

Validação de metodologia para análise de resíduos de 39 pesticidas em amostras de morango por cromatografia gasosa acoplada ao espectrômetro de massa triplo quadrupolo

Débora Renata Cassoli de Souza, Vera Lúcia Ferracini, Sônia Cláudia N. Queiroz e Geane Trento Ferreira

debora@cnpma.embrapa.br

Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária, Embrapa Meio Ambiente

A análise multiresíduos de pesticidas tem sido muito utilizada por aumentar a capacidade de em um único método contemplar vários pesticidas. O uso da metodologia bastante difundida QuEChERS (Quick, Easy, Cheap, Effect, Rugged and Safe)[1] juntamente com a técnica de GC-MS/MS triplo quadrupolo são apresentadas neste trabalho mostrando os dados de validação de um método sensível para análise de 39 pesticidas monitorando duas transições para cada pesticida em amostras de morango. O equipamento de cromatografia gasosa- Agilent 7890 acoplado ao massa Waters Quattro Micro detector MS/MS foi utilizado na otimização do método onde foram realizados inicialmente injeções dos padrões de pesticidas no modo scan para definir os precursores de cada pesticida. Utilizando a função *daughter mode*, foram estabelecidas duas transições onde foram estabelecidas as energias de colisão (*CE*) diferenciadas para então definir a mais adequada. O *dwell time* foi ajustado para garantir a sensibilidade e pontos cromatográficos suficientes. No sistema de cromatografia gasosa, o modo PTV (*programmable temperature vaporization*) de injeção foi utilizado para volumes de injeção de 2µL em acetato de etila. Durante a validação do método, os limites de detecção (LD) 0,001mg Kg⁻¹ a 0,008mg Kg⁻¹ foram estabelecidos e dois níveis de fortificação foram validados utilizando cinco repetições cada. O menor nível foi o limite de quantificação (LQ) que variou de 0,01mg Kg⁻¹ a 0,1mg Kg⁻¹ e para nível 2, 0,02mg Kg⁻¹ a 1,00mg Kg⁻¹. Os cálculos de quantificação foram realizados utilizando curva na matriz (*matrix-matched*) por apresentar aumento de sinal devido ao efeito da matriz apresentando faixa linear de trabalho ($r>0,99$). As recuperações variaram de 71,5 a 113,2% e com desvio padrão relativo (DPR_R) de até <13,6%.

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