

Método multirresíduo de agrotóxicos em água destinada ao consumo humano por LC-HRMS (ORBITRAP™)

Nakano, VE¹, Ossugui, M¹, Ferreira, CP¹, Santa Cruz, LM¹, Costa, AR¹, Kimura, IA¹, Bustillos, JOWV², Alaburda J¹

1 Instituto Adolfo Lutz, Av. Dr. Arnaldo, 355, S Paulo-SP, Brasil – viviane.fukasawa@ial.sp.gov.br

2 Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares/USP, Av. Lineu Prestes, 2242, Cidade Universitária, S Paulo-SP, Brasil

Palavras-chave: água, agrotóxicos, LC-HRMS/Orbitrap

O presente trabalho apresenta um método simples e rápido para a determinação por injeção direta de 68 ingredientes ativos (i.a.) de agrotóxicos em água para consumo humano, empregando cromatografia líquida acoplada ao espectrômetro de massas de alta resolução (LC-HRMS/Orbitrap). A técnica por injeção direta dispensa o tratamento prévio ou concentração da amostra, reduz o consumo de solventes e elimina possíveis perdas de analitos. O analisador de massas Orbitrap possui resolução e sensibilidade elevadas, alta especificidade na identificação de compostos por meio da massa exata e permite a determinação simultânea de resíduos de agrotóxicos de diferentes classes e propriedades físico-químicas.

Para a identificação e quantificação dos i.a. foi utilizado cromatógrafo a líquido de ultra-performance (UHPLC) Ultimate 3000 Dionex acoplado ao analisador de massas Exactive Plus Orbitrap™ Thermo Scientific, coluna analítica Hypersil Gold C18 aQ Thermo Scientific, fonte de ionização por *electrospray* com aquecimento (HESI) e aquisição dos dados nos modos positivo e negativo. O erro aceitável de exatidão de massas foi de até 5ppm. O método foi realizado em *Full MS* e *All Ion Fragmentation* (AIF), numa faixa de massas entre 60 e 900m/z com resolução de aquisição de 35000 e 17500, respectivamente, tempo de análise de 12 minutos. Para as análises, à amostra de água foram adicionados ácido fórmico 0,1% (v/v) e metanol 0,5% (v/v). A validação do método multirresíduo foi realizada por ensaios de recuperação, avaliando exatidão, precisão, linearidade, limites de detecção (LD) e de quantificação (LQ). A avaliação de desempenho e critérios de aceitação foram baseados nos descritos da SANTE 11813/2017. As curvas analíticas para todos os compostos foram obtidas em triplicata, na faixa de concentração de 0,2 a 50 µg.L⁻¹, com exceção dos i.a. atrazina e simazina, cuja faixa de trabalho foi de 0,06 a 16 µg.L⁻¹. Os limites de detecção e de quantificação foram

estabelecidos por estudos estatísticos e variaram de 0,19 a 2,12 µg.L⁻¹, e de 0,56 a 6,53 µg.L⁻¹, respectivamente. Os valores de LQ obtidos dos ativos constantes na Portaria de Consolidação MS-GM nº 05/2017 (Brasil, 2017) analisados neste trabalho estão abaixo dos limites máximos estabelecidos. Sob condições de repetibilidade (N=5), as médias das recuperações dos i.a. nos níveis de fortificação 0,5; 1; 2; 5 e 40 µg.L⁻¹, e para a atrazina e simazina em 0,16; 0,32; 0,64; 1,6 e 12,8 µg.L⁻¹, variaram de 75,07% a 123,06% e DPR de 0,74 a 23,02%. As amostras em branco não apresentaram interferentes dos compostos estudados (efeito matriz).

O método multirresíduo para análise de 68 i.a. de agrotóxicos por injeção direta em LC-HRMS mostrou-se eficiente, simples, rápido, sensível e confiável para a análise de amostras de água.

A implantação da metodologia terá aplicações relevantes para a área de Saúde Pública e permitirá o desenvolvimento de novas pesquisas referentes à contaminação de água para consumo humano. Os resultados obtidos poderão subsidiar as ações de vigilância sanitária, bem como proporcionar dados que contribuam e incentivem a revisão das legislações vigentes.

Agradecimentos

Agradecemos à Antonia Lima Silva pelo apoio laboratorial.

Referências

- Brasil. Ministério da Saúde. Portaria n.º 05, de 28 de set. de 2017. Consolidação das normas sobre as ações e os serviços de saúde do Sistema Único de Saúde. DOU, Poder Executivo, Brasília, DF, 03 de out. 2017. Anexo 07 do anexo XX, p. 394-396.
- European Commission Decision. SANTE/11813/2017. Guidance document on analytical quality control and method validation procedures for pesticides residues analysis in food and feed.