



Agrotóxicos em doces de frutas em pasta: determinação de resíduos por μ LC-QTRAP-MS/MS e estudo de estabilidade

Pesticides in fruit jams: residues determination by μ LC-QTRAP-MS/MS and stability study

RIALA6/1715

Reichert B. Agrotóxicos em doces de frutas em pasta: determinação de resíduos por μ LC-QTRAP-MS/MS e estudo de estabilidade. Santa Maria, RS. 2015. [Tese de Doutorado – Área de Ciência e Tecnologia dos Alimentos, Centro de Ciências Rurais. Universidade Federal de Santa Maria – UFSM]. Orientador: Ijoni Costabeber. Coorientadora: Ionara Regina Pizzutti

Este trabalho apresenta um método multirresidual para determinação de resíduos de agrotóxicos em doces de fruta em pasta. Para a obtenção de amostras homogêneas e de fácil manipulação preparou-se uma mistura dos doces de frutas e água ultrapura. O preparo das amostras foi feito utilizando o método QuEChERS modificado. Com o objetivo de diminuir o efeito matriz das amostras e pela alta detectabilidade do equipamento de cromatografia de micro vazão a líquido acoplada à espectrometria de massas híbrida triplo quadrupolo-armadilha de íons linear (μ LC-QTRAP-MS/MS) os extratos de acetonitrila foram diluídos na razão de 1:30 (v/v) antes da análise. A validação do método analítico foi feita pela análise de amostras de doces de uva fortificadas nas concentrações de 9 e 45 $\mu\text{g kg}^{-1}$. Dos 107 agrotóxicos avaliados 93 % obtiveram recuperações de 70 a 120 % e desvio padrão relativo $\leq 20\%$. Os limites de notificação foram de 9 e 45 $\mu\text{g kg}^{-1}$ para, respectivamente, 66 % e 26 % dos agrotóxicos avaliados, 5 % dos compostos não alcançaram os pré-requisitos necessários para a validação e não foram detectados nas concentrações estudadas. Após a validação do método, foram analisadas 51 amostras de doces de frutas provenientes do Brasil e da Espanha. Em 80 % das amostras foram detectados resíduos de agrotóxicos, 51 % destas continham no mínimo um agrotóxico em concentração maior que 10 $\mu\text{g kg}^{-1}$. Ainda, avaliou-se a estabilidade de cinco agrotóxicos no preparo de doces de frutas caseiros. Para isso, cinco tipos de frutas (laranja, maçã, morango, pera e pêssego) foram trituradas e fortificadas com uma mistura de carbendazim, clorpirifós, imidacloprido, iprodiona e propargito a 500 $\mu\text{g kg}^{-1}$. As frutas trituradas e fortificadas foram cozidas com açúcar e água (proporção de 5:5:2, m/m/m) em panela aberta sob fogo médio durante 30 min. O método QuEChERS modificado foi aplicado às frutas não fortificadas, às frutas fortificadas e aos doces de frutas caseiros. Os extratos dessas amostras foram analisados por cromatografia a líquido acoplada à espectrometria de massas híbrida quadrupolo de tempo de voo (LC-QTOF-MS), com o objetivo de verificar a presença dos metabólitos dos agrotóxicos e determinar componentes co-extraídos das matrizes. As amostras foram analisadas também por μ LC-QTRAP-MS/MS para comparar a concentração dos agrotóxicos nas frutas fortificadas com as nos doces de frutas correspondentes. A partir dessa relação foi possível estimar um fator de processamento para os agrotóxicos no preparo dos doces de frutas caseiros (concentração do agrotóxico no doce de fruta/concentração do agrotóxico na fruta fortificada).

Palavras-chave. doces de frutas em pasta, agrotóxicos, μ LC-QTRAP-MS/MS, LC-QTOFMS.

Tese disponível na Biblioteca do Centro de Ciências Rurais da
Universidade Federal de Santa Maria – UFSM
E-mail: ijonicostabeber@gmail.com