

Autor correspondente:

Louise Lee da Silva
Magalhães
Universidade Estadual de
Campinas - Instituto de Química
Campinas (SP), Brasil

Email: louise@iqm.unicamp.br

APLICAÇÃO DO MÉTODO QuEChERS NA ANÁLISE DE AGROTÓXICOS EM UVA IN NATURA POR CROMATOLOGRAFIA LÍQUIDA ACOPLADA À ESPECTROMETRIA DE MASSAS EM TANDEM (LC-MS-MS)

Magalhães, Louise Lee da Silva*; de Queiroz, Sonia Claudia do Nascimento; Ferracini, Vera Lucia; Jardim, Isabel Cristina Sales
Fontes; ROSA, MARIA A.

O emprego da cromatografia líquida acoplada à espectrometria de massas, em *tandem* (LC-MS-MS), em determinações de agrotóxicos, tornou as análises multirresíduos mais eficientes e convenientes por permitir determinações simultâneas de um grande número de agrotóxicos com propriedades físico-químicas diversificadas sem a necessidade de separação cromatográfica até a linha de base, como na detecção UV/Vis. O método de preparo de amostra denominado QuEChERS está sendo bem aceito devido a sua aplicabilidade em análises com grande número de agrotóxicos em uma variedade de matrizes, além de minimizar as etapas extensivas de *clean-up* da amostra.

Atualmente, há uma preocupação com os níveis de agrotóxicos em alimentos e uma tendência constante nas legislações correntes para redução dos limites máximos de resíduos permitidos, exigindo o desenvolvimento de métodos analíticos para determinação dos agrotóxicos, com maior exatidão e menor detectabilidade.

O presente trabalho empregou o método QuEChERS para extração dos agrotóxicos aldicarbe, ametrina, azoxistrobina, carbaril, cimoxanil, ciproconazol, difenoconazol, diurom, fenarimol, miclobutanil, simazina, triadimefom e tebuconazol, presentes em amostras de uva *in natura*. O método consistiu em tomar 10 g de uva, adicionar 10 mL de acetonitrila, 4 g de $MgSO_4$, 1 g de NaCl, 1 g de citrato de sódio diidratado e 0,5 g de citrato de sódio sesquidratado. Homogeneizar em vortex, sonificar por 20 min e centrifugar por 5 min. Retirar 5 mL do sobrenadante e adicionar 125 g de PSA e 750 g de $MgSO_4$. Agitar em vortex por 30s e centrifugar por 5 min. Retirar 2 mL do sobrenadante e filtrar. A separação dos compostos foi realizada injetando 20 μ L do extrato em um LC-MS-MS, empregando uma coluna analítica de 50 x 2,0 mm, Polaris C 18, 5 μ m, VARIAN. A fase móvel utilizada foi acetonitrila/ác. acético 0.1 %, no modo de eluição por gradiente, a uma vazão de 0,25 mL/min. Os resultados mostraram que as recuperações obtidas estão dentro da faixa aceita pela literatura, de 70 a 130 %, e os valores do coeficiente de variação foram menores que 20 %, conseguindo-se um método satisfatório para determinação dos agrotóxicos selecionados, em uva.