

# Determination of pesticide residues in soil from viticulture using modified QuEChERS and LC-MS/MS

Marilda Chiarello (PG)<sup>1\*</sup>, Luciane Minetto (PG)<sup>1</sup>, Luciane C. Rufatto (PG)<sup>1</sup>, Sidnei Moura e Silva (PQ)<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Laboratório de Biotecnologia de Produtos Naturais e Sintéticos (LBIOP), Universidade de Caxias do Sul – UCS/Rio Grande do Sul.

\*mchiarello@ucs.br

Palavras Chave: Pesticidas, solo, LC-MS/MS

## Abstract

This study analyzed pesticide residues in viticulture soil samples with traditional and organic production.

## Introdução

O uso de pesticidas tornou-se um problema ao ambiente e nos últimos anos, uma das grandes preocupações é a contaminação dos solos e recursos hídricos, sendo as práticas agrícolas responsáveis por parte de sua contaminação e degradação<sup>1</sup>. Além disso, cerca de 50% da dose total de pesticida aplicado pode ter como destino final o solo, o qual atua como principal receptor e acumulador desses compostos<sup>2,3,4</sup>.

Neste trabalho, desenvolveu-se um método para a análise de resíduos de 78 pesticidas (fungicidas, inseticidas, acaricidas e herbicidas) em solos provenientes de lavoura de viticultura tradicional e orgânica. Foi utilizado o método QuEChERS para a extração dos compostos e análise através de Cromatografia Líquida acoplada à Espectrometria de Massas (LC-MS/MS), com fonte de ionização por eletronebulização no modo positivo e negativo.

## Resultados e Discussão

A amostragem foi realizada na região serrana do Rio Grande do Sul (Brasil), no período de outubro e novembro de 2015. Foram feitas coletas uma vez por semana com o auxílio de um trado e, posteriormente, as amostras foram mantidas a 4 °C até a extração. Para a extração (método QuEChERS) foi pesado 10 g de cada amostra homogeneizada e adicionou-se 10 mL de acetonitrila com 1% de ácido acético. Após, acrescentou-se 4,0 g de sulfato de magnésio e 1,7 g de acetato de sódio. Em seguida, a mistura foi agitada e centrifugada a 4000 rpm por 8 min. O sobrenadante foi analisado pelo método validado.

O método analítico para determinação de pesticidas em solo mostrou-se adequado. A faixa linear foi de 1 a 200 µg kg<sup>-1</sup> com R<sup>2</sup> < 0,99, limite de detecção instrumental na faixa de 0,30 a 0,40 µg kg<sup>-1</sup>, limite de quantificação instrumental de 1 µg kg<sup>-1</sup> e limite de quantificação do método de 3 µg kg<sup>-1</sup>. A recuperação variou de 50 a 115% com RSD > 20%.

Dos 78 pesticidas analisados, dois foram determinados nas amostras de solo de cultivo tradicional, carbendazim e metalaxil-M, sendo o

primeiro não indicado para tal cultivo. Já nas amostras de cultivo orgânico, observou-se a presença de resíduos do inseticida carbofurano e dos fungicidas azoxistrobina e pirimetanil. Possivelmente, a presença destes resíduos é proveniente de contaminação cruzada, já que nas proximidades do cultivo de uva orgânica existem cultivos de soja e milho com sistema tradicional. A Tabela 1 apresenta as médias e desvio padrão das concentrações dos resíduos de pesticidas encontrados nas amostras de solo, bem como o limite máximo de resíduos (LMR) estabelecido pela ANVISA para cultivo de uva, sendo que, os pesticidas carbendazim e carbofurano, não possuem aplicação para essas culturas.

Tabela 1. Concentração de resíduos de pesticidas.

Pesticidas	SCT** (µg/kg)	SCO*** (µg/kg)	LMR (µg/kg)
Carbendazim	3,84 ± 0,1	-	-
Metalaxil-M	4,57 ± 0,2	-	1000
Carbofurano	-	4,09 ± 0,2	-
Azoxistrobina	-	5,53 ± 0,3	500
Pirimetanil	-	6,87 ± 0,2	5000

\*SCT – Solo cultivo tradicional \*\*\*SCO – Solo cultivo orgânico  
Resultados expressos em Média ± SD

## Conclusões

O método mostrou-se adequado à análise de resíduos de pesticidas em solo de viticultura, podendo ser usado para análise de rotina. Os resíduos de pesticidas encontrados nas amostras estão dentro do limite permitido pela ANVISA, porém, ressalta-se a importância de monitoramento de resíduos, principalmente em área de cultivo orgânico, tanto do solo como dos produtos cultivados, visto o crescimento do interesse popular e aumento no consumo deste tipo de produto, o qual deve ser cultivado com isenção de agrotóxicos.

## Agradecimentos

À UCS, CAPES e Fapergs.

<sup>1</sup> Pose-Juan, E.; Sánchez-Martín, M.J.; Andrades, M.S.; Rodríguez-Cruz M.S.; Herrero-Hernández E.; *Sci. Total Environ.* **2015**, 351, 358.

<sup>2</sup> Silva, A. A.; Silva, J. F.; *Ed. UFV, Cap. 5*, **2007**, 189, 248.

<sup>3</sup> Karasali, H.; Marousopoulou, A.; Machera, K.; *Sci. Total Environ.* **2016**, 130,142.

<sup>4</sup> Odukkathil, G.; Vasudevan, N.; *Rev Environ Sci Biotechnol.* **2013**, 421-444.