

**Dissipação de permetrina em pepino
utilizando princípios de boas práticas
agrícolas e de laboratório**



**OBJETIVOS DE
DESENVOLVIMENTO
SUSTENTÁVEL**

12 CONSUMO E
PRODUÇÃO
RESPONSÁVEIS



**Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária
Embrapa Meio Ambiente
Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento**

**BOLETIM DE PESQUISA
E DESENVOLVIMENTO
83**

Dissipação de permetrina em pepino
utilizando princípios de boas práticas
agrícolas e de laboratório

*Robson Rolland Monticelli Barizon
Vera Lucia Ferracini
Sonia Cláudia de Nascimento Queiroz
Manoel Dornelas de Souza
Claudio Aparecido Spadotto
Debora Renata Cassoli de Souza Dutra*

**Embrapa Meio Ambiente
Jaguarúna, SP
2019**

Exemplares desta publicação podem ser adquiridos na:

Embrapa Meio Ambiente
Rodovia SP-340, Km 127,5, Tanquinho Velho
Caixa Postal 69, CEP: 13918-110, Jaguariúna, SP
Fone: +55 (19) 3311-2610
Fax: +55 (19) 3311-2640
www.embrapa.br/meio-ambiente/
SAC: www.embrapa.br/fale-conosco/sac

Comitê Local de Publicações
da Embrapa Meio Ambiente

Presidente
Ana Paula Contador Packer

Secretária-Executiva
Cristina Tiemi Shoyama

Membros
*Rodrigo Mendes, Ricardo A. A. Pazianotto,
Maria Cristina Tordin, Daniel Terao, Victor Paulo
Marques Simão, Joel Leandro de Queiroga,
Vera Lucia Ferracini, Marco Antonio Gomes*

Revisão de texto
Nílce Chaves Gattaz

Normalização bibliográfica
Maria de Cléofas Faggion Alencar, CRB-8/1658

Projeto gráfico
Carlos Eduardo Felice Barbeiro

Editoração eletrônica
Silvana Cristina Teixeira

Foto da capa
Freepik

1ª edição eletrônica (2019)

Todos os direitos reservados.

A reprodução não autorizada desta publicação, no todo ou em parte,
constitui violação dos direitos autorais (Lei nº 9.610).

Dados Internacionais de Catalogação na Publicação (CIP)
Embrapa Meio Ambiente

Dissipação de permetrina em pepino utilizando princípios de boas práticas e
de laboratório / Robson Rolland Monticelli Barizon... [et al.]. – Jaguariúna:
Embrapa Meio Ambiente, 2019.

16 p. il. color. – (Boletim de Pesquisa e Desenvolvimento / Embrapa Meio
Ambiente, 1516-4675; 83).

1. *Cucumis sativus* 2. Permetrina 3. GC-MS 4. *Minor crops* 5. Pepino I.
Barizon, Robson Monticelli. II. Ferracini, Vera. III. Queiroz, Sonia Cláudia de
Nascimento. IV. Souza, Manoel Dornelas de. V. Spadotto, Claudio Aparecido. VI.
Dutra, Debora Renata Cassoli de Souza. VII. Série.

CDD 632.05

© Embrapa, 2019

Sumário

Resumo	5
Abstract	6
Introdução.....	7
Material e Métodos	9
Resultados e Discussão	12
Conclusões.....	14
Agradecimentos.....	14
Referências	15

Dissipação de permetrina em pepino utilizando princípios de boas práticas agrícolas e de laboratório

Robson Rolland Monticelli Barizon¹

Vera Lucia Ferracini²

Sonia Claudia de Nascimento Queiroz³

Manoel Dornelas de Souza⁴

Claudio Aparecido Spadotto⁵

Debora Renata Cassoli de Souza Dutra⁶

Resumo - Este trabalho teve como objetivo realizar testes de campo e de laboratório, utilizando os princípios das boas práticas de laboratório (BPL) e boas práticas agrícolas (BPA). Esses princípios foram criados para harmonizar procedimentos e garantir a aceitação dos resultados em diferentes países e regiões da Organização para Cooperação e Desenvolvimento Econômico (OCDE), além de serem obrigatórios para registro de agrotóxicos. Para adequar à instalação de teste desses princípios foi realizado um estudo de campo com aplicação de permetrina no cultivo de pepino, que é considerado uma cultura com suporte fitossanitário insuficiente (ou *minor crops*). Este pesticida foi selecionado por duas razões: (a) vem sendo detectado nos programas de monitoramento, e (b) trata-se de um produto não registrado para esta cultura. Após a aplicação do produto formulado Talcord 250 na cultura, amostras foram coletadas após 5, 10 e 21 dias de aplicação e os resíduos de permetrina foram quantificados por cromatografia gasosa acoplada à espectrometria de massas em série (GC-MS/MS). Observou-se através da curva de dissipação que após 17 dias de aplicação do produto houve o decaimento dos resíduos de permetrina, cujo valor encontrado estava abaixo do limite de quantificação do método, $0,005 \text{ mg Kg}^{-1}$. Os resultados obtidos servirão para subsidiar a adequação do Laboratório de Resíduos e Contaminantes (LRC) e o campo experimental (CE) da Embrapa Meio Ambiente, em Jaguariúna, SP, em BPL, de modo a consolidar competências para dar suporte fitossanitário às *minor crops*.

Termos para indexação: *Cucumis sativus*; permetrina; GC-MS/MS; boas práticas de laboratório, boas práticas agrícolas.

¹ Engenheiro-agrônomo, doutor em Solos e Nutrição de Plantas, pesquisador da Embrapa Meio Ambiente, Jaguariúna, SP.

² Química, doutora em Química Orgânica, pesquisadora da Embrapa Meio Ambiente, Jaguariúna, SP.

³ Química, doutora em Química Analítica, pesquisadora da Embrapa Meio Ambiente, Jaguariúna, SP.

⁴ Engenheiro-agrônomo, doutor em Solos e Nutrição de Plantas, pesquisador da Embrapa Meio Ambiente, Jaguariúna, SP.

⁵ Engenheiro-agrônomo, doutor em Geociências e Meio Ambiente, pesquisador da Embrapa, Brasília, DF.

⁶ Química, doutora em Química Analítica, analista da Embrapa Meio Ambiente, Jaguariúna, SP.

Dissipation of permethrin in cucumber using principles of good agricultural and laboratory practices

Abstract - This work had the objective of conducting field and laboratory tests, using the principles of Good Laboratory and Agricultural Practices. These principles were created to harmonize procedures and ensure acceptance of results in different OECD countries and regions and are also mandatory for registration of pesticides. To fit the test facility to these principles, a field study was carried out with the application of permethrin in cucumber cultivation, which is considered a crop with insufficient phytosanitary support (or *minor crops*). This pesticide was selected for two reasons: (a) it has been detected in the monitoring programs, and (b) it is a product not registered for this crop. After application of a formulated product Talcord 250 in the culture, samples were collected after 5, 10 and 21 days of application and the permethrin residues were quantified by gas chromatography coupled to mass-mass spectrometry (GC-MS / MS). It was observed through the dissipation curve that after 17 days of application of the product there was decay of the permethrin residues, whose value found was below the limit of quantification of the method, 0.005 mg kg⁻¹. The results obtained will serve to subsidize the adequacy of the Laboratory of Residues and Contaminants (LRC) and the experimental field (CE) of Embrapa Environment, in Jaguariúna, SP in GLP, in order to consolidate competences to give phytosanitary support to *minor crops*.

Keywords: *Cucumis sativus*; permethrin, GC-MS/MS, good practice of laboratory.

Introdução

Os programas de monitoramento de resíduos de pesticidas apontam basicamente dois problemas: detecção da presença de um pesticida em nível acima do limite máximo de resíduo (LMR), e detecção da presença de um composto não autorizado para a cultura. Como definição, um limite máximo de resíduos (LMR) é o nível máximo de resíduos de um pesticida legalmente permitido na alimentação humana ou animal quando são corretamente aplicados de acordo com as boas práticas agrícolas (FAO, 2019).

No monitoramento de resíduos de pesticidas em alimentos, ocorrido no período de 2013 a 2015, realizado pelo Programa de Análise de Resíduos de Pesticidas em Alimentos (PARA), coordenado pela Agência Nacional de Vigilância Sanitária, foram analisadas 12.051 amostras de 25 alimentos de origem vegetal representativos da dieta da população brasileira (Agência Nacional de Vigilância Sanitária, 2016). O PARA contribui para a segurança dos alimentos, orienta as cadeias produtivas sobre as inconformidades existentes em seu processo produtivo, e incentiva a adoção das boas práticas agrícolas (BPA). As amostras analisadas são coletadas em estabelecimentos varejistas localizados nas capitais de todo território nacional. Foram monitorados 232 pesticidas nas amostras coletadas. Entre as 2.371 amostras insatisfatórias, 452 apresentaram irregularidades com relação à presença de resíduos de pesticidas não autorizados para a cultura, em concentrações inferiores a 0,01 mg kg⁻¹, o que representa 19,1% do número de amostras insatisfatórias e 3,75% do número total de amostras analisadas. Neste mesmo período foram monitoradas 1.676 amostras de alimentos da categoria das hortaliças não folhosas, como abobrinha, pepino, pimentão e tomate. Mais especificamente, no caso do pepino foram analisadas 487 amostras, sendo que 138 amostras apresentaram pesticidas não autorizados para a cultura, e destas, 25 amostras foram inferiores à concentração de 0,01 mg Kg⁻¹.

O pepino, por ser uma cultura de pequena escala, é considerado uma cultura com suporte sanitário insuficiente, também chamado de *minor crops*, onde a maioria dos produtos utilizados não possuem registros, levando assim, à irregularidade por utilizar produtos não autorizados para a sua cultura.

Para contornar este problema há necessidade de registrar produtos para essas culturas. Sendo assim, é necessário um conjunto de procedimentos,

consagrados nas BPA e nas BPL para que o registro seja obtido. O estudo de dissipação de pesticida faz parte de uma das etapas para obtenção do registro de um agrotóxico em uma determinada cultura para estabelecer o LMR, e também, para o conhecimento do comportamento do pesticida aplicado na cultura.

Na literatura encontram-se diversos estudos de dissipação de pesticidas em variadas culturas (Passos; Reis, 2013), porém, poucos são os relatos com adequação às BPL. Para desenvolver este estudo foi realizado uma adequação no LRC e no CE da Embrapa Meio Ambiente para atender às aplicações das normativas da BPL do Instituto Nacional de Metrologia, Qualidade e Tecnologia (INMETRO). Os documentos relacionados, tais como: NIT-DICLA 034, NIT-DICLA 035, NIT-DICLA 036 a NIT-DICLA 041 e NIT-DICLA 043 a 045, foram utilizados para consolidar competências para dar suporte fitossanitário às *minor crops* (Inmetro, 2011a, 2011b, 2011c, 2011d, 2011e, 2011f). Salienta-se que a BPL tem por objetivo a organização dos processos e das condições sob as quais os estudos de laboratório são planejados, executados, monitorados, registrados e relatados.

Este trabalho teve como objetivo apresentar os resultados de um dos estudos realizados durante o processo de capacitação e adequação da norma no campo experimental e laboratório. Por conseguinte, foi realizada a determinação de resíduos de permetrina na cultura de pepino (*Cucumis sativus L.*), sendo este ensaio realizado no CE da Embrapa Meio Ambiente. A escolha da substância-teste baseou-se nos resultados do PARA em 2010, devido à detecção de permetrina em pepino, cultura essa que não possui o LMR estabelecido para a permetrina (Agência Nacional de Vigilância Sanitária, 2011).

Este trabalho colabora com os Objetivos de Desenvolvimento Sustentáveis (ODS), contribuindo para o ODS 12 que visa assegurar padrões de produção e de consumo sustentáveis.

Materiais e métodos

Instalação do experimento

O experimento foi instalado no dia 16/09/2011 e conduzido no campo experimental da Embrapa Meio Ambiente em local assegurado quanto a nenhuma aplicação de produtos químicos do grupo dos piretroides. A área do experimento possui altitude de 593 m, latitude de 22°42'49.73S sul, longitude de 47°1'18.73S oeste, em solo argilo distrófico. O plano de estudo foi elaborado a fim de atender as exigências do Ministério da Saúde/ANVISA – RDC no 216 de 15/12/2006 (Agência Nacional de Vigilância Sanitária, 2006).

Aplicação do agrotóxico

O tratamento correspondeu a uma única aplicação da substância teste, o produto comercial Talcord 250, que continha em sua formulação o ingrediente ativo permetrina, na dosagem de 150 mL ha⁻¹. A calda de pulverização contendo a substância teste foi aplicada em área determinada para a parcela tratada, obedecendo às mesmas condições empregadas na prática de campo. Desta forma, foi efetuada uma única aplicação, com intervalo de segurança de 21 dias.

O delineamento experimental foi realizado em parcelas-controle e testemunha de 19 m x 2 m, separadas entre si em 5m, onde foram realizados os cultivos. Foi aplicado o produto Imidacloprida (Kohinor 200 SC) registrado para a cultura do pepino, para a manutenção das parcelas, e não pertencia ao mesmo grupo químico da permetrina (piretroides). O equipamento utilizado foi um pulverizador de CO² ajustado conforme as condições e necessidades descritas no plano de estudo, seguindo os requisitos da “Aplicação dos princípios de BPL aos estudos de campo” (NIT-DICLA-034). Ressalta-se que antes de iniciar a pulverização, o equipamento foi testado, regulado e verificado para realizar os testes.

Os princípios de BPL necessitam atender as exigências da ANVISA conforme as orientações da Resolução RDC 216 (Agência Nacional de Vigilância Sanitária, 2006), DOQ-CGCRE-008,- Revisão 7, INMETRO (2018). Essas orientações se referem aos ensaios aplicados nas instalações-teste

que necessita de um diretor de estudo que, neste caso foi um pesquisador da Embrapa Meio Ambiente.

O diretor de estudo garantiu que as atividades fossem executadas de acordo com o plano elaborado, e que todas as amostras coletadas fossem protegidas durante o manuseio e armazenamento. Verificou-se, também, se as parcelas do estudo estavam localizadas onde não havia produtos interferentes, principalmente deriva. Na geração dos dados brutos, de outros registros, e de materiais arquivados verificou-se se foram empregadas práticas que poderiam prejudicar a validade do estudo. Um dos requisitos essenciais é a garantia de registros rastreáveis que permitam a repetição do estudo.

Coleta das amostras

As amostras de pepino foram coletadas aos 5, 10 e 21 dias da aplicação do produto nas parcelas-controle e tratadas. A primeira coleta foi realizada em 21/09/2011, a segunda em 26/09/2011 e a terceira em 07/10/2011. As amostras foram coletadas em todas as plantas das linhas centrais, excluindo uma linha das bordas laterais e três metros do início e do final das linhas centrais. Entre as amostras coletadas foram separadas 12 unidades de pepino. Após a colheita destas amostras, o material foi acondicionado em sacos plásticos duplos com as respectivas identificações e enviado imediatamente ao LRC. No laboratório, as amostras foram congeladas em câmara fria (-20 °C), e posteriormente processadas e homogeneizadas em um mixer (Robot Coupe, Blixer 3, França). Após a homogeneização, 1 kg das amostras foi armazenado em saco plástico devidamente identificado, etiquetado e mantido em freezer a -20 °C até o momento da análise.

Extração das amostras

A análise das amostras para determinação de resíduos de permetrina foram realizadas pelo método de extração QuEChERS (*Quick, Easy, Cheap, Effective, Rugged e Safe*) citrato (Anastassiades et al., 2007). Um total de 10 g da amostra foi pesado em um tubo de centrifuga de polipropileno (50 mL) e, após a adição de 10 mL de acetonitrila, os tubos foram agitados em um vórtex (Minishaker IKA, Brasil), na rotação de 1400 rpm por 1 min. Em seguida

foram adicionados 4,0 g de sulfato de magnésio anidro; 1,0 g de cloreto de sódio; 1,0 g de citrato de trissódio diidratado; e 0,5 g de hidrogenocitrato de dissódio sesqui-hidratado.

Após a agitação por 1 minuto, a amostra foi sonicada no ultrasson modelo 460/H (Transsonic, Alemanha) por 20 minutos, com gelo, e em seguida centrifugada (Thermo Scientific Heraeus-Multifuge 3L-R, Alemanha) por 5 minutos a 10.000 rpm, a 10 °C. O volume de 5 mL do sobrenadante foi transferido para um outro tubo da centrífuga de 10 mL, contendo 125 mg de Bondesil-PSA e 750 mg de sulfato de magnésio. Após a agitação da mistura por 30 segundos e centrifugação por 5 minutos a 10.000 rpm a 10 °C, retirou-se uma alíquota de 2 mL do sobrenadante que foi evaporado até a secura com nitrogênio. O extrato seco da amostra foi ressuspense em 0,5 mL de acetato de etila, e em seguida filtrado em filtro de PVDF da Millipore de 0,45 µm diretamente no vial. Após isto, a amostra foi injetada no cromatógrafo gasoso Agilent 7890, acoplado ao espectrômetro de massa tipo triplo quadrupolo, modelo Quattro Micro GC (Waters, Milford, EUA), com coluna CG MS (J&W Scientific, EUA) – DB 5MS (30 m x 0,250 mm x 0,25 µm).

Para verificar o efeito matriz, também conhecido como “aumento da resposta cromatográfica induzida pela matriz” (MATUSZEWSKI; CONSTANZER; CHAVEZ-ENG, 2003), a solução padrão de permetrina foi preparada no extrato de pepino (matriz) utilizado como testemunha. Assim, 2 mL do extrato da testemunha foi evaporado até a secura e ressuspense em 0,5 mL com a solução padrão de permetrina, preparada em acetato de etila. Em seguida foi agitado por 3 minutos, filtrado em seringa de 0,45 µm diretamente no vial e analisado no GC-MS/MS.

Validação do método analítico

A validação do método baseou-se em SANCO (2013), que estabelece os seguintes parâmetros: especificidade/seletividade, curva analítica, linearidade, sensibilidade, precisão, exatidão/recuperação, limite de detecção e limite de quantificação.

Para quantificar a permetrina no CG-MS/MS, tanto nos estudos de recuperação quanto nas análises de amostras, foram construídas curvas analíticas no extrato da matriz nas concentrações: 0,01; 0,02; 0,04; 0,08; 0,15;

0,20 e 0,25 $\mu\text{g mL}^{-1}$. As concentrações utilizadas para as curvas na validação correspondem ao padrão de permetrina, cuja composição é uma mistura de isômeros cis (40%) e trans (60%). As concentrações padrões dos pesticidas foram adicionadas aos extratos secos da matriz, isentas de pesticidas. O uso de curva na matriz foi selecionado para evitar os efeitos matriz que causam enriquecimento ou supressão do sinal obtido.

As amostras foram fortificadas em dois níveis, nas concentrações de 0,005 e 0,010 mg kg^{-1} , com pelo menos cinco repetições cada uma. As concentrações foram selecionadas de forma a atender ao menor LMR (0,010 mg kg^{-1}), estabelecido para pesticidas não registrados e/ou proibidos. O modo MRM (*Multiple Reaction Monitoring*) foi programado para selecionar duas transições, sendo uma para quantificação e outra para confirmação da permetrina em pepino, na concentração de 0,08 $\mu\text{g mL}^{-1}$.

Resultados e discussão

O equipamento CG-MS/MS foi utilizado na otimização do método, e inicialmente foram realizadas injeções dos padrões do pesticida no modo scan para definir os íons precursores de cada pesticida. Ao utilizar a função daughter mode foram estabelecidas duas transições conhecidas como íons produtos, e as energias de colisão (CE) foram diferenciadas para definir a voltagem mais adequada. O *dwell time* de 0,2 s. foi ajustado para garantir a sensibilidade do método. Definidas as transições, o modo de monitoramento seletivo de reações (SEM) estabeleceu e monitorou as transições 183>153 (quantificação) e 183>168 (confirmação). No sistema cromatográfico o modo de injeção PTV (*programmable temperature vaporization*) foi utilizado para volumes de 2 μL .

O método de extração QuEChERS seguido de análise por GC-MS/MS para determinação de resíduos de permetrina foi validado e mostrou ser simples, rápido e confiável. Todos os parâmetros de validação ficaram dentro dos critérios de aceitação (SANCO, 2013).

Com a finalidade de se estabelecer a porcentagem de recuperação, foram analisadas amostras de testemunha fortificadas com permetrina em dois níveis, 0,005 e 0,010 mg kg^{-1} , com cinco repetições, atendendo os requisitos

da RDC 216 (Agência Nacional de Vigilância Sanitária, 2006). Os percentuais das recuperações analíticas da cis-permetrina e trans-permetrina estão na faixa de 74,2 a 76,2% demonstrando que os resultados estão dentro do exigido, ou seja, entre 70 - 120% (SANCO, 2013). Os valores da repetitividade expressos como coeficientes de variação (CV) estão na faixa de 2,4 a 4,8 dentro dos critérios de aceitação (<20%). O valor de limite de quantificação (LQ) do método para 10 g de amostra de pepino foi de 0,005 mg kg⁻¹ para a permetrina (soma dos isômeros cis e trans).

A Figura 1 mostra as curvas analíticas na matriz para os isômeros cis e trans-permetrina. Observa-se que foi obtida linearidade, com coeficientes de determinação maiores que 0,99, portanto adequados para ser usado na quantificação.

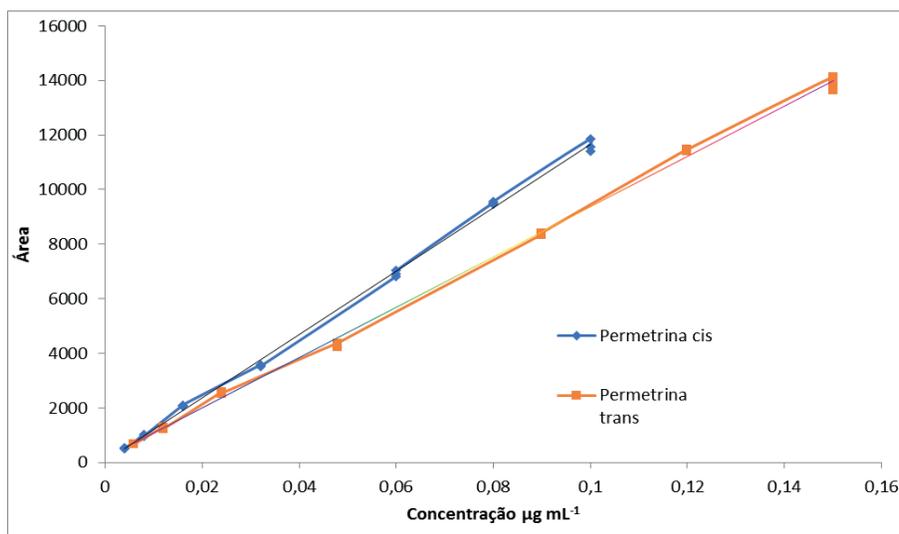


Figura 1. Curva analítica na matriz para cis e trans permetrina.

Na Figura 2 tem-se o perfil de dissipação da permetrina em pepino, mostrando o decaimento dos resíduos versus os dias de coleta de 5, 10 e 21 após a aplicação. Observou-se que após 17 dias de aplicação, o valor encontrado para resíduos remanescentes de permetrina foi abaixo do limite de quantificação, que é de 0,005 mg kg⁻¹. O resultado obtido de meia-vida para a permetrina (17 dias) está bem próximo ao valor de 14 dias obtido por Organização Mundial de Saúde (1990).

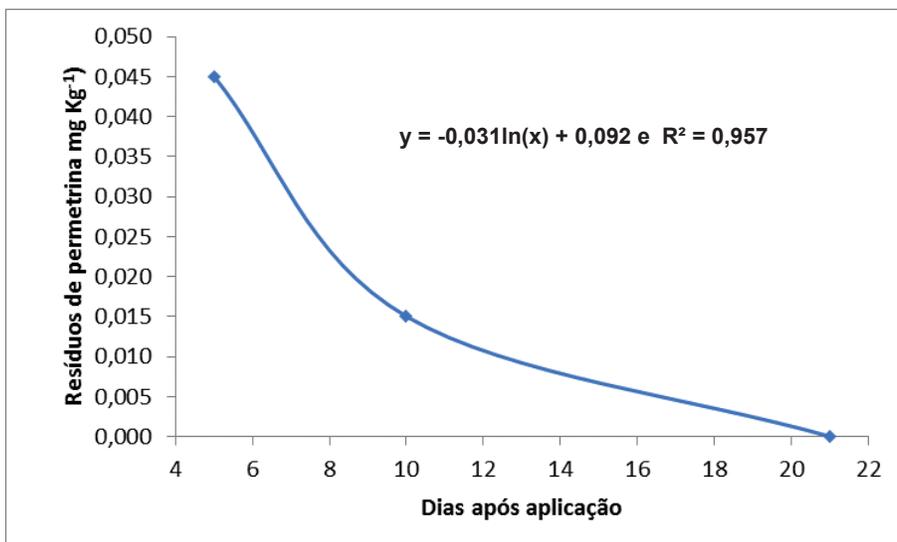


Figura 2. Curva de dissipação de permetrina (isômeros *cis* e *trans*).

Conclusões

A permetrina mostrou ser pouco persistente ($DT_{50} = 17$ dias) nas condições estudadas. Esse é o tempo necessário, após a aplicação do produto, para a colheita do pepino ser realizada.

Com esse estudo um grande avanço foi dado para uma possível aplicação dos princípios da BPL e BPA aos estudos na Embrapa Meio Ambiente.

Agradecimentos

Ao CNPq pelo financiamento do projeto: 578340/2008-9 e a Embrapa pelo apoio e suporte técnico.

Referências

ANASTASSIADES, M.; SCHERBAUM, E.; TASDELEN, B.; STAJNBAHER, D. Recent developments in QuEChERS methodology for pesticide multiresidue analysis. In: OHKAWA, H. M. H.; LEE, P. W. (Ed.). **Pesticide chemistry**: crop protection, public health, environmental safety. Weinheim: Wiley-VCH, 2007. p. 439-458.

AGÊNCIA NACIONAL DE VIGILÂNCIA SANITÁRIA (Brasil). **Programa de Análise de Resíduos de Agrotóxicos em Alimentos (PARA)**: relatório de atividades de 2010. Brasília, DF: 2011. 26 p. Disponível em: <<http://portal.anvisa.gov.br/programa-de-analise-de-registro-de-agrotoxicos-para>>. Acesso em: 8 nov. 2016.

AGÊNCIA NACIONAL DE VIGILÂNCIA SANITÁRIA (Brasil). **Programa de Análise de Resíduos de Agrotóxicos em Alimentos (PARA)**: relatório de atividades de 2013 -2015. Brasília, DF: 2016. 246 p. Disponível em: <<http://portal.anvisa.gov.br/programa-de-analise-de-registro-de-agrotoxicos-para>>. Acesso em: 14 ago. 2018.

AGÊNCIA NACIONAL DE VIGILÂNCIA SANITÁRIA (Brasil). Resolução da Diretoria Colegiada, RDC nº 216, de 15 de dezembro de 2006. Dispõe sobre estudos de resíduos de agrotóxicos e afins, em produtos de origem vegetal e cogumelos in natura, apresentados pelos requerentes e titulares do registro. **Diário Oficial da União**, 18 dez. 2006. Seção I, p. 65-67.

FAO. **Maximum residue limits**. Rome: 2018. 46 p. Disponível em: <<http://www.fao.org/fao-who-codexalimentarius/codex-texts/maximum-residue-limits/en/>>. Acesso em: 07 jun. 2019.

INMETRO. **DOQ-CGCRE-008-07**: Orientação sobre validação de métodos analíticos: documento de caráter orientativo: revisão 07, Julho, 2018. Rio de Janeiro, 2018.

INMETRO. **NIT DICLA 034**: aplicação dos princípios de BPL aos estudos de campo. Rio de Janeiro, 2011a.

INMETRO. **NIT DICLA 035**: princípios das boas práticas de laboratório: BPL. Rio de Janeiro, 2011b.

INMETRO. **NIT DICLA 036**: papel e responsabilidade do diretor de estudo em estudos BPL. Rio de Janeiro, 2011c.

INMETRO. **NIT DICLA 041**: garantia da qualidade e BPL. Rio de Janeiro, 2011d.

INMETRO. **NIT DICLA 043**: aplicação dos princípios de BPL à organização e ao gerenciamento de estudos em múltiplas localidades (multi-sites). Rio de Janeiro, 2011e.

INMETRO. **NIT DICLA 045**: guia para autoridade de monitoramento em Boas práticas de laboratório orientação para preparo dos relatórios de inspeções BPL. Rio de Janeiro, 2011f.

MATUSZEWSKI, B. K.; CONSTANZER, M. L.; CHAVEZ-ENG, C. M. Strategies for the assessment of matrix effect in quantitative bioanalytical methods based on HPLC-MS/MS. **Analytical Chemistry**, v. 75, n. 13, p. 3019-3030, 2003.

ORGANIZAÇÃO MUNDIAL DE SAÚDE. **Environmental health criteria 94, Permethrin**. Genebra, 1990. Disponível em: <<http://www.inchem.org/documents/ehc/ehc/ehc94.htm>>. Acesso em: 20 mar. 2019.

PASSOS, F. R.; REIS, M. R. Resíduos de agrotóxicos em alimentos de origem vegetal: revisão. **Pesticidas**: Revista de Ecotoxicologia e Meio Ambiente, v.23, p. 49-58, 2013.

SANCO N°12571/2013 – European Commission. Guidance document on analytical quality control and validation procedures for pesticide residues analysis in food and feed. 2013.

URZEDO, A. P. F.M.; RIGITANO, R. L. de O.; GUERREIRO, M. C.; CASTRO, N. R. A. Dissipação do inseticida Tiametoxam em solos da região de Lavras-MG. **Pesticidas**: Revista de Ecotoxicologia e Meio Ambiente, v. 16, p. 31-38, 2006.

Embrapa

Meio Ambiente

MINISTÉRIO DA
AGRICULTURA, PECUÁRIA
E ABASTECIMENTO



PÁTRIA AMADA
BRASIL
GOVERNO FEDERAL