

MULTIRRESÍDUO EMPREGANDO UPLC-MS/MS E GC-MS/MS PARA DETERMINAÇÃO DE AGROTÓXICOS EM CEBOLA

Débora Renata C. de Souza¹, Maria Aparecida Rosa¹, Vera Lúcia Ferracini¹, Paula Tereza de S. e Silva²

¹Embrapa Meio Ambiente, Caixa Postal 69, CEP 13820-000, Jaguariúna/SP

²Embrapa Semiárido, Caixa Postal 23, CEP 56302-970 - Petrolina, PE

vera.ferracini@embrapa.br

A cebola (*Allium Cepa* L) é um dos mais importantes componentes da dieta humana em diferentes países, pois apresenta potencial antioxidante e anticancerígeno, sendo considerado um alimento funcional. Em relação ao uso de agrotóxico, sabe-se que essa cultura é altamente demandante, devido as pragas (mosca minadora (*Liriomyza sativae*), tripés (*Thrips palmi*), lagarta das folhas (*helicoverpa zea*) e doenças (míldio (*Peronospora destructor*)), mancha púrpura (*alternaria porri*). Embora o uso dos agrotóxicos contribui para o aumento da produção, existe a preocupação da sua presença nos alimentos. Segundo o relato da Agência Nacional de Vigilância Sanitária, os brasileiros estão ingerindo alimentos com quantidade excessiva de resíduos de agrotóxicos, níveis acima dos permitidos pela legislação ou muitas vezes produtos não indicados para a cultura. O objetivo desse estudo foi validar um método capaz de identificar e quantificar a presença de 31 agrotóxicos, os mais empregados na cultura da cebola no Vale do São Francisco. Foi utilizado o método multiressíduo utilizando extração QuEChERS^[1] juntamente com a técnica de GC-MS/MS triplo quadrupolo e a técnica de UPLC-ESI-MS/MS. Para GC-MS/MS o método foi sensível para análise de 20 agrotóxicos monitorando duas transições para cada analito. No sistema de cromatografia gasosa, o modo PTV de injeção foi utilizado para volumes de 3µL em acetato de etila. Na validação do método, os limites de detecção (LD) 0,005 mg Kg⁻¹ a 0,01 mg Kg⁻¹ foram estabelecidos com dois níveis de fortificação, com cinco repetições. O menor nível de quantificação (LQ) foi de 0,01mg Kg⁻¹ e para o nível 2 foi de 0,05mg Kg⁻¹. Os cálculos de quantificação foram realizados utilizando curva na matriz apresentando coeficiente de correlação $r > 0,99$. As recuperações variaram de 63,1 a 96,2% com desvio padrão relativo (DPRr) de até <11,5%. Para a técnica de UPLC-ESI-MS/MS o modo MRM foi selecionado com o monitoramento de duas transições com sensibilidade para 11 analitos. Na separação cromatográfica foi utilizada a coluna acquity UPLC® BEH C18 column (1,7µm, 2,1mm ID, 100mm). O limite de detecção (LD) foi de 0,02mg Kg⁻¹ e dois níveis de fortificação foram avaliados utilizando cinco repetições. O menor nível de LQ foi de 0,10mg Kg⁻¹ e a quantificação foi realizada utilizando curva na matriz apresentando coeficiente de correlação $r > 0,99$. As recuperações variaram de 64,5 a 89,2 % com desvio padrão relativo (DPRr) de até <13,1%. O método é capaz de quantificar os agrotóxicos utilizados na cebola, atendendo os limites máximos recomendados pela legislação brasileira.

[1] Anastassiades, M; Lehotay, S; Stajnbaher, D; Schenck, F J; J. AOAC Int. 2003, 83-412.