

DETERMINAÇÃO DE PESTICIDAS EM ARROZ: DESENVOLVIMENTO E VALIDAÇÃO DE MÉTODO MULTIRRESÍDUO POR GC-MS (NCI)

Jaqueline F. Reichert¹ (IC), Rosselei C. da Silva¹ (PG), André de Kok² (PQ), Ionara R. Pizzutti¹ (PQ)*

¹ Universidade Federal de Santa Maria (UFSM), Departamento de Química, Centro de Pesquisa e Análise de Resíduos e Contaminantes (CEPARC), Av. Roraima, 1000, Santa Maria, RS

²VWA - Food and Consumer Product Safety Authority, Grupo de Análise de Pesticida – Laboratório de Referência Nacional para Análise de Pesticidas e Micotoxinas, Hoogte Kadijk 401, 1018 BK, Amsterdam, The Netherlands

*ionara.pizzutti@ceparc.com.br

Palavras Chave: arroz, pesticidas, GC-MS/MS

Introdução

O aumento da população mundial e a demanda crescente de alimentos têm motivado o emprego de grandes quantidades de pesticidas tanto no cultivo quanto no armazenamento de grãos, visando assegurar maior produtividade. Porém, esses resíduos podem comprometer a saúde humana, uma vez que podem ser encontrados em alimentos processados e nos em *in natura*, além de contaminar o meio ambiente, caso os níveis de resíduos estejam acima dos limites máximos permitidos. Assim, procurou-se desenvolver, otimizar e validar um método analítico para análise multirresidual de pesticidas na cultura de arroz, empregando Cromatografia Gasosa com detecção por Espectrometria de Massas (GC-MS/MS), operando no modo de Ionização Química Negativa e Monitoramento do Íon Seleccionado (NCI-SIM).

Resultados e Discussão

Realizou-se a fortificação do arroz, previamente homogeneizado, com soluções contendo uma mistura de 51 pesticidas, em 3 níveis de fortificação (10, 20 e 50 $\mu\text{g kg}^{-1}$), e em 6 réplicas para cada nível. Aplicou-se o método QueChERS modificado onde se pesou 10 g da matriz, e se adicionou 10 mL de acetonitrila, seguido de agitação manual e vigorosa, por cerca de 45 segundos. Acrescentou-se 3 g de sulfato de magnésio anidro e 1,7 g de acetato de sódio anidro, repetindo-se agitação. Foram, posteriormente, centrifugados por 8 minutos. A purificação dos extratos foi realizada através da transferência de 4 mL do extrato para outro tubo já contendo 600 mg de sulfato de magnésio anidro e 500 mg de C_{18} , repetindo-se a agitação e a centrifugação, em seguida os extratos foram analisados por GC-MS NCI-SIM. A faixa linear de concentração das curvas analíticas situou-se entre 1 ou 2 a 100,00 ng mL^{-1} com valores de $r^2 \geq 0,99$. A técnica GC-MS NCI modo SIM promoveu a

quantificação (critérios de recuperação entre 70 e 120% e valores de $\text{RSD}\% \leq 20\%$) de 87% dos compostos que apresentam LOQ de 10 ou 20 $\mu\text{g kg}^{-1}$.

Conclusões

O método de extração utilizando SPE dispersivo empregado neste estudo tem como vantagem a obtenção de um procedimento moderno e dinâmico, que pode ser aplicado em qualquer laboratório, devido à simplificação ou corte de etapas lentas e trabalhosas, empregadas em outros métodos de extração. Os resultados obtidos através do cálculo do efeito matriz percentual possibilitam concluir que este sofreu variações ao longo do tempo, sendo maior para aqueles pesticidas que apresentaram um maior tempo de retenção, o que promoveu uma maior interação entre os analitos e os sítios ativos do sistema cromatográfico.

Assim, o método mostrou-se adequado a análise multirresíduo dos pesticidas em arroz, conciliando sensibilidade e seletividade apropriadas; todos os parâmetros de validação encontram-se dentro dos limites sugeridos para validação de métodos cromatográficos.

Agradecimentos

O CEPARC/UFSM agradece ao CNPq e FINEP pelo auxílio financeiro, e ao VWA (Holanda) pela cooperação científica.

¹Hiemstra, M.; de Kok, A., J. Chromatography A. **2007**, 3-25, 1154.

²Alder, L.; Greulich, K.; Kempe, et al., Mass Spectrometry Reviews, v.25. **2006**, 838-865.