MÉTODO MULTIRRESÍDUO PARA DETERMINAÇÃO DE PESTICIDAS EM TRIGO EMPREGANDO EXTRAÇÃO QuEChERS E GC-MS(NCI)

Diana I. S. Kolberg (PG), Osmar D. Prestes (PG), Martha B. Adaime (PQ), Renato Zanella (PQ)*

Laboratório de Análises de Resíduos de Pesticidas – LARP - Universidade Federal de Santa Maria – UFSM - RS.

* e-mail: larp@www.ufsm.br

Palavras Chave: cereais, agrotóxicos, validação, QuEChERS modificado, GC-MS

Introdução

O trigo é um dos mais nobres alimentos e responde atualmente por cerca de 30% da produção mundial de grãos¹. Estima-se que 20% da produção nacional de grãos é perdida anualmente por causa de insetos, pragas, doenças e ervas daninhas, que comprometem a colheita e o armazenamento². Devido a essa problemática, que envolve o emprego de pesticidas na agricultura, este estudo objetivou otimizar e validar um método multirresíduo utilizando o Método QuEChERS³ modificado e GC-MS com ionização química negativa (NCI) e aquisição no modo íon seletivo para analisar 24 pesticidas em grãos de trigo.

Resultados e Discussão

O método de extração otimizado e validado empregou 10 mL de acetonitrila com adição de 1% de ácido acético, 3 g de sulfato de magnésio, 1,7 g de acetato de sódio e 1 g de citrato de sódio. A etapa de *clean up* SPE dispersivo, foi realizada pela adição de 500 mg de C18 e 600 mg de sulfato de magnésio. Analisando as equações das curvas analíticas, pode-se concluir que o modelo é linear e adequado para todos os pesticidas em estudo, pois forneceram coeficientes de determinação (r^2) maiores que 0,99. O LOQ do método é de 5 $\mu\text{g kg}^{-1}$ para a maioria dos compostos, entretanto 8 compostos apresentaram valores de LOQ na concentração de 10 $\mu\text{g kg}^{-1}$: clorotalonil, fenitrotiona, azoxistrobina, clorpirifós-metilico, dimetoato, malationa, parationa-etílica e pirimifós-metilico. Para avaliar a exatidão, utilizou-se ensaios de fortificação nas seguintes concentrações: 5, 10, 20 e 50 $\mu\text{g kg}^{-1}$. Os valores de recuperação variaram de 75,8 a 131,5%, sendo que dos 24 compostos analisados, apenas 2 apresentaram valores de recuperação fora da faixa de 70 a 120%.

Conclusões

Os resultados obtidos neste trabalho permitem concluir que o método de extração QuEChERS modificado, empregando *clean up* dispersivo, reflete suas vantagens principais, rapidez, simplicidade, confiabilidade, robustez, baixo custo, baixo consumo de solventes, não necessita equipamentos especiais e não necessita muitas vidrarias de laboratório. Os parâmetros avaliados durante a etapa de validação foram considerados satisfatórios para a grande maioria dos compostos, pois estão de acordo com os valores sugeridos na literatura para a análise de resíduos de pesticidas por métodos cromatográficos.

Agradecimentos

UFSM, CAPES, CNPq

¹ BRUM, A. L.; MÜLLER, P. K. A competitividade do trigo brasileiro diante da concorrência argentina. Ijuí: Editora Unijuí, 2006, 160 p

²CARVALHO, I. S. Mundo & Vida, 2000, 2, 29-31.

³ANASTASSIADES, M.; LEHOTAY, S.; STAJNBAHER, D.; SCHENCK, F. J. Journal of the Association of Official Analytical Chemists International, 2003, 83, 412-431.