.

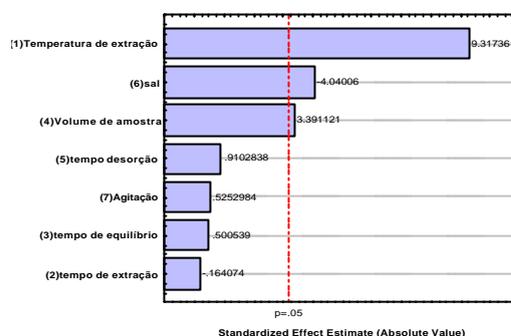
**Tabela 1.** Níveis empregados no planejamento experimental.

| Variáveis                    | Nível |      |
|------------------------------|-------|------|
|                              | (-)   | (+)  |
| Temperatura de extração / °C | 50    | 90   |
| Tempo de extração / min      | 30    | 60   |
| Tempo de equilíbrio / min    | 20    | 60   |
| Tempo de desorção / min      | 1     | 5    |
| Volume da amostra / mL       | 6     | 12   |
| Porcentagem de sal (m/v)     | 0     | 5    |
| Agitação                     | Baixa | Alta |

A resposta empregada na otimização multivariada foi a soma das áreas dos picos referentes aos organofosforados avaliados (Demeton-O, Sulfotep, Demeton-S, Diazinon, Disulfoton, Metilparation, Malation, Paration e Etion), previamente adicionados. A extração foi efetuada no *headspace* da amostra empregando fibra PDMS-DVB de 65  $\mu$ m (Supelco, Bellefonte-USA), previamente selecionada.

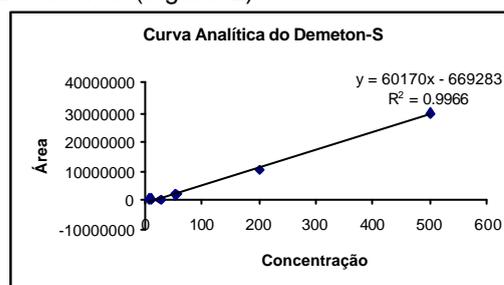
A partir da análise dos resultados obtidos empregado o software Statistica 7.1 (Statsoft) obteve-se o gráfico de Pareto (Figura 1), onde verificou-se que as variáveis significativas foram a temperatura de extração, volume da amostra e teor de sal. O gráfico de Pareto indicou que para aumentar o sinal analítico seria necessário aumentar a temperatura de extração e volume da amostra, além de reduzir o teor de sal.

Devido à natureza da matriz e da adequação ao volume do recipiente empregado (20 mL), as condições otimizadas adotadas foram: temperatura de extração = 90°C, volume da amostra = 12 mL e teor de NaCl = 0. Esses valores referem-se aos extremos que esses parâmetros poderiam assumir dentro das condições experimentais.



**Figura 1.** Gráfico de Pareto dos efeitos dos parâmetros estudados.

Nas condições otimizadas foi possível a construção de curvas analíticas com boa linearidade numa faixa de 12 a 500  $\mu$ g L<sup>-1</sup>, das quais é exemplificada a curva do Demeton-S (Figura 2)



**Figura 2.** Curva de adição padrão em leite.

## Conclusões

A metodologia empregada possibilitou avaliar as variáveis significativas e estabelecer condições ótimas que mostraram-se promissoras para a determinação de agrotóxicos organofosforados em leite por HS-SPME/GC-MS, as quais vem sendo aplicadas na análise de amostras reais de leite.

## Agradecimentos

PRONEX, FAPESB, CNPq, CAPES, FINEP, ANEEL

<sup>1</sup> Komatsu, E.; Vaz, J.M., *Quim. Nova*, **2004**, 27, 720.

