

## Estudos preliminares de validação de um método multi-resíduos de determinação de pesticidas em vegetais com extração por QuEChERS e quantificação por GC-TOF/MS

**Elizete Cardoso<sup>1,2</sup>, Susana Luz<sup>1</sup>, Dulce Geraldo<sup>2</sup>**

<sup>1</sup> INRB, IP, Quinta do Marquês, Oeiras, Oeiras, 2784-505, Portugal

<sup>2</sup> Departamento de Química, Campus de Gualtar, 4710-057 Braga, Portugal  
elicardoso3@hotmail.com

As frutas e os legumes constituem uma parte importante de uma dieta saudável e a presença de resíduos de pesticidas nos vegetais tem vindo a ser uma preocupação devido aos possíveis efeitos adversos à saúde dos seres humanos. A técnica mais difundida para a análise multi-resíduo de pesticidas em produtos de origem vegetal é a cromatografia (gasosa e líquida) com acoplamento à espectrometria de massa que permite efetuar a identificação e/ou confirmação mesmo em concentrações extramente baixas.

Neste trabalho, realizaram-se estudos prévios para avaliação do desempenho do método *QuEChERS - Quick, Easy, Cheap, Effective, Rugged and Safe*<sup>(1), (2)</sup> em frutos, vegetais e cereais, com quantificação por GC-TOF/MS. Neste setor, aplicam-se as diretivas e critérios definidos no documento SANCO 12495, de 1 Janeiro de 2012<sup>(3)</sup>, bem como os requisitos gerais da Norma NP EN ISO 17025<sup>(4)</sup>. Traçaram-se retas de calibração para 95 compostos, utilizando padrões mistos preparados em extrato de pepino para ajuste de matriz. Para cada composto avaliou-se a linearidade, gama de trabalho, sensibilidade e limiares analíticos. Foram analisadas amostras de diversos tipos de matrizes e amostras fortificadas a diferentes níveis de concentração e em todas as sequências de análise foram inseridos padrões de controlo, com ajuste de matriz.

Verificou-se que 80 % dos compostos testados poderão vir a ser analisados em rotina pelo método QuEChERS/GC-TOF/MS, uma vez que demonstram potencialidades para atingir os limiares analíticos requeridos, para a maioria das matrizes (face aos Limites Máximo de Resíduos estabelecidos<sup>(5)</sup>), bem como recuperações médias aceitáveis nos ensaios fortificados (entre 70 e 120 %). Os valores de *match* e razão entre áreas dos iões selecionados referentes aos espectros de massa obtidos, foram calculados através do *software* do equipamento. A validação do método inclui a definição de critérios de aceitação para estes parâmetros, para a confirmação em rotina da identidade dos compostos.

Para efeitos de validação do limite de quantificação, precisão e exatidão, serão efetuados ensaios de fortificação adicionais, sendo recomendável a participação em ensaios interlaboratoriais, para efeitos de avaliação da exatidão. A incerteza expandida associada ao resultado é calculada, para cada composto, para um grau de confiança de 95 %.

### Referências bibliográficas:

- [1] S.J. Lehotay, K. Mastovska, A.R. Lightfield, (AOAC Official Method 2007.01). *J. AOAC Int*, 90 (2007) 485.
- [2] Norma EN 15662:2008 – Foods of plant origin - Determination of pesticide residues using GC-MS and/or LC-MS/MS following acetonitrile extraction/partitioning and clean-up by dispersive SPE - QuEChERS-method.
- [3] Documento SANCO/12495/2011 – Method validation and quality control procedures for pesticide residues analysis in food and feed.
- [4] NP EN ISO/IEC 17025 – Requisitos gerais de funcionamento de laboratórios de ensaios e calibração.
- [5] [http://ec.europa.eu/sanco\\_pesticides/public/index.cfm](http://ec.europa.eu/sanco_pesticides/public/index.cfm).