

INCERTEZA DE UM MÉTODO MULTIRRESÍDUO DE PESTICIDAS EM MORANGO POR CG-MS/MS

Débora R. C. de Souza, Vera L. Ferracini, Sonia C. N. Queiroz

*Laboratório de Resíduos e Contaminantes-Embrapa Meio Ambiente,
Caixa Postal 69, CEP 13820-000, Jaguariúna – SP
vera.ferracini@embrapa.br*

O cultivo comercial de morangos no Brasil recebe a aplicação frequente de um grande número de pesticidas em toda a época agrícola para controlar uma variedade de pragas e doenças. A presença de resíduos de pesticidas em alimentos constitui uma das maiores preocupações em termos de segurança de alimentos. A validação, incluindo o cálculo de incerteza, foi realizada utilizando o QuEChERS^[1] seguido de quantificação e confirmação por GC-MS/MS para 39 pesticidas, pertencentes a diferentes classes de inseticidas, acaricidas, fungicidas e herbicidas. Foi utilizado o equipamento de cromatografia gasosa acoplado ao detector de massas (CG-MS/MS) no modo PTV de injeção onde foram estabelecidas duas transições. Durante a validação do método, além da linearidade foram avaliadas a precisão e recuperação, que são fatores primordiais que podem influenciar diretamente no resultado final da incerteza. Foram avaliados dois níveis de fortificação com cinco repetições e a quantificação foi realizada utilizando curva na matriz apresentando coeficiente de correlação $r > 0,99$. O menor nível de quantificação (LQ) variou de $0,01 \text{ mg Kg}^{-1}$ a $0,1 \text{ mg Kg}^{-1}$ e para nível 2 a variação foi de $0,02 \text{ mg Kg}^{-1}$ a $1,00 \text{ mg Kg}^{-1}$. Os limites de detecção (LD) estabelecidos foram de $0,001 \text{ mg Kg}^{-1}$ a $0,008 \text{ mg Kg}^{-1}$ e os percentuais de recuperação na faixa de 71,5 a 113,2% demonstrando que os resultados estão dentro do exigido, ou seja, entre 70 e 120% e com desvio padrão relativo que não excederam os 20%. Com os parâmetros principais foram calculadas a incerteza combinada e a incerteza expandida. O cálculo da incerteza, realizado segundo a EURACHEM/CITAC^[2] mostrou a confiabilidade dos resultados, uma vez que foram obtidos valores abaixo de 50%, aceitável segundo o guia SANCO^[3].

Referências:

- [1] Anastassiades, M; Lehotay, S; Stajnbaher, D; Schenck, F J; J. AOAC Int. 2003, 83-412.
- [2] EURACHEM- Sociedade Brasileira de Metrologia (SBM). Primeira Edição Brasileira do Guia EURACHEM/CITAC Determinando a incerteza de medição em química analítica. 2º ed. Rio de Janeiro: Sociedade Brasileira de Metrologia, 2000.
- [3] SANCO/12495 –Method Validation and Quality Control Procedures for Pesticide Residues Analysis and Food and Feed. Document N° SANCO/12495/2011-2012.