

## Avaliação do efeito da matriz na quantificação de resíduos de agrotóxicos em manga por SPME e GC-MS.

Adalberto Menezes Filho<sup>1,2</sup> (PG), Fábio Neves dos Santos<sup>1</sup> (IC), Pedro Afonso de P. Pereira<sup>1</sup>(PQ)\*  
[pedroapp@ufba.br](mailto:pedroapp@ufba.br)

<sup>1</sup>Instituto de Química, Universidade Federal da Bahia, Campus Universitário de Ondina, 40.170-290, Salvador-BA

<sup>2</sup>Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia de Sergipe (IFSE), 49055-260, Aracaju-SE.

Palavras chave: Efeito matriz, SPME, agrotóxicos, manga.

### Introdução

O efeito da matriz é um dos desafios presentes na determinação de resíduos de agrotóxicos em amostras complexas, tais como as frutas.

Os problemas analíticos gerados pelos componentes da matriz na quantificação dos analitos, dependem das características dos compostos, da técnica e das condições de extração empregadas e das condições da análise, particularmente as condições do injetor, coluna cromatográfica e detector<sup>1</sup>. O efeito da matriz pode afetar acentuadamente as concentrações finais dos agrotóxicos no extrato, visto que, pode alterar significativamente as taxas de recuperação, levando à superestimação ou subestimação dos resultados<sup>2</sup>.

Assim, este trabalho teve como objetivo avaliar o efeito de componentes da matriz na determinação, por SPME e GC-MS, dos agrotóxicos clofentezina, carbofuran, diazinona, parationa metílica, malationa, fentiona, tiabendazol, imazalil, bifentrina, permetrina, procloraz, piraclostrobina, difenoconazol e azoxistrobina em extratos de manga.

### Resultados e Discussão

Para avaliar o efeito da matriz na recuperação dos agrotóxicos, foram construídas curvas analíticas a partir de padrões preparados no extrato obtido da fruta e em água pura. As extrações por SPME foram realizadas a 50°C no autoamostrador CombiPAL (CTC Analytics AG) com imersão direta de fibra de poliácrlato durante 30 min, sob agitação a 250 rpm. A dessorção térmica foi realizada a 280 °C por 5 min no injetor (modo splitless) do GCMS (Shimadzu QP2010 Plus), operando nas seguintes condições: coluna capilar Rtx-1MS (Crossbond® 100 % dimetilpolisiloxano; 30 m x 0,25 mm ID x 0,25 µm), programação do forno: 60 °C (1 min) – 25 °C min<sup>-1</sup> – 170 °C – 6 °C min<sup>-1</sup> – 290 °C (1 min).

Na comparação dos resultados, foi observada maior inclinação na curva analítica dos padrões preparados no extrato da fruta, para os agrotóxicos carbofuran ( $\log k_{ow} = 1,70$ ), azoxistrobina ( $\log k_{ow} = 2,50$ ), parationa metílica ( $\log k_{ow} = 3,0$ ), clofentezina ( $\log k_{ow} = 3,10$ ), procloraz ( $\log k_{ow} = 3,53$ ), diazinona ( $\log k_{ow} = 3,69$ ), imazalil ( $\log k_{ow} = 3,82$ ), piraclostrobina ( $\log k_{ow} = 3,99$ ) e fentiona ( $\log K_{ow} =$

33ª Reunião Anual da Sociedade Brasileira de Química

4,84). Este comportamento pode ser explicado com base na menor afinidade desses compostos pelo extrato rico em lipídeos provenientes da matriz, em comparação à fibra polar de poliácrlato. Em presença de água, ao contrário, os compostos apresentaram maior afinidade pelo solvente, que é mais polar. O tiabendazol apresentou um comportamento extremo, não sendo extraído em presença de água. Com relação aos piretróides bifentrina ( $\log K_{ow} = 6,0$ ) e permetrina ( $\log K_{ow} = 6,1$ ), menos polares, esses apresentaram maior inclinação na curva preparada com os padrões em água pura, pois provavelmente possuem maior afinidade pela matriz rica em lipídeos, em comparação à água pura. A figura 1 mostra como exemplo, as curvas obtidas para a fentiona e bifentrina nos dois meios avaliados.

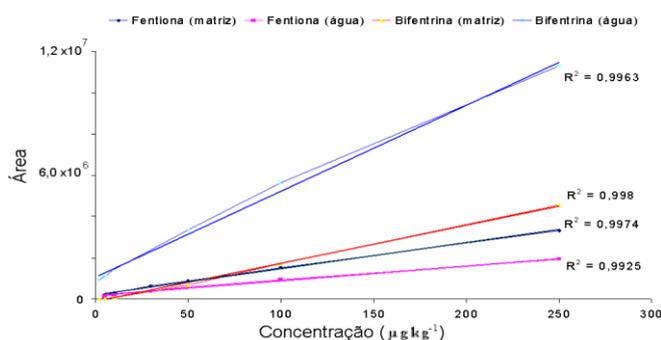


Figura 1: Comparação da resposta analítica da fentiona e bifentrina preparada no extrato da fruta e em água obtida por SPME e GC-MS.

### Conclusões

O efeito de matriz é um parâmetro que deve ser avaliado na validação de um método, particularmente, nas análises de resíduos de agrotóxicos em frutas, já que substâncias presentes na amostra podem afetar acentuadamente a recuperação dos analitos, interferindo assim na exatidão dos resultados.

### Agradecimentos

PRONEX, FAPESB, CNPq, FINEP, CAPES.

<sup>1</sup> Pinho, G. P.; Neves, A. A.; Queiroz, M. E. L.R. e Silvério, F. O. *Quim. Nova*, 2009, 32 (4), 987.

<sup>2</sup> Cardoso, M. H. W. M.; Nóbrega, A. W e Abrantes, S. *Revista Analytica*. 2008, 34, 48.