

Determinação de agrotóxicos em milho empregando a técnica de extração QuEChERS e determinação por HPLC-DAD

Roberta Marques Rocha (PG), *Diogo Marcelino Campos Teixeira(IC), Sabrina Engelmann Schneider (PG), Paula de Oliveira Ferreira (IC), Murilo dos Santos Camargo (IC), Márcia Helena Scherer Kurz (TC), Fábio Ferreira Gonçalves (PQ).

Diogomc2_14@hotmail.com

Universidade Federal do Rio Grande, campus Santo Antônio da Patrulha

Palavras Chave: Milho, Quechers, agrotóxicos, HPLC-DAD

Introdução

O milho (*Zea Mays*) é um cereal amplamente utilizado na dieta humana e em rações animais, muito energético e consumido de diversas maneiras, porém somente 5% é utilizado na dieta humana in natura o restante chega a dieta por meio de carnes e produtos secundários^[1]. É a segunda maior cultura do país sendo o Brasil o terceiro maior produtor do mundo.^[2] Essa cultura entretanto pela primeira vez em três décadas rendeu mais toneladas que a soja, um dos fatores que influenciaram significativamente foi o controle químico de pragas, pois essas perdas chegam a 1 milhão de toneladas por ano o que equivale a uma redução de 20 a 30% na produção. No Brasil temos um controle da utilização desses agrotóxicos através das LMR (limite máximo de resíduos) pela ANVISA, no caso do milho são permitidos 70 tipos de Agrotóxicos.^{[3][4][5][6]}

Neste trabalho é descrito a otimização de uma metodologia analítica para a determinação dos agrotóxicos atrazina, clomazone, diuron, fipronil e malation em milho a partir de otimização da técnica de extração QuEChERS^{[7][8]} e determinação por HPLC em amostras de milho de produtores locais e comercio de Santo Antônio da Patrulha- RS. O preparo da amostra é uma etapa fundamental do procedimento analítico e a técnica QuEChERS, do inglês *QUick Easy CHEap Effective Rugged Safe* (Rápido, Fácil, Barato, Eficaz, Robusto, Seguro) apresenta as vantagens de utilizar pequena quantidade de amostra, pouco volume de solventes orgânicos, permitindo extração e *clean-up* em uma única etapa, além do baixo custo e rapidez^[9]

Resultados e Discussão

Para determinação dos agrotóxicos citados por HPCL foi empregada coluna Brownlee Analytical C18 (150 x 4,6 nm), fase móvel composta por Acetonitrila:Água ultrapura acidificada com ácido fosfórico pH 3 utilizando gradiente. A extração por QuEChERS foi realizada utilizando como etapa de *clean-up* C18, sulfato de magnésio e PSA. As amostras foram fortificadas em três níveis 50 µg.kg⁻¹, 75 µg.kg⁻¹, 100 µg.kg⁻¹, o LOD foi de 25 µg.kg⁻¹ e LOQ foi de 50 µg.kg⁻¹, as recuperações foram de 60% a 120 % . O método foi adequado utilizando pequenas quantidades de amostra, consumindo

pouco volume de solventes orgânicos, apresentando simplicidade, baixo custo e alta sensibilidade para matrizes com baixa concentração de analitos. A amostra de milho foi inicialmente moída juntamente com a água em uma relação 1:2. As amostras "branco" foram submetidas a uma análise por GC/MS-MS, não detectando a presença dos compostos estudados.

Conclusões

O método demonstrou-se adequado para as amostras de milho pois os resultados encontrados dos limites de quantificação está em acordo com as LMR da Anvisa, podendo ser considerado um método a ser utilizado para matriz de milho.

Agradecimentos

CAPES, CNPQ, FURG, MEC, LARP/UFSM

[1] EMATER. Associação Riograndense de Empreendimentos de Assistência Técnica e Extensão Rural. Disponível em <http://www.emater.tche.br/site/br/artigos-Technicos.htm> acesso em 03 de março de 2012.

[2] EMBRAPA Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária – Divisão de Milho e Sorgo Disponível em <<http://www.cnpms.embrapa.br/milho/cultivares/index.php> > acessado em 30 de junho de 2012

[3] ANVISA. Agência Nacional de Vigilância Sanitária. Programa de Análise de Resíduos de Agrotóxicos em Alimentos (PARA) Acesso em: <<http://www.anvisa.gov.br/toxicologia/residuos/index.htm>> acesso em 30 de junho 2012.

[4] ANVISA. Agência Nacional de Vigilância Sanitária. Sistema de Informação sobre Agrotóxicos- SAI, Modulo Pós-Registro>. Disponível em: <<http://www.anvisa.gov.br/toxicologia/sia.htm>> acesso em 30 de junho 2012.

[5] ANVISA. Agência Nacional de Vigilância Sanitária. Programa de Análise de Resíduos de Agrotóxicos em Alimentos (PARA) Disponível em: <http://www.anvisa.gov.br/reblas/para/controlado_qualidade.pdf > acesso em 30 de junho 2012.

[6] PRESTES, O.D.P., FRIGGI, C.A, ADAIME, M.B., ZANELLA R. QuEChERS – Um método moderno de preparo de amostra para determinação multiresíduo de pesticidas em alimentos por métodos cromatográficos acoplados a espectrometria de massas. Química Nova vol. 32, n° 6, 1620-1634, 2009