

# DESENVOLVIMENTO E VALIDAÇÃO DE MÉTODO MULTIRRESÍDUOS PARA DETERMINAÇÃO DE PESTICIDAS EM SUCO DE UVA UTILIZANDO QUECHERS POR LC-MS/MS

SOUZA<sup>1\*</sup>, D. F. de; SOUZA<sup>2</sup>, E. M. B.; SOUZA<sup>3</sup>, E. L. de

<sup>1</sup> Universidade do Oeste de Santa Catarina (Unoesc). Mestranda do Programa de Mestrado em Ciência e Biotecnologia. *E-mail*: deisefs@sc.senai.br

<sup>2</sup> Universidade do Oeste de Santa Catarina (Unoesc). Doutor em Química. *E-mail*: marcelborgesb@gmail.com

<sup>3</sup> Universidade do Oeste de Santa Catarina (Unoesc). Doutor em Ciência e Tecnologia Agroindustrial. *E-mail*: edson.souza@unoesc.edu.br

A cromatografia líquida (*Liquid chromatography*, LC) acoplada à espectrometria de massas (*mass spectrometry*, MS) é a ferramenta mais poderosa comumente utilizada no monitoramento de resíduos de pesticidas em alimentos, entre outras aplicações. Neste estudo, utilizou-se a técnica LC-MS/MS para o desenvolvimento e a validação de um método para a quantificação de multipesticidas em suco de uva. Os métodos de preparo das amostras, *AOAC Official Method 2007.01* e *Standard Method EN 15662* foram comparados e ambos os testes apresentaram resultados estaticamente equivalentes para amostras fortificadas a 3 ppm. Entre os parâmetros de validação, o efeito matriz foi testado para 26 pesticidas (Acefato, Clorpirifos, Dimetoato, Trifloxistrobina, Carbofurano, Azoxistrobina, Bifentrina, Boscalida, Cimoxanil, Clotianidina, Difenconazol, Diurom, Famoxadona, Fenamidona, Fenarimol, Imidacloprido, Indoxacarbe, Iprovalicarbe, Metalaxil, Tebuconazol, Tetraconazol, Tiametoxam, Triadimefom, Triadimenol, Deltametrina e Carbosulfano) comparando soluções padrão e extrato de amostra branca fortificado a 2 ppm; nenhum efeito matriz foi observado. O LMR aceitável estabelecido no Brasil para cada analito foi considerado para a construção das curvas de calibração. A 0,005 ppm, as médias da recuperação e do desvio padrão relativo foram 101% e 16%, respectivamente. A 2 ppm, as médias da recuperação e do desvio padrão relativo foram 112% e 11%, respectivamente. A repetitividade foi testada em três concentrações, 0,005 ppm, 0,1 ppm e 2 ppm, e as médias de coeficientes de variação foram 16,4%, 20,7% e 10,8%, respectivamente. A precisão intermediária foi testada em três concentrações, 0,005 ppm, 0,1 ppm e 2 ppm, e as médias de coeficientes de variação foram 14,5%, 20,3% e 11,4%. Os limites de quantificação foram determinados como o ponto mais baixo da curva, no qual a média da recuperação ficou em 93%. Deltametrina e Carbosulfano foram excluídos do método por apresentarem recuperações inaceitáveis.

Palavras-chave: Multi pesticidas. Bebida. Espectrometria de Massa.

Financiador: Serviço Nacional de Aprendizagem Industrial – Senai/SC.

## **DEVELOPMENT AND VALIDATION OF METHOD FOR DETERMINATION OF MULTYPESTICIDES IN GRAPE JUICE USING QUECHERS AND LC -MS / MS**

SOUZA<sup>1\*</sup>, D. F. de; SOUZA<sup>2</sup>, E. M. B.; SOUZA<sup>3</sup>, E. L. de

<sup>1</sup> Universidade do Oeste de Santa Catarina (Unoesc). Mestranda do Programa de Mestrado em Ciência e Biotecnologia. *E-mail*: deisefs@sc.senai.br

<sup>2</sup> Universidade do Oeste de Santa Catarina (Unoesc). Doutor em Química. *E-mail*: marcelborgesb@gmail.com

<sup>3</sup> Universidade do Oeste de Santa Catarina (Unoesc). Doutor em Ciência e Tecnologia Agroindustrial. *E-mail*: edson.souza@unoesc.edu.br

Liquid chromatography (LC) coupled to mass spectrometry (MS) serve as the most powerful analytical tool commonly used to monitor pesticide residues in food, among other applications. In this study, we used a LC-MS / MS technique for development and validation of a method for quantifying multipesticidas in grape juice. The methods of preparation of the samples, AOAC Official Method 2007.01 and Standard Method EN 15662 were compared and both tests showed statistically equivalent results for samples spiked to 3 ppm. Among the validation parameters the effect matrix was tested for 26 pesticides, (Acephate, Chlorpyrifos, Dimethoate, Trifloxystrobin, Carbofuran, Azoxystrobin, Bifenthrin, Boscalida, Cymoxanil, Clothianidin, Difenconazole, diuron, Famoxadone, Fenamidone, Fenarimol, Imidacloprid, Indoxacarb, Iprovalicarb, Metalaxyl, Tebuconazole, Tetraconazole, Thiamethoxam, Triadimefom, Triadimenol, Deltamethrin, Carbosulfan) comparing standard solutions and the white sample extract fortified 2ppm, no matrix effect has been observed. The acceptable MRL in Brazil for each analyte was considered for the construction of calibration curves. The 0005 ppm, the average recovery and relative standard deviation were 101% and 16%, respectively. The 2 ppm, the average recovery and relative standard deviation were 112% and 11%, respectively. The repeatability was tested in three concentrations 0,005ppm, 0,1ppm and 2ppm, the average coefficients of variation were 16.4%, 20.7% and 10.8%, respectively. Intermediate precision was tested in three concentrations 0,005ppm, 0,1ppm and 2ppm, the average coefficients of variation were 14.5%, 20.3% and 11.4%, respectively. The limits of quantification (LOQs) were defined as the lowest calibration level, where the average of recoveries, at the LOQs, was 93%. Deltamethrin and Carbosufano were excluded from the method for presenting unacceptable recoveries.

Keywords: Multi pesticides. Drinks. Mass Spectrometry.

Financiador: Serviço Nacional de Aprendizagem Industrial – Senai/SC.