**VALIDAÇÃO DE MÉTODO ANALÍTICO EMPREGANDO QuEChERS MODIFICADO E LC-MS PARA DETERMINAÇÃO DE AGROTÓXICOS EM LEITE BOVINO**

Miqueias de Castro da Silva (apresentador)[[1]](#footnote-1)

Endi Adriano Fures[[2]](#footnote-2)

Rafaela Bieger Muenchen[[3]](#footnote-3)

Liziara da Costa Cabrera[[4]](#footnote-4)

**Resumo:** O leite e seus derivados são consumidos em larga escala no Brasil devido ao seu alto teor de proteína, vitaminas e minerais. Para suprir essa demanda há produção em larga escala que trazem preocupações quanto à contaminações, tais como agrotóxicos. Desenvolver um método analítico para analisar resíduos de agrotóxicos em leite torna-se necessário para monitoramento da qualidade do leite. O desenvolvimento e validação do método QuEChERS modificado, junto com a Cromatografia Líquida acoplada a Espectrometria de Massas (CL-EM) para determinar resíduos de agrotóxicos em leite bovino foi o objetivo deste trabalho. Para os ensaios de otimização e validação foi utilizado leite comercial do tipo UHT como matriz branco. O método abrangeu 7 agrotóxicos (atrazina, piraclostrobina, epoxiconazol, ciproconazol, trifloxistrobina, tebuconazol e propiconazol). Para a otimização e validação do método QuEChERS proposto, 10 g de leite foram fortificados com padrão (mix com os 7 compostos) e extraídos com acetonitrila acidificada. Então, foram adicionados sais (MgSO4 e NaOAc) e feita agitação manual, e posteriormente a amostra foi centrifugada (1.590 rpm por 8 minutos a 5 °C). O sobrenadante passou por *clean-up* com C18 (o octadecilsilano é um composto químico ligante que, quando ligado a uma superfície de sílica, é usado para criar uma fase estacionária hidrofóbica em colunas de cromatografia líquida) e MgSO4, seguido de nova centrifugação e filtração com filtro de seringa PTFE (politetrafluoretileno) de 0,25 μm. O extrato final foi analisado por CL-EM da Central Analítica da UFFS, *Campus* Cerro Largo. A otimização se deu com a avaliação de três tratamentos diferentes (T1, T2 e T3). No T1 sendo aplicado nas amostras do leite comercial o método QuEChERS acetato excluindo a fase de limpeza, seguida de congelamento por 12 horas (*overnight*). No T2 realizou-se a mesma metodologia, porém utilizando C18 com MgSO4 sem congelar. No T3 foi uma combinação das metodologias anteriores (C18 + MgSO4 e congelamento). Na validação desta metodologia abrangeram-se os parâmetros de seletividade, linearidade, exatidão, precisão, limite de quantificação e efeito matriz, seguindo as diretrizes preconizadas no documento de orientação sobre validação de métodos analíticos do Instituto Nacional de Metrologia, Qualidade e Tecnologia (Inmetro). Os três testes apresentaram recuperação (70-120%) e RSD (< 20%) aceitáveis, exceto para um composto no teste T1. Assim, optou-se pelas condições testadas em T2 para seguir com ensaio de validação, pois este contém menor número de etapas. A metodologia proposta se mostrou seletiva e precisa, a avaliação demonstrou efeito matriz baixo a médio com 33% de supressão, sugerindo que a quantificação seja feita em uma curva na matriz. Ademais, o método proposto pode ser empregado nas análises de monitoramento da qualidade do leite bovino quanto à presença de resíduos dos agrotóxicos contemplados neste trabalho.

**Palavras-chave:** Pesticidas, Cromatografia, Fungicidas, Preparo de amostras.

**Categoria:** Química.

1. Acadêmico do Curso de Engenharia Ambiental e Sanitária, Universidade Federal da Fronteira Sul,

   *campus* Cerro Largo/RS, ([miqueias.castro18@outlook.com](mailto:miqueias.castro18@outlook.com)) [↑](#footnote-ref-1)
2. Mestrando em Ambiente e Tecnologias Sustentáveis, Universidade Federal da Fronteira Sul, *campus* Cerro Largo/RS, ([endiadrianofures@gmail.com](mailto:endiadrianofures@gmail.com)) [↑](#footnote-ref-2)
3. Graduada em Química Licenciatura, Universidade Federal da Fronteira Sul, *campus* Cerro Largo/RS, ([rafaelabmuenchen@gmail.com](mailto:rafaelabmuenchen@gmail.com)) [↑](#footnote-ref-3)
4. Professora Doutora, Universidade Federal da Fronteira Sul, *campus* Cerro Largo/RS ([liziara.cabrera@uffs.edu.br](mailto:liziara.cabrera@uffs.edu.br)) [↑](#footnote-ref-4)