

# Clorpirifós em cenoura: otimização, validação e análise de amostras reais

Cíntia Silva Tavares (IC)  
Simone Machado Goulart (PQ)

PIBIC  
CÂMPUS ITUMBIARA  
simone.goulart@ifg.edu.br

**Palavras-chave:** Toxicidade. Contaminação. ESL-PBT.

## Introdução

Devido ao crescimento da produção agrícola, houve a necessidade do aumento do uso de agrotóxicos para controle de pragas. Nesse cenário, o Brasil ocupa o primeiro lugar no ranking mundial desde 2008, sendo um fator preocupante devido aos problemas causados à saúde humana e ao meio ambiente.

A cenoura é uma hortaliça muito consumida pelos brasileiros, seja in natura ou processada e segundo a Agência Nacional de Vigilância Sanitária (ANVISA), no último Programa de Análises de Resíduos de Agrotóxicos (PARA) ciclo 2017-2018, foram constatadas detecções irregulares do agrotóxico clorpirifós, sendo esse proibido para o cultivo da cenoura. Nesse sentido, para analisar as cenouras comercializadas na cidade de Itumbiara-GO, realizou-se a otimização e validação do método extração sólido líquido com partição à baixa temperatura (ESL-PBT).

## Metodologia

De início, foi empregada a metodologia de extração do clorpirifós na cenoura utilizando o método de ESL-PBT, seguido de análise por Cromatografia Líquida de Alta Eficiência com detector ultravioleta (CLAE-UV), conforme metodologia proposta por Cardoso et al. (2021). Esse método foi escolhido por consumir apenas 2 mL de solvente e ter uma alta frequência analítica. Para a verificação da aplicabilidade do método, foram obtidas cenouras cultivadas sem aplicação de nenhum tipo de agrotóxico.

Na otimização foi utilizado o planejamento fatorial  $2^2$  para análise de dois fatores, em dois níveis: solvente extrator (acetonitrila ou metanol), e tipo de agitação (vórtex e banho ultrassônico).

Na validação foi utilizado o protocolo europeu para validação de métodos para análise de agrotóxicos em alimentos (SANTE, 2021). Verificou-se a seletividade, exatidão, precisão, linearidade, limite de detecção e quantificação. Após otimização e validação, analisou-se a presença de Clorpirifós em cenouras no comércio de Itumbiara-GO. Foram analisadas cenouras coletadas em quatro pontos diferentes, sendo três

supermercados e uma feira livre. Na análise instrumental, foi utilizado um cromatógrafo à líquido da Shimadzu (20-AT) com detector ultravioleta.

## Resultados e Discussão

O método se mostrou eficaz, visto que, todos os parâmetros analisados, como a seletividade, linearidade ( $r=0,9968$ ), precisão (desvio padrão relativo  $< 20\%$ ), exatidão (99,45% de recuperação do agrotóxico), limite de detecção e quantificação ( $0,05 \text{ mg.L}^{-1}$  e  $0,15 \text{ mg.L}^{-1}$ ), estavam dentro do permitido para validação de métodos analíticos. O melhor solvente foi acetonitrila com agitação por banho ultrassônico. Após otimização e validação, coletou-se cenouras de quatro pontos diferentes e foram submetidas ao método otimizado. Após as análises, constatou-se que as amostras de cenoura nos quatro pontos estavam contaminadas com o agrotóxico clorpirifós, em concentrações que variaram de 0,80 a 2,76 mg de clorpirifós por kg de cenoura, o que é um fator preocupante porque esse agrotóxico não é permitido para essa cultura podendo causar consequências à saúde humana e ao meio ambiente.

## Conclusões

O método otimizado e validado para a determinação do clorpirifós em amostra de cenoura, utilizando a técnica de ESL-PBT e análise por CLAE-UV, mostrou-se eficiente e prático. Desse modo, com poucas etapas, baixos volumes de solvente e amostra, foi possível identificar e quantificar o princípio ativo estudado. Em todas as amostras reais de cenoura, coletadas no município de Itumbiara-GO, foi detectado o clorpirifós.

## Referências Bibliográficas

Cardoso, A. T. et al. *Revista Química Industrial*. 1º semestre de 2021. p.45-43, 2021.

SANTE, Documento SANTE/11312/2021, *Analytical quality control and method validation procedures for pesticide residues analysis in food and feed*. 2021.