

## Otimização dos parâmetros da ESL-PBT para análise de 13 agrotóxicos em morango e pimentão por CG-DCE

Fernanda F. Heleno (PG), Bruno M. Carvalho (IC), Maria Eliana L. R. de Queiroz (PQ)\*, Antônio A. Neves (PQ).

Departamento de Química - Universidade Federal de Viçosa.

\*meliana@ufv.br

Palavras chave: Cromatografia gasosa, ESL-PBT, agrotóxicos

### Introdução

Análises realizadas pelo PARA (Programa de Análise de Resíduos de Agrotóxicos da ANVISA) mostraram irregularidades em várias frutas e hortaliças, sendo o pimentão (64%) e o morango (36%) os produtos mais contaminados<sup>1</sup>. Diversos princípios ativos de diferentes classes são responsáveis por essa contaminação, sendo necessário o desenvolvimento de métodos multirresíduos. Este trabalho tem a finalidade de otimizar os principais parâmetros que norteiam a Extração Sólido-Líquido com Partição em Baixa Temperatura (ESL-PBT) para a determinação dos agrotóxicos: Clorotalonil, Clorpirifós, Azoxistrobina, Tiametoxam, Procimidona, Iprodiona, Endossulfam, Bifentrina, Ciproconazol, Cipermetrina,  $\lambda$ -cialotrina, Permetrina, Difenconazol em morango e pimentão por cromatografia gasosa (CG-DCE).

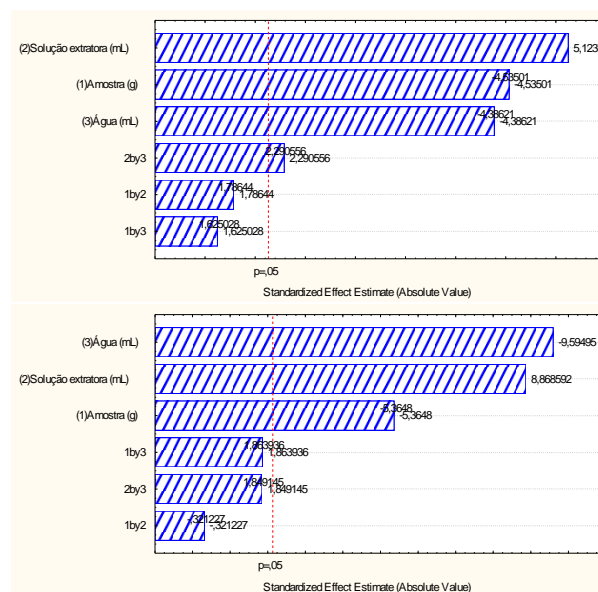
### Resultados e Discussão

Foram utilizados planejamentos univariado e multivariado (composto central) na otimização dos parâmetros de ESL-PBT para determinação de resíduos de agrotóxicos em morango e pimentão por CG-DCE. As seguintes variáveis foram testadas: solvente extrator (ACN; ACN/ACT), tipo de agitação (mesa; ultrasson; vortex); tempo de agitação (10; 15; 20 min); tempo de centrifugação (3; 4; 5 min); tempo de congelamento (5; 8,5; 12 h). Os resultados são apresentados na Tabela 1.

**Tabela 1.** Resultados dos planejamentos univariado e multivariado.

Parâmetros	Valores otimizados (Morango)	Valores otimizados (Pimentão)
Solvente extrator	Acetonitrila	ACN/ACT (6,5mL:1,5mL)
Agitação	Mesa agitadora 10 min	Mesa agitadora 10 min
Centrifugação	3 min	4 min
Congelamento	5 h	8,5 h

Outro planejamento, fatorial  $2^3$ , foi utilizado para a otimização da razão amostra (2; 4 g):água (0; 4 mL):solvente extrator (4; 8 mL). Os resultados para um dos agrotóxicos estudados, o tiametoxam, no morango e pimentão são mostrados na Figura 1.



**Figura 1.** Diagramas de Pareto do planejamento fatorial  $2^3$  para o Tiametoxam no morango e no pimentão.

As condições experimentais da otimização multivariada, segundo o diagrama de Pareto, indicaram que as melhores respostas foram obtidas quando se utiliza a razão 2:0:8 (2 g de amostra, 0 mL de água e 8 mL de solvente extrator), tanto para o morango como para o pimentão. Resultados semelhantes foram obtidos para os outros agrotóxicos avaliados.

### Conclusões

Os parâmetros de ESL-PBT definidos na otimização permitiram analisar os princípios ativos estudados com taxas de recuperação superiores a 80% para a maioria dos compostos. O método ESL-PBT/CG-DCE será validado e aplicado em amostras de morango e pimentão adquiridas aleatoriamente no comércio de Viçosa, MG e região.

### Agradecimentos

Capes - FAPEMIG - UFV

<sup>1</sup>ANVISA, Ministério da Saúde - Programa de Análise de Resíduos de Agrotóxicos em Alimentos - PARA. Nota Técnica para divulgação dos resultados do PARA de 2008. Brasília, 15 de abril de 2009.