

# Validação de métodos multirresíduos para determinação de resíduos de 52 pesticidas em soja utilizando GC-MS (SIM) e GC-MS/MS (EI+ E CI-)

Maurice Hiemstra<sup>1</sup> (PQ), Cristine Wickert<sup>2</sup> (PG), Osmar D. Prestes<sup>2</sup> (PG), Martha B. Adaime<sup>2</sup> (PQ), Renato Zanella<sup>2</sup> (PQ), André de Kok<sup>1</sup> (PQ) e Ionara R. Pizzutti<sup>2</sup> (PQ)\*

E-mail: [pizzutti@quimica.ufsm.br](mailto:pizzutti@quimica.ufsm.br)

<sup>1</sup> VWA - Food and Consumer Product Safety Authority, Amsterdam, Holanda;

<sup>2</sup> Laboratório de Análise de Resíduos de Pesticidas (LARP), Departamento de Química, Universidade Federal de Santa Maria (UFSM), 97105-900 Santa Maria - RS

*Palavras Chave: Métodos multirresíduos, pesticidas, soja.*

## Introdução

A revolução sócio-econômica e tecnológica protagonizada pela soja no Brasil, pode ser comparada ao fenômeno ocorrido com a cana de açúcar no Brasil colônia e do café no Brasil Império. A soja é o quarto grão mais produzido no mundo, onde somente quatro países são responsáveis por praticamente 90% da produção mundial, sendo eles Estados Unidos, Brasil, Argentina e China. Atualmente, a Agência Nacional de Vigilância Sanitária (ANVISA) permite a utilização de mais de 300 formulações, contendo mais de 130 diferentes pesticidas ou misturas de pesticidas, para o cultivo dessa oleaginosa. A problemática das barreiras alfandegárias e fitossanitárias tem exigido um controle cada vez mais rigoroso no sentido de identificar-se e quantificar-se corretamente os resíduos de pesticidas presentes nos alimentos, bem como a comprovação da ausência de pesticidas proibidos para um cultivo específico, demonstrando aos consumidores que, os alimentos por eles ingeridos obedecem às normas de segurança alimentar e não representam riscos à sua saúde e nem ao meio ambiente.

Assim, este estudo objetivou comparar, otimizar e validar dois dos métodos multirresíduos de extração de pesticidas atualmente mais empregados em laboratórios de todo mundo, sendo eles o método de Luke<sup>1</sup> modificado e o método Quechers<sup>2</sup> modificado, para a análise de 52 pesticidas em soja, utilizando-se GC-MS modo SIM e GC-MS/MS modos EI positivo e CI negativo.

## Resultados e Discussão

Para avaliar os métodos propostos efetuou-se a fortificação da soja, com solução contendo 52 pesticidas, em 3 diferentes níveis (10, 50 e 100 µg kg<sup>-1</sup>), com 6 réplicas para cada nível, e aplicou-se os dois métodos de extração. Todos os extratos, provenientes de ambos métodos de extração, foram

purificados em sistema de HPLC com coluna do tipo GPC e finalmente, analisados pelas técnicas instrumentais já citadas. O método de Luke permitiu a quantificação de 85% dos pesticidas, quando empregou-se GC-MS modo SIM, e 59,6 e 53,9% ao usar-se, respectivamente, GC-MS/MS modo CI negativo e EI positivo. Já o método Quechers possibilitou que 38,5, 52 e 73% dos pesticidas, analisados respectivamente, por GC-MS modo SIM, GC-MS/MS modo CI negativo e EI positivo fossem quantificados. Além disso, os valores de LOD e LOQ, dos instrumentos e dos métodos, foram melhorados para até 90% dos pesticidas (GC-MS/MS modo EI positivo), quando as soluções analíticas foram preparadas em extrato da matriz, o que também propiciou intervalos lineares de 0,1 ou 0,25 a 5,0 ng mL<sup>-1</sup>, com  $r^2 = 0,99$ , para mais de 80% dos compostos analisados pelas técnicas instrumentais mencionadas.

## Conclusões

Dentre as técnicas de GC estudadas, aquela que mostrou-se menos adequada para ser empregada em métodos multirresíduos de análise de pesticidas foi GC-MS/MS modo CI negativo devido a sua grande seletividade, o que foi responsável pelo maior percentual de pesticidas não detectados (cerca de 30%). Com isso, a técnica GC-MS modo SIM foi a que melhor conciliou sensibilidade e seletividade adequados para as análises dos pesticidas avaliados, promovendo o menor percentual de compostos não detectados (cerca de 5%) ou não quantificados (cerca de 10%) (método da acetona).

## Agradecimentos

Os autores agradecem ao VWA - Food and Consumer Product Safety Authority, da Holanda, e à Comunidade Européia, através do Projeto ALFA (II-0288-FA-FCD-FI), pelo suporte financeiro para a realização do trabalho.

<sup>1</sup> Luke, M. A.; Froberg, J. E.; Doose, G. M. e Masumoto, H. T. *J. Assoc. Of Anal. Chem.* . **1981**, *64*, 1187.

<sup>2</sup> Lehotay, S. J.; De Kok, A.; Hiesmtra, M. e Van Bodegraven, P. *J. Of AOAC International*. **2005**, *88(2)*, 595.