

# Desenvolvimento e Validação de Metodologia para Determinar Multirresíduos Agroquímicos em Uva por GC/MS.

Viviane Gondim Lima<sup>1\*</sup>(PG), Vânia Palmeira Campos<sup>1</sup>(PQ), Thiago Coelho de Santana<sup>2</sup>(TC).

\*viviane\_gondim@yahoo.com.br

<sup>1</sup>Universidade Federal da Bahia/Instituto de Química/Dp<sup>o</sup>. Química Analítica/AQUAM (Laboratório de Química Analítica Ambiental). Campus Universitário de Ondina, s/n, 40170290 – Salvador –BA; <sup>2</sup>Escola Técnica Senai Petrolina - Pe, LCR( Laboratórios de Cromatografia). Av. Monsenhor Ângelo Sampaio, 267, Vila Eduardo, 56.302-290 Petrolina – PE.

Palavras Chave: Multirresíduos Agroquímicos, Clean-up PSA/ QUECHERS; GC/MS

## Introdução

O crescimento industrial nos centros urbanos provocou deterioração do meio ambiente com influências na saúde da humanidade. A exposição ocupacional a vários tipos de agentes cancerígenos como fertilizantes, praguicidas, fungicidas, herbicidas e outros produtos químicos, tem contribuído para que esse seja um dos principais problemas de saúde pública nos países pouco desenvolvidos. O objetivo deste trabalho foi desenvolver e validar um método analítico rápido e eficaz para determinação de multirresíduos agroquímicos aplicados na lavoura de uva da região do Vale Rio São Francisco.

## Resultados e Discussão

O método desenvolvido para análise de multirresíduos agroquímicos se caracteriza por possuir quatro etapas principais; Extração, Separação, Clean-up e Concentração. Estas foram acompanhadas adicionando-se às amostras dois *Surrogates* em concentração fixa e conhecida (0,3 mg.kg<sup>-1</sup>). Os percentuais de recuperação dos multirresíduos de agroquímicos foram obtidos na faixa de 70 a 120%, concordantes com critérios aceitos em normas internacionais. O principal passo do método desenvolvido foi o Clean-up com SAIS mais polímero PSA, que se mostrou bastante eficiente na redução dos interferentes presentes nas amostras de uva branca e tinta (Figura 1). O desempenho do método foi verificado através de parâmetros de validação e figuras de mérito: Limite de Detecção (LOD), com testes na faixa de concentração de 2,5 µg.kg<sup>-1</sup> a 0,22 mg.kg<sup>-1</sup> e Limite de Quantificação do Método (LOQ), Precisão, Exatidão, Linearidade e Robustez. Os limites de detecção obtidos concordaram com as normas internacionais e Nacionais (The Netherlands, Codex Alimentarius e Ministério da Agricultura) sendo que para alguns pesticidas os LOD foram mais baixos do que os exigidos. A eficiência do método foi comprovada com a identificação e quantificação de 50 multirresíduos agroquímicos (Figura 2).

33ª Reunião Anual da Sociedade Brasileira de Química

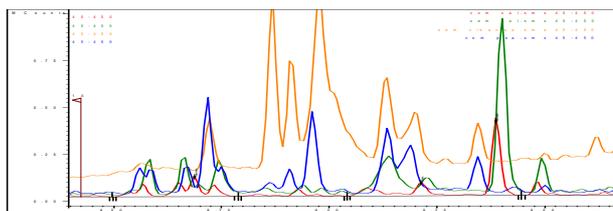


Figura 1. Sobreposição de cromatogramas de multirresíduos extraídos de amostras de uva. Sem Clean-up, espectro mais pronunciado e após a etapa clean-up: com SAIS e PSA, espectro menos pronunciado, apenas com PSA e apenas com SAIS.

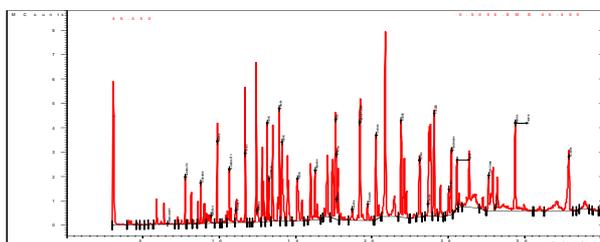


Figura 2. Identificação e quantificação de 50 multirresíduos agroquímicos extraídos de amostras de uva.

## Conclusões

O método desenvolvido utilizou técnicas inovadoras, mostrando adequado desempenho na detecção e quantificação de multirresíduos agrotóxicos em uva de diferentes espécies.

## Agradecimentos

Ao SENAI-Petrolina/PE; ao LAQUAM e ao PG-QUI/UFBA.

M. Anastassiades, S. J. Lehotay, D. Stajnbaher and F. J. Schenck: J. AOAC Int. 86, 412-431, 2003.  
MRLs of Pesticides in food in The Netherlands, AnnexII 2008.  
Pesticide Analytical Manual Volume I *Multiresidue Methods* 10/97 Revisions.  
EMBRAPA *Semi-Árido Brasileiro*. Petrolina: EMBRAPA. SORJ, B. Rio de Janeiro 2000, Ed. Guanabara.