

Compilação de dados para elaboração de biblioteca para análise resíduos de pesticidas utilizando QqTOF -MSMS

Márcia R. Assalin¹, Vera L. Ferracini¹, Sônia C. do Nascimento Queiróz

massalin@cnpma.embrapa.br

¹Laboratório de Resíduos e Contaminantes/Embrapa Meio Ambiente -
Jaguariúna/SP

A presença de resíduos de pesticidas em alimentos constitui uma das maiores preocupações em segurança alimentar. A utilização de UPLC – QqTOF MS permite determinar a massa exata tanto dos íons moleculares como dos respectivos íons – fragmentos. Isto possibilita a identificação tanto de pesticidas de uso permitido, que são freqüentemente monitorados nas análises de rotina bem como dos proibidos, sem a necessidade da utilização de padrões analíticos. Como sequência de análise, no caso de resultados positivos, os pesticidas detectados poderão ser submetidos à determinações quantitativas, por meio de técnicas complementares como Tandem Quadrupolo-MSMS. Neste trabalho buscou-se construir uma biblioteca de compostos em que a massa exata e o tempo de retenção fossem coletados usando um gradiente de eluição específico. A metodologia analítica utilizou um cromatógrafo líquido de ultra eficiência (UPLC – Ultra Performance Liquid Chromatography), com coluna Waters (Acquity UPLC® BEH, C18; 1,7 µm; 2,1x 50mm) acoplado a um espectrômetro de massas ESI-QqTOF MSMS, também da Waters. A fase móvel consistiu de (A) ácido fórmico 0,1% e metanol (B). Dois experimentos de massa foram aplicados um de baixa energia de colisão (4eV) e um de alta energia de colisão (30eV), para se determinar os respectivos fragmentos de cada composto. Os dados foram coletados entre 100- 500 m/z com energia de colisão 4eV. As condições resultantes da otimização foram: gás de dessolvatação 500 L h⁻¹, a temperatura de 450 °C, Gás do cone 30 L h⁻¹ e temperatura da fonte de 120 °C. As voltagens cone e capilar foram 30 (V) e 2,5 (kV). Para o detector (MCP) utilizou-se voltagem de 1600 (V). Todas as injeções foram realizadas utilizando-se uma solução de formiato de sódio para correção da massa exata. Utilizaram-se soluções de padrões de pesticidas de concentração não superiores a 0,1 µg mL⁻¹. O volume de injeção foi de 2 µL. Foram inseridos na biblioteca mais de 40 pesticidas com informações específicas de tempo de retenção, m/z do íon molecular e de dois respectivos fragmentos. Informações das fórmulas moleculares dos fragmentos também foram obtidas. Com o uso da biblioteca, análises envolvendo *screening* de pesticidas poderão ser realizadas e incluídas em análises de amostras desconhecidas onde não se sabe quais pesticidas serão quantificados.

[1] Barceló, D.; Soler, C.; Farré, M.; Pico, Y. *Journal of Chromatography A*. **2007**, 123-134.