

DESENVOLVIMENTO DE MÉTODO PARA DETERMINAÇÃO DE AGROTÓXICOS EM PEPINO EMPREGANDO GC-MS

SCHMIDT, Nicolas*
BATISTA, Juliane Luiz da Silva
MARTINS, Manoel Leonardo
GONÇALVES, Fábio Ferreira
*nicolas48573@hotmail.com

Evento: 14ª Mostra da Produção Universitária (MPU)
Área do conhecimento: Química e Análise de Alimentos

Palavras-chave: agrotóxicos, pepino, QuEChERS

1. INTRODUÇÃO

São vários os produtos agrícolas suscetíveis a ataques de pragas e doenças. Por isso, os produtores têm a necessidade de utilizar agrotóxicos para o controle das mesmas. Podemos citar o pepino como um dos produtos com maior uso de agrotóxicos (EMBRAPA, 2010). Dentre os compostos utilizados nesta cultura encontram-se os piretróides e triazóis, como a deltametrina e o tebuconazole. O uso inadequado destes compostos pode gerar uma concentração considerável superior ao Limite Máximo de Resíduos (LMR) estabelecido pela Agência Nacional de Vigilância Sanitária (ANVISA, 2012). Neste contexto, são necessários métodos confiáveis e de baixo custo de análise para monitorar os níveis de contaminação por agrotóxicos e avaliar se esses excedem os LMRs.

Neste trabalho foi otimizado um método empregando GC-MS para determinação dos agrotóxicos malation, tebuconazole, lambda-cialotrina, piraclostrobina, difenoconazole e deltametrina em amostras de pepino destinadas ao consumo humano no Município de Santo Antônio da Patrulha – RS.

2. REFERENCIAL TEÓRICO

Anastassiades, com o objetivo de superar limitações práticas dos métodos multirresíduo de extração disponíveis na época, introduziu um novo procedimento de preparo de amostras para extração de resíduos de pesticidas denominado QuEChERS (ANASTASSIADES *et al.*, 2003). Esse método, que tem como vantagens ser rápido, fácil, econômico, efetivo, robusto e seguro, explora as possibilidades oferecidas pela instrumentação analítica moderna. Durante o seu desenvolvimento, grande ênfase foi dada para a obtenção de um procedimento dinâmico, que pudesse ser aplicado em qualquer laboratório, devido à simplificação de suas etapas.

Para o trabalho em estudo, o método QuEChERS original foi modificado, sendo adicionados 10 mL de acetonitrila, com o auxílio de um pipetador, em cada tubo de polipropileno com tampa rosqueada (capacidade de 50 mL) e, após fechados, foram agitados em Vortex por 1 min. Em seguida, foram acrescentados 4g de MgSO₄, 1g de NaCl, 1g de C₆H₅Na₃O e 0,5g de C₆H₅Na₂O₇, repetindo a agitação com Vortex por 1 min. Posteriormente levados para centrifuga a 5000 rpm por 5 min.

Posteriormente foi realizada a etapa de *clean-up* do extrato, onde foi transferido 1 mL do extrato líquido para outro tubo de polipropileno (capacidade de 15 mL), em seguida foram adicionados 150 mg de MgSO₄, e 50 mg de PSA, agitados em Vortex por 1 min e levados à centrifuga por 5 min a 5000 rpm. Posteriormente, foram analisados por GC.

3. MATERIAIS E MÉTODOS

As análises foram feitas utilizando equipamento GC-MS Perkin Elmer modelo Clarus 680 com detector de massas 600T, equipado com uma coluna Elite-5MS (30 m x 0,25 mm x 0,25 µm de espessura de filme). A programação de temperatura do forno foi de 90°C (1 min) - 15°C/min até 300°C (5 min). As temperaturas do injetor, interface e fonte foram mantidas em 250°C. A vazão de hélio foi de 1 mL min⁻¹ e a injeção de 1 µL de solução foi realizada no modo split 1:50. Foi utilizado EI com 70 eV de energia operando no modo SIR (monitoramento seletivo de íons). A quantificação foi feita por calibração interna utilizando-se trifenilfosfato como padrão interno. As curvas analíticas foram construídas na matriz com 8 níveis de concentração: 10; 25; 50; 75; 100; 500; 750 e 1000 µg kg⁻¹.

4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

As curvas analíticas apresentaram coeficientes de correlação (r^2) na faixa de 0,991 a 0,999. Os estudos de recuperação foram realizados no nível de fortificação de 50 µg kg⁻¹ utilizando-se método QuEChERS original e modificado (acetato e citrato). Dentre os métodos testados, o método QuEChERS utilizando citrato na etapa de extração e PSA na etapa de *clean-up* foi o que apresentou os melhores resultados. Para todos os compostos a recuperação variou de 72 a 118%, ficando dentro da faixa aceitável que é de 70 a 120%, e o desvio padrão relativo para os compostos variou de 1,4 a 15%, ficando também dentro da faixa aceitável que é abaixo de 20%.

5. CONSIDERAÇÕES FINAIS

A piraclostroquina apresentou recuperação dentro da faixa aceitável apenas nos níveis de fortificação acima de 25 µg kg⁻¹. O método está sendo validado e será utilizado para análise de agrotóxicos em amostras de pepino coletadas na região de Santo Antonio da Patrulha.

6. AGRADECIMENTOS

FURG, PIBIC/CNPq.

REFERÊNCIAS

Agência Nacional de Vigilância Sanitária (ANVISA) – Programa de Análise de Resíduos de Agrotóxicos em Alimentos (PARA) – Relatório de atividades 2012.

ANASTASSIADES, M.; Lehotay, S.; Stajnbaher, D.; Schenck, F. J.; *J. AOAC Int.* **2003**, 83, 412.

Embrapa Semiárido – Sistemas de Produção, 2010.