

DESENVOLVIMENTO E VALIDAÇÃO DE MÉTODO MULTIRRESÍDUOS PARA DETERMINAÇÃO DE RESÍDUOS DE AGROTÓXICOS EM PÓLEN APÍCOLA POR GC-MS/MS ION TRAP.

Renata Cabrera de Oliveira, Sônia Claudia do Nascimento Queiroz, Susanne Rath

O pólen apícola tem sido apontado como um potencial bioindicador da presença de contaminantes ambientais em áreas nos arredores dos apiários. Para análise dessas amostras e monitoramento ambiental, é necessário desenvolver métodos analíticos que apresentem seletividade e detectabilidade adequadas. O objetivo deste trabalho foi desenvolver e validar um método analítico multirresíduos quantitativo para a determinação de resíduos de agrotóxicos em pólen apícola utilizando cromatografia a gás acoplada à espectrometria de massas em tandem com analisador de massas do tipo Ion Trap. A validação analítica foi realizada de acordo com as recomendações do documento SANCO/10684/2009, determinando faixa linear e linearidade, exatidão, precisão, seletividade e limites de detecção e quantificação. O preparo de amostra foi realizado por extração sólido-líquido com acetonitrila. A separação cromatográfica foi realizada em coluna analítica Rxi® 5 Sil, 0,25 mm x 30 m, 0,25 µm, utilizando gradiente de temperatura. A análise quantitativa dos analitos (Acetocloro, Alacloro, Aldrin, Bioaletrina, Diazinon, Dissulfoton, Endossulfan alfa, Etrinfós, Fempropatrim, Fentoato, Fluazifope, Heptacloro Epóxido, Malation, Oxifluorfen, Paration Etil, Paration Metil, Pendimetalina, Pirimifós Etil, Propargito, Terbufós, Trifluralina) e do padrão interno (Lindano) foi realizada através do monitoramento dos seus íons precursores. A seletividade do método analítico foi verificada pela ausência de picos interferentes no tempo de retenção dos analitos e do padrão interno. O método apresentou linearidade adequada, com coeficiente de correlação (r) maior que 0,95 para a maioria dos analitos. A precisão do método foi comprovada através dos valores de desvio padrão relativo, inferiores a 20% para a maioria dos analitos em níveis de concentração acima de 10 µg kg⁻¹. Os resultados de recuperação entre 70 e 120%, demonstraram a exatidão do método analítico. Os limites de detecção (LOD) para os analitos apresentaram valores entre 10 µg kg⁻¹ e 100 µg kg⁻¹. Os limites de quantificação (LOQ) ficaram entre 25 µg kg⁻¹ e 200 µg kg⁻¹.

Agradecimentos: FAPESP