

## Estudo de método para extração e determinação de fungicidas e inseticidas em pêssego empregando QuEChERS e HPLC-DAD.

\*Fabiane P. Costa<sup>1</sup> (PG), Juliana R. Guilherme<sup>1</sup> (IC), Maria Angelis K. Silveira<sup>1</sup> (PG), Sergiane S. Caldas<sup>1</sup> (PQ) e Ednei G. Primel<sup>1</sup> (PQ). [fabipinhocosta@hotmail.com](mailto:fabipinhocosta@hotmail.com)

Universidade Federal do Rio Grande - FURG, Escola de Química e Alimentos - EQA, Programa de Pós Graduação em Química Tecnológica e Ambiental – PPGQTA.

Campus Carreiros, Av. Itália km 08 s/n CEP 96201-900 Rio Grande- RS

Palavras Chave: Agrotóxicos, pêssego e HPLC-DAD

### Introdução

O pêssego possui alto valor nutritivo, e a partir do fruto são produzidos diversos produtos alimentícios. Na região Sul do Brasil, o estado do Rio Grande do Sul (RS) destaca-se como o maior produtor de pêssegos, com mais de 129 mil toneladas<sup>1</sup>. As pragas são consideradas um dos principais fatores limitantes a exploração econômica do pessegueiro, e o emprego de inseticidas e fungicidas ainda tem sido o método de controle mais utilizado pelos produtores. Grande parte dos compostos registrados no Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento são pertencentes a grupos químicos como fosforados e piretróides e a aplicação é realizada em vários estágios do cultivo. Portanto, a fiscalização e o monitoramento de resíduos de agrotóxicos em pêssego fazem-se necessário para garantir a segurança alimentar. Dessa forma, o objetivo do trabalho foi desenvolver e validar um método empregando extração por QuEChERS modificado e determinação dos agrotóxicos diclorana, azoxistrobina, malationa e fentiona por Cromatografia Líquida de Alta Eficiência acoplada ao Detector de Arranjo de Diodos (HPLC-DAD) em pêssego.

### Resultados e Discussão

Para determinação por HPLC-DAD, foi empregado coluna Thermo hypersil C18 (250 x 4,6 mm, 5 µm) com eluição no modo isocrático e fase móvel composta por acetonitrila e água ultrapura (60:40 v/v), com vazão programada variando de 0,8 a 1,0 mL min<sup>-1</sup>, totalizando um tempo de análise de 18 min. O comprimento de onda de 230 nm foi utilizado para a identificação dos compostos.

O método QuEChERS modificado empregado foi desenvolvido por Rodrigues, 2010<sup>2</sup>, o qual consiste em pesar 10 g de amostra, extração com 10 mL de acetonitrila seguida por uma etapa de partição com 4 g de MgSO<sub>4</sub> e centrifugação. Uma alíquota do extrato obtido é injetada no sistema cromatográfico.

A linearidade do método foi avaliada na faixa de 0,1 até 5,0 mg L<sup>-1</sup> para os analitos diclorana, azoxistrobina e fentiona e de 2,0 até 10,0 mg L<sup>-1</sup> para malationa. Os parâmetros avaliados para a validação do método estão demonstrados na Tabela 1. Efeito Matriz (%EM), Recuperação (%R) e a Eficiência do Processo (%EP) foram calculados através das fórmulas:

$$\%EM = \frac{\text{Área do padrão no extrato} \times 100}{\text{Área do padrão no solvente}}$$

$$\%R = \frac{\text{Área do padrão após extração} \times 100}{\text{Área do padrão no extrato}}$$

$$\%EP = (EM \times R) / 100$$

**Tabela 1.** Equação de regressão linear a partir da curva trabalho, Coeficientes de Correlação Linear (r), Limite de Quantificação do método (LQm) e Precisão (repetitividade) para a curva trabalho

Agrotóxico	Equação de regressão Linear	r	LQm (mg kg <sup>-1</sup> )	% RSD
Diclorana	$3.30 \times 10^4 X + 1.45 \times 10^3$	0,998	0,1	6
Azoxistrobina	$6.53 \times 10^4 X + 2.09 \times 10^3$	0,999	0,1	3
Malationa	$5,12 \times 10^3 X - 4.38 \times 10^3$	0,992	2,0	8
Fentiona	$3.32 \times 10^4 X - 1.26 \times 10^3$	0,999	0,1	3

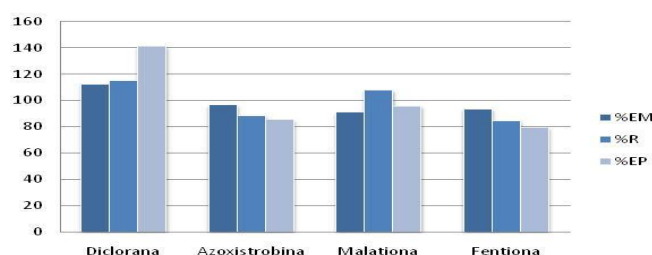


Figura 1. %EM, %R, e %EP a partir das áreas calculadas.

### Conclusões

O método demonstrou ser apropriado para determinação destes agrotóxicos em pêssego, apresentando recuperações entre 85 e 115% e precisão <8%. O método atingiu LQm inferiores aos Limites Máximos de Resíduos (LMR) exigidos pela ANVISA. A curva trabalho foi aplicada para avaliar o desempenho do método proposto, e demonstrou eficiência para eliminar possíveis erros sistemáticos

### Agradecimentos

CNPq, CAPES, FAPERGS, FINEP, PETROBRAS, PPGQTA, FURG e LACOM.

<sup>1</sup> IBGE - 2008 (Instituto Brasileiro de Geografia e Estatística). Pêssego – Quantidade produzida.

<sup>2</sup> RODRIGUES S. A. Otimização e validação de métodos empregando MSPD, QuEChERS Modificado e LC-ESI-MS/MS para determinação de agrotóxicos em cebola. Tese de mestrado. Universidade Federal do Rio Grande, 2010.