Recebido em: 09/07/2024 Aprovado em: 23/08/2024 Publicado em: 11/08/2025

CLORPIRIFÓS EM CENOURA: OTIMIZAÇÃO, VALIDAÇÃO E ANÁLISE DE AMOSTRAS REAIS¹

Cínthia Silva Tavares Rafael Caetano dos Santos Adilson Correia Goulart João Paulo Victorino Santos Simone Machado Goulart²

RESUMO

Devido ao crescimento da produção agrícola, houve a necessidade de aumentar o uso de agrotóxicos para o controle de pragas. Nesse cenário, o Brasil ocupa o primeiro lugar no ranking mundial desde 2008, algo preocupante devido aos problemas ocasionados à saúde humana e ao meio ambiente. A cenoura é consumida pelos brasileiros e, segundo a Agência Nacional de Vigilância Sanitária (ANVISA), no último Programa de Análises de Resíduos de Agrotóxicos (PARA) – plano plurianual 2017-2022, foram constatadas detecções irregulares do agrotóxico clorpirifós, proibido para o cultivo da cenoura. Nesse sentido, para analisar as amostras de cenouras comercializadas na cidade de Itumbiara, Goiás, Brasil, realizaram-se a otimização e a validação do método de Extração Sólido-Líquido com Partição à Baixa Temperatura (ESL-PBT). Os resultados demonstram que o método é eficaz, visto que todos os parâmetros analisados, como seletividade, linearidade (r=0,9968), precisão (Desvio Padrão Relativo –DPR < 20%), exatidão (99,45% de recuperação do agrotóxico), Limite de Detecção e Quantificação (LD e LQ) de 0,05 mg L⁻¹ e 0,15 mg L⁻¹ estavam em conformidade ao permitido para validação de métodos analíticos. Após otimização e validação, coletaram-se quatro amostras de cenoura em quatro pontos comerciais diferentes e submetidas ao método otimizado. Após as análises, notou-se que as amostras de cenoura em todos os pontos comerciais estavam contaminadas com o agrotóxico clorpirifós, em concentrações que variaram de 0,80 a 2,76 mg de clorpirifós por kg de cenoura, aspecto preocupante porque o agrotóxico não é permitido para essa cultura, com a possibilidade de causar consequências à saúde humana e ao meio ambiente.

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

CHLORPYRIPHOS IN CARROTS: OPTIMIZATION, VALIDATION AND ANALYSIS OF REAL SAMPLES

ABSTRACT

Due to the growth in agricultural production, there was a need to increase the use of pesticides for pest control. In this scenario, Brazil has been ranked first in the world since 2008, which is

¹Como citar este trabalho: TAVARES, Cínthia Silva; SANTOS, Rafael Caetano dos; GOULART, Adilson Correia; SANTOS, João Paulo Victorino; GOULART, Simone Machado. Clorpirifós em cenoura: otimização, validação e análise de amostras reais. ForScience, Formiga, v. 13, n. 2, e01337, jul./dez. 2025. DOI: 10.29069/forscience.2025v13n2.e1337.

²Autor correspondente: Simone Goulart, e-mail: <u>simone.goulart@ifg.edu.br</u>.

worrying due to the problems caused to human health and the environment. Carrots are consumed by Brazilians and, according to the National Health Surveillance Agency (ANVISA), in the last Pesticide Residue Analysis Program (PARA) – multi-year plan 2017-2022, irregular detections of the pesticide chlorpyrifos, which is prohibited for carrot cultivation, were found. In this sense, to analyze the carrot samples sold in the city of Itumbiara, Goiás, Brazil, the optimization and validation of the Solid-Liquid Extraction with Low Temperature Partition (ESL-PBT) method were carried out. The results demonstrate that the method is effective, since all the parameters analyzed, such as selectivity, linearity (r = 0.9968), precision (Relative Standard Deviation - RSD < 20%), accuracy (99.45% recovery of the pesticide), Limit of Detection and Quantification (LD and LQ) of 0.05 mg L⁻¹ and 0.15 mg L⁻¹ were in accordance with what is permitted for validation of analytical methods. After optimization and validation, four carrot samples were collected from four different commercial points and submitted to the optimized method. After the analyses, it was noted that the carrot samples from all commercial points were contaminated with the pesticide chlorpyrifos, in concentrations ranging from 0.80 to 2.76 mg of chlorpyrifos per kg of carrot, a worrying aspect because the pesticide is not permitted for this crop, with the possibility of causing consequences to human health and the environment.

Keywords: Toxicity. Contamination. SLE-LTP.

1 INTRODUÇÃO

Desde 2008, o Brasil ocupa o primeiro lugar no ranking mundial no uso de agrotóxicos (FROTA; SIQUEIRA, 2021), cujo excesso pode afetar o meio ambiente e a saúde humana, como infertilidade dos solos, contaminação dos lençóis freáticos, doenças provenientes da intoxicação ou exposição demasiada a esses compostos. Essas questões têm se tornado frequentes devido ao emprego exagerado e inadequado, além do acúmulo de resíduos de tais substâncias (ANHOLETI; OSÓRIO; VIEIRA, 2019).

Um estudo recente sobre a percepção da contaminação por agrotóxicos em estudantes de universidades que estudam agronomia e áreas afins concluiu que os futuros profissionais entendem a essencialidade de tais compostos tóxicos para a produção de alimentos. Segundo a pesquisadora, tal situação representa uma barreira para a implementação de estratégias agrícolas sustentáveis (QUIROGA, 2024).

Pertencente à família Apiaceae, a cenoura Dacus carota é uma das hortaliças mais consumidas pelos brasileiros, seja in natura ou processada (cortada e/ou congelada). De acordo com Carvalho et al. (2023), é uma das principais hortaliças cultivadas e consumidas no mundo em função da oferta constante durante o ano inteiro, bons preços ao consumidor, versatilidade culinária e características nutricionais; por conseguinte, a versatilidade no consumo atrai os produtores rurais e impulsiona a comercialização no país.

Nas análises realizadas pela Agência Nacional de Vigilância Sanitária (ANVISA), com dados publicados no Programa de Análise de Resíduo de Agrotóxicos (PARA) (ciclos 2017 e 2018) divulgados em 2019, 139 amostras apresentaram agrotóxicos não autorizados para a cultura da cenoura. O clorpirifós está entre os três agrotóxicos com maiores detecções irregulares nesse ciclo e, diante dos 13 tipos de alimentos monitorados e da análise de 4.318 amostras, ele foi detectado em 4,6%. No último relatório do PARA divulgado ao final de 2023, a cenoura não foi monitorada a partir de 2019, por ter ocorrido apenas em 2017 e 2018, conforme discutido acima. Em relação ao clorpirifós, ocupou o quinto lugar em ordem de prioridade devido ao número de detecções nos alimentos, sobretudo de forma irregular, em se tratando das amostras de aveia, uva, abobrinha, couve, pepino, morango, brócolis, repolho e pimentão (BRASIL, 2019, 2023).

O agrotóxico clorpirifós pertence à classe química dos organofosforados e dispõe de alta eficiência no combate de insetos e pragas, o que inibe a transmissão dos impulsos nervosos. Ele é comumente utilizado em culturas de alimentos e rações agrícolas, plantas industriais e veículos, tratamento de madeira não estrutural e controles de pragas da saúde pública, como mosquitos e formigas (PEREIRA, 2014), com autorização pela Anvisa para o cultivo de diversos alimentos e frequência em grandes concentrações nas culturas de alface, abobrinha, uva e tomate (BRASIL, 2019). Para os níveis aceitáveis estarem presentes nos alimentos destinados ao consumo, deve-se seguir a modalidade de emprego (aplicação), o Limite Máximo de Resíduo (LMR) e o intervalo de segurança preconizados pela Anvisa. De acordo com Laguna e Ananias (2023), o uso inadequado do produto na agricultura pode chegar até o consumidor final e causar sérios problemas à saúde humana.

No tocante à determinação de agrotóxicos em alimentos e demais matrizes, são necessários métodos analíticos eficientes, a exemplo da Extração Sólido-Líquido com Partição em Baixa Temperatura (ESL-PBT) (RODRIGUES et al., 2018). Os métodos tradicionais adotam um preparo de amostra laborioso, com inúmeras etapas analíticas, maior consumo de solventes orgânicos, além da necessidade de etapas posteriores para a remoção de interferentes. Por esse motivo, a ESL-PBT tem se tornado uma alternativa viável à determinação de agrotóxicos em inúmeras amostras, pois oferece procedimentos analíticos simples, com menos etapas, manipulação, consumo de solventes orgânicos, dentre outras vantagens (GUEDES et al., 2014).

Em 20 amostras de cenoura produzidas no Alto do Paranaíba, Minas Gerais, Brasil, a ESL-PBT foi validada e aplicada no monitoramento de resíduos de procimidona, haloxyfopmetil e linuron (ARAÚJO et al., 2016). Análises realizadas através desse método são eficientes, tem um número reduzido de etapas e baixo consumo de solventes orgânicos, aproximadamente 4 mL para extração de pesticidas (RODRIGUES et al., 2018). Pela primeira vez, o objetivo principal desse trabalho foi otimizar o método ESL-PBT e a análise por Cromatografia Líquida de Alta Eficiência com Detector Ultravioleta (CLAE-UV) para determinação de clorpirifós em cenoura. Após a otimização, validaram-se o método e a aplicação em amostras de cenoura comercializadas em Itumbiara, Goiás (GO).

2 MATERIAL E MÉTODOS

2.1 Ponto de partida para otimização da ESL-PBT

Inicialmente, empregou-se a metodologia de extração do clorpirifós na cenoura com a ESL-PBT, seguida da análise por CLAE-UV, conforme a metodologia proposta por Cardoso et al. (2021). Esse método foi otimizado e validado para análise de carbaril em bananas.

2.2 Verificação da aplicabilidade do método ESL-PBT em amostras de cenoura

Para a otimização e a validação do método ESL-PBT na determinação do clorpirifós em cenoura, adotaram-se matrizes isentas do ingrediente ativo de interesse. Após liquidificar o vegetal por inteiro, mediu-se a massa de 1 g que foi posteriormente colocada em frascos de vidro transparentes (22 mL). Ademais, as amostras foram fortificadas com 200 μL de soluçãopadrão com o agrotóxico clorpirifós, para obter e homogeneizar uma concentração de 5,0 mg L⁻¹ nos extratos finais. Após a fortificação, as matrizes em triplicata foram submetidas à ESL-PBT com um "branco da cenoura", ou seja, uma duplicata sem adição do padrão, para verificar a seletividade da ESL-PBT em comparação às amostras fortificadas.

Por meio da ESL-PBT, o procedimento ocorreu da seguinte forma nas amostras fortificadas e no branco da matriz: foram adicionados 2 mL de água purificada, 4 mL de acetonitrila e homogeneização por 60 segundos em vórtex. Após essa etapa, os extratos foram resfriados a -20 °C por três horas em freezer para partição à baixa temperatura e, subsequentemente, foi retirado 1 mL de fase orgânica para análise cromatográfica (CARDOSO et al., 2021).

2.3 Análise por CLAE-UV

Para a análise cromatográfica, foi utilizado um cromatógrafo líquido Shimadzu LC-20AT com detector UV/VIS Shimadzu SPD. As condições cromatográficas foram: coluna cromatográfica C18 (Modelo Coluna Kinetex[®] 5µ EVO C18 100A 150 x 4,6 mm); fase móvel: acetonitrila; H₂O 85:15 (v:v); vazão da fase móvel: 0,8 mL min⁻¹; temperatura da coluna com 35 °C e volume de injeção de 20 μL; e detector UV (λ: 213 nm).

2.4 Otimização

Após verificar a aplicabilidade da técnica ESL-PBT para clorpirifós em cenoura por meio da análise dos cromatogramas e porcentagens de recuperação obtidos pela metodologia de Cardoso et al. (2021), essa técnica foi otimizada para a análise de cenoura. Dois fatores foram analisados: tipos de solvente extrator (acetonitrila ou metanol) e de agitação (vórtex ou banho ultrassônico). Como ambos estão em dois níveis, a otimização é chamada de "planejamento fatorial 22", em que se avaliou o comportamento simultâneo de dois fatores em triplicata (Tabela 1):

Tabela 1 - Planejamento fatorial 2² para matrizes de cenoura fortificadas

| Fatores codificados | | | Fatores originais | | |
|---------------------|---|---|-------------------|-------------------|--|
| Ensaios | 1 | 2 | Tipo de agitação | Solvente extrator | |
| 1 | - | - | V | ACN | |
| 2 | + | - | US | ACN | |
| 3 | - | + | V | MET | |
| 4 | + | + | US | MET | |

ACN = Acetonitrila; MET = Metanol V = vortex US = Ultrassom

Fonte: Elaboração dos autores (2023).

2.5 Validação do método ESL-PBT

Aplicou-se o protocolo europeu para validação de métodos destinados à análise de agrotóxicos em alimentos dos Laboratórios de Referência da Comissão Europeia (EUROPEAN COMMISSION REFERENCE LABORATORIES, 2021), conforme apresentado nos próximos subtópicos.

2.5.1 Seletividade

A avaliação da seletividade do método ESL-PBT na determinação do clorpirifós em cenoura foi realizada mediante a comparação de cromatogramas obtidos por meio da realização de extrações no branco da matriz e em amostras fortificadas com a solução do agrotóxico clorpirifós a 5 mg L⁻¹.

2.5.2 Linearidade

No que concerne à verificação da linearidade do método ESL-PBT e do detector, construiu-se uma curva analítica preparada por meio da fortificação do branco da matriz nas concentrações de 0,15, 0,2, 0,3, 0,4, 0,5, 0,6, 0,7 mg L⁻¹ e, posteriormente, aplicou-se a ESL-PBT otimizada.

2.5.3 Limites de Detecção e Quantificação

Para o Limite de Quantificação (LQ), o clorpirifós foi injetado em concentrações decrescentes até a ausência de sinal cromatográfico. A menor concentração que possibilitou a visualização de sinal foi injetada em triplicata, cujos valores se submeteram ao teste do Desvio Padrão Relativo (DPR). No que tange ao Limite de Detecção (LD) da ESL-PBT, os valores de LQ foram divididos por três.

2.5.4 Exatidão

Estimou-se a exatidão com a fortificação/recuperação em sextuplicata, ao passo que a matriz foi fortificada em três níveis de concentração em triplicata (nível baixo 0,15 mg L⁻¹; nível médio 0,45 mg L⁻¹; nível alto 1,5 mg L⁻¹). Em sequência, analisaram-se os resultados das porcentagens de recuperação do agrotóxico na matriz, para ponderar se os valores ficaram na faixa permitida (70 a 120%).

2.5.5 Precisão

Com o intuito de determinar a precisão do método, avaliou-se o DPR de matrizes fortificadas em três níveis de concentração em sextuplicata (baixo a 0,15 mg L⁻¹, médio a 0,45 mg L^{-1} e alto a 1,5 mg L^{-1}). Em sequência, analisou-se o DPR \leq 20%, cujo valor é considerado no nível de aceitabilidade.

2.6 Amostras reais de cenoura comercializadas

Após a validação do método de ESL-PBT para determinação do clorpirifós em cenoura, amostras comercializadas em Itumbiara (GO) foram analisadas para avaliar a presença do ingrediente ativo. Constataram-se cenouras coletadas em quatro pontos diferentes (três supermercados e uma feira livre).

3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

3.1 Otimização do método ESL-PBT em cenoura

Na Figura 1 são apresentadas as porcentagens de recuperação do clorpirifós nas matrizes de cenoura, com base no planejamento fatorial elaborado para otimizar o método ESL-PBT:

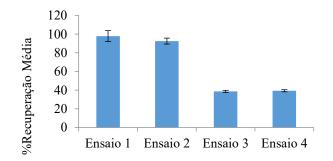


Figura 1 - Porcentagens de recuperação de clorpirifós dos ensaios Fonte: Elaboração dos autores (2023).

A avaliação do efeito dos fatores foi realizada pelo teste t de Student com 5% de significância e 95% de confiança, no qual efeitos com valores de p<0,05 são significativos. Na Tabela 2, apenas o fator 2 foi significativo, ou seja, a mudança do solvente orgânico acetonitrila para metanol reduziu 56,24% na recuperação do clorpirifós na matriz de cenoura. Em relação ao tipo de agitação, diminuíram-se 2,33% na recuperação do clorpirifós quando se utilizou o banho ultrassônico, sem ser significativo. Portanto, escolheu-se o banho ultrassônico pelo fato de ser mais rápido na agitação de várias amostras ao mesmo tempo, ao passo que o vórtex agita apenas uma por vez.

Tabela 2 - Efeitos dos fatores **Efeitos Erros** P $3x10^{-12}$ Média 67,11 ± 0.991 Tipo de agitação -2,33 \pm 1,982 0,2746 $3x10^{-9}$ Tipo de solvente $-56,24 \pm 1,982$ 3,02 \pm 1,982 0,1661 1x2

Fonte: Elaboração dos autores (2023).

Após avaliar os efeitos dos fatores, decidiu-se utilizar o ensaio 2, o banho ultrassônico e o solvente acetonitrila, que obteve 92,56% de recuperação. Contudo, o ensaio 1, com vórtex e solvente acetonitrila, apresentou maior porcentagem de recuperação, como mostrado na Figura 2; porém, não é estatisticamente significativo.

Nunes *et al.* (2019) também comprovaram a eficiência do método ESL-PBT na determinação do carbaril em abacaxi, com porcentagem de recuperação na faixa de aceitação de 70 a 120% (EUROPEAN COMMISSION REFERENCE LABORATORIES, 2021).

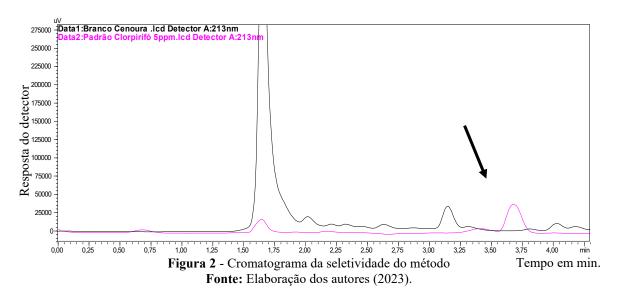
3.2 Validação do método ESL-PBT em cenoura

3.2.1 Seletividade

Quando não há ocorrência de sinais cromatográficos atribuídos no mesmo tempo de retenção do agrotóxico, o método é considerado seletivo. Na Figura 2, não há interferentes do branco da cenoura no mesmo tempo de retenção do clorpirifós (3,67 min), o que comprova a seletividade da ESL-PBT para determinar o clorpirifós em cenouras.

A cenoura pode conter alguns componentes com interferência nas análises, como carboidratos, fibras alimentares e proteínas (SILVA *et al.*, 2016). No entanto, como visto na Figura 2, ao submeter as amostras de cenoura à ESL-PBT, não houve pico no tempo de retenção

do clorpirifós, em se tratando do cromatograma referente ao branco da cenoura; logo, o método e as condições cromatográficas otimizadas são seletivos para determinar o ingrediente ativo na amostra.



3.2.2 Linearidade

Para determinar a linearidade, o coeficiente de correlação (r) obtido deve ser maior que 0,99 (EUROPEAN COMMISSION REFERENCE LABORATORIES, 2021). Como observado na Figura 3, esse método é linear, visto que o r foi de 0,9983:

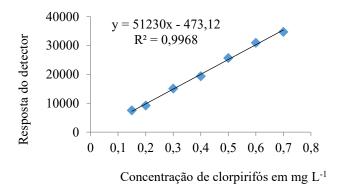


Figura 3 - Curva analítica do clorpirifós **Fonte:** Elaboração dos autores (2023).

Pinho (2007) averiguou o parâmetro em questão por meio da ESL-PBT na matriz do tomate, com base em quatro tipos de agrotóxicos diferentes: λ-cialontrina, clorpirifós, cipermetrina e deltametrina. Nesse caso, concluiu que os coeficientes obtidos foram aceitáveis

para os quatro agrotóxicos, com valores de 0,9545, 0,9460, 0,9368 e 0,9857, respectivamente, o que demonstrou a linearidade do método.

3.2.3 Limites de Detecção e Quantificação

O LD e o LQ permitem limites analíticos possíveis de serem alcançados com o método, em que o primeiro corresponde à menor quantidade de analito que pode ser detectada na amostra, e o segundo à menor concentração desse componente (MARTINS, 2016). Valores de LD e LQ estabelecidos na matriz cenoura fortificada e submetida à ESL-PBT e análise por CLAE-UV foram de 0,05 mg L⁻¹ e 0,15 mg L⁻¹, respectivamente.

3.2.4 Exatidão

A exatidão foi avaliada pelas porcentagens de recuperação (eficiência da extração) do clorpirifós na cenoura. Na Tabela 3, o método é considerado exato, pois as porcentagens médias de recuperação das seis replicatas ficaram entre 70 e 120%:

Tabela 3 - Níveis de concentração para determinação da exatidão e precisão

| Nível baixo (0,15 mg L | Nível médio (0,45 mg L ⁻¹) | | Nível alto (1,5 mg L ⁻¹) | | |
|------------------------|--|------------------------|--------------------------------------|------------------------|------|
| % média de recuperação | DPR | % média de recuperação | DPR | % média de recuperação | DPR |
| 97,00 | 17,7 | 116,51 | | 96,02 | 3,58 |
| 78,89 | | 95,48 | | 100,64 | |
| 86,30 | | 114,63 | 10.2 | 101,40 | |
| 125,36 | | 96,80 | 10,3 | 99,18 | |
| 96,44 | | 96,75 | | 105,93 | |
| 112,98 | | 96,35 | | 96,83 | |
| Média geral 99,45 | | 102,75 | | 100,00 | |

Fonte: Elaboração dos autores (2023).

A matriz de cenoura apresenta estrutura complexa, pois contém carboidratos, fibras alimentares, proteínas, lipídios, minerais (cálcio, magnésio, potássio, sódio, fósforo, manganês, ferro, cobre e zinco), vitamina C e carotenoides, com destaque para o β-caroteno (pró-vitamina A) (SILVA *et al.*, 2016). Entretanto, as porcentagens de recuperação médias obtidas nos três níveis ensaiados se mostraram aceitáveis, de acordo com o protocolo (EUROPEAN COMMISSION REFERENCE LABORATORIES, 2021).

3.2.5 Precisão

A precisão é a capacidade de repetir e reproduzir os resultados obtidos em análises sobre a mesma amostra. Para determinar se o método é preciso, deve-se avaliar se o DPR \leq 20% compreende o nível de aceitabilidade, o que foi ratificado neste trabalho com base na Tabela 3, pois os valores de DPR ficaram abaixo de 20% (EUROPEAN COMMISSION REFERENCE LABORATORIES, 2021).

3.3 Aplicação do método ESL-PBT em cenouras comerciais

Em todas as amostras analisadas, provenientes do comércio de Itumbiara (GO), foi constatada a presença do agrotóxico clorpirifós em diferentes concentrações (Tabela 4):

Tabela 4 - Resultados das amostras reais em mg/kg

| Ponto | Resposta do detector | mg de clorpirifós por kg de cenoura |
|-------|----------------------|-------------------------------------|
| 1 | 24.558 | 1,96 mg |
| 2 | 9.841 | 0,8 mg |
| 3 | 35.054 | 2,76 mg |
| 4 | 11.618 | 0,96 mg |

Fonte: Elaboração dos autores (2023).

A Figura 4 apresenta a comparação de um cromatograma obtido ao injetar uma solução do padrão de clorpirifós, na concentração de 5 mg L⁻¹, com um cromatograma obtido pela injeção do extrato obtido a partir da amostra coletada no comercio de Itumbiara (GO). Nessa conjuntura, um pico no temo de retenção de 3,67 minutos em cada cromatograma indica a presença de clorpirifós nas amostras comerciais:

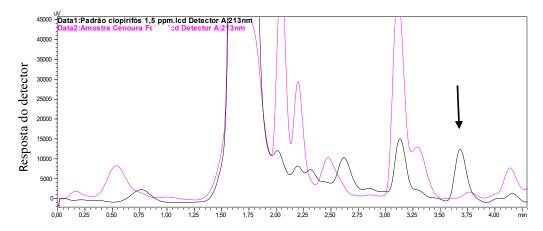


Figura 4 - Cromatograma do agrotóxico detectado no ponto 4 analisado Fonte: Elaboração dos autores (2023).

O clorpirifós não é permitido para o cultivo da cenoura (BRASIL, 2019), mas pode ser empregado em outras culturas como o tomate, com LMR de 0,5 mg kg⁻¹ (SANTOS, 2021) e,

para a maçã, de 1 mg kg⁻¹ (PUSSENTE, 2008). Paixão Alves *et al.* (2020) sublinham que o referido agrotóxico foi analisado em três amostras de alface, para o qual também não é permitido – em duas, tal produto foi detectado nas concentrações de 55 mg kg⁻¹ e 34 mg kg⁻¹.

Sendo assim, os resultados do presente trabalho em cenoura são preocupantes porque, como mencionado, o agrotóxico não é permitido para ela, ou seja, não pode ser aplicado em nenhuma concentração, mesmo em menores doses. No período de 2017 a 2018, o clorpirifós foi detectado em 5,3% das amostras, com irregularidade verificada em 4,6% delas, cuja irregularidade pode estar associada à falta de autorização para a cultura em análise. Nesse cenário, o agrotóxico foi colocado em reavaliação pela Anvisa, devido à preocupação sobre alguns aspectos toxicológicos e mutagênicos (BRASIL, 2021). Adicionalmente, esse produto tem sido encontrado em matrizes biológicas, como citado por Silva *et al.* (2021), em que se analisaram amostras de soro sanguíneo de trabalhadores rurais de uma cidade de Minas Gerais, expostos ao agrotóxico, com a detecção da presença de clorpirifós em dois indivíduos.

4 CONCLUSÃO

O método otimizado para a determinação e quantificação do clorpirifós em amostra de cenoura, com base na técnica de ESL-PBT e análise por CLAE-UV, foi eficiente e prático. Desse modo, com poucas etapas e baixos volumes de solvente e amostra, identificou-se e se quantificou o agrotóxico clorpirifós em amostras de cenoura.

Em relação aos parâmetros de validação, o método se mostrou linear, com r de 0,9968, sem interferentes do branco da cenoura no mesmo tempo de retenção do clorpirifós, o que mostra a seletividade do método. A exatidão foi comprovada, com porcentagem de recuperação acima de 90% e inferior a 120%, além da precisão com DPR menor que 20%.

Destarte, as análises realizadas nas amostras reais, coletadas em Itumbiara (GO), apresentaram resíduos de clorpirifós em todos os quatro pontos de comercialização pesquisados. Os resultados deste trabalho indicam a necessidade de intensificar o monitoramento dos níveis de agrotóxicos não somente em cenoura, mas em alimentos e demais matrizes.

REFERÊNCIAS

ANHOLETI, M. S.; OSÓRIO, V. M.; VIEIRA, K. M. Desenvolvimento e validação de método analítico para determinação de clorpirifós em grãos de café e solo. **Research, Society**

and Development, Vargem Grande Paulista, v. 8, n. 5, p. 1-16, 2019. Disponível em: https://rsdjournal.org/index.php/rsd/article/view/766. Acesso em: 19 dez. 2024. DOI: https://doi.org/10.33448/rsd-v8i5.766

ARAÚJO, E. A.; LARA, M. C. R.; REIS, M. R.; VIRIATO, R. L. S.; ROCHA, R. A. R.; GONÇALVES, R. G. L.; HELENO, F. F.; QUEIROZ, M. E. L. R.; TRONTO, J.; PINTO, F. G. Determination of Haloxyfop-Methyl, Linuron, and Procymidone Pesticides in Carrot Using SLE-LTP Extraction and GC-MS. **Food Analytical Methods**, [s.l.], v. 9, n. 5, p. 1344-1352, 2016. Disponível em: https://link.springer.com/article/10.1007/s12161-015-0315-3. Acesso em: 19 dez. 2024. DOI: https://doi.org/10.1007/s12161-015-0315-3.

BRASIL. Agência Nacional de Vigilância Sanitária. **Monografia do clorpirifós**. Brasília: Anvisa, 2022. Disponível em: https://www.gov.br/anvisa/pt-br/setorregulado/regularizacao/agrotoxicos/monografias/monografias-autorizadas/c/4226json-file-1/view. Acesso em: 8 maio 2023.

BRASIL. Agência Nacional de Vigilância Sanitária. Programa de Análise de Resíduos de Agrotóxicos em Alimentos. **Relatório das amostras analisadas no período de 2017-2018**. Brasília: Anvisa, 2019. Disponível em: https://www.gov.br/anvisa/pt-br/assuntos/agrotoxicos/programa-de-analise-de-residuos-em-alimentos/arquivos/3770json-file-1. Acesso em: 18 abr. 2023.

BRASIL. Agência Nacional de Vigilância Sanitária. Programa de Análise de Resíduos de Agrotóxicos em Alimentos. **Relatório das amostras analisadas no período de 2018-2019 e 2022**. Brasília: Anvisa, 2023. Disponível em: https://www.gov.br/anvisa/pt-br/assuntos/agrotoxicos/programa-de-analise-de-residuos-em-alimentos/arquivos/relatorio-2018-2019-2022. Acesso em: 4 jun. 2024.

BRASIL. Agência Nacional de Vigilância Sanitária. **Reavaliação clorpirifós**. Brasília: Anvisa, 2021. Disponível em: https://www.gov.br/anvisa/pt-br/acessoainformacao/perguntasfrequentes/agrotoxicos/reavaliacao-de-agrotoxicos-2/MotivosClorpirifos. Acesso em: 21 maio 2023.

CARVALHO, A. D. F.; SILVA, G. O.; GUEDES, S. F.; PEREIRA, E. C.; MARTINS, G. P.; MAGALHÃES, C. C. Evaluation of summer carrot cultivars in bed and ridge systems. **Horticultura Brasileira**, São Paulo, v. 41, p. 1-6, 2023. Disponível em: https://www.scielo.br/j/hb/a/4HVLPphGtpJw7BpSMkLjgJm/?lang=en. Acesso em: 19 dez. 2024. DOI: https://doi.org/10.1590/s0102-0536-2023-e2553

CARDOSO, A. T.; GOULART, A. C.; SANTOS, J. P. C.; OLIVEIRA, M. A. C.; GOULART, S. M. Extração Sólido-Líquido com Partição à Baixa Temperatura para determinação de carbaril em banana prata (*Musa sapientum L.*) por cromatografia líquida de alta eficiência. **Revista Química Industrial**, Rio de Janeiro, [s.n.], p. 35-43, 2021. Disponível em: https://www.abq.org.br/rqi/2014/770/RQI-770-pagina35-Artigo-Tecnico.pdf. Acesso em: 19 dez. 2024.

EUROPEAN COMMISSION REFERENCE LABORATORIES. **Document SANTE/11312/2021** – analytical quality control and method validation procedures for pesticides residues analysis in food and feed. [s.l.]: EURL, 2021. Disponível em:

https://ec.europa.eu/food/system/files/2020-01/pesticides_mrl_guidelines_wrkdoc_2019-12682.pdf. Acesso em: 24 maio 2023.

FROTA, M. T. B. A.; SIQUEIRA, C. E. Agrotóxicos: os venenos ocultos na nossa mesa. **Cadernos de Saúde Pública**, Rio de Janeiro, v. 37, n. 2, p. 1-5, 2021. Disponível em: https://www.scielo.br/j/csp/a/pWgs4R38wDw6NBWKzYshwYx/?lang=pt. Acesso em: 19 dez. 2024. DOI: https://doi.org/10.1590/0102-311x00004321

GUEDES, T. J.; HELENO, F. F.; AMARAL, M. O.; PINTO, N. A. V. D.; QUEIROZ, M. E. L. R.; SILVA, D. F.; SILVA, A. A. A simple and efficient method employing solid-liquid extraction with low-temperature partitioning for the determination/monitoring of pesticide residues in strawberries by GC/ECD. **Journal of the Brazilian Chemistry Society**, São Paulo, n. 25, p. 1520-1527, 2014. Disponível em: https://www.scielo.br/j/jbchs/a/W4S9N5Rz98fgnJFsWkXH9JP/abstract/?lang=en. Acesso em: 19 dez. 2024. DOI: https://doi.org/10.5935/0103-5053.20140135

LAGUNA, A. L. F.; ANANIAS, F. Avaliação dos resíduos de clorpirifós no leite bovino e sua implicação na saúde humana. **Brazilian Journal of Animal and Environmental Research**, São José dos Pinhais, v. 6, n. 2, p. 1853-1865, 2023. Disponível em: https://ojs.brazilianjournals.com.br/ojs/index.php/BJAER/article/view/60992. Acesso em: 19 dez. 2024. DOI: https://doi.org/10.34188/bjaerv6n2-071.

MARTINS, A. F. S. **Implementação e validação de métodos analíticos**. 2016. 126f. Dissertação (Mestrado em Química) – Universidade de Coimbra, Coimbra, 2016. Disponível em: https://estudogeral.uc.pt/handle/10316/31697. Acesso em: 19 dez. 2024.

NUNES, R. C. N.; GOULART, S. M.; SANTOS, A. L. R.; RODRIGUES, R. P.; CARDOSO, A. T.; GOULART, A. C.; SANTOS, J. P. V. Avaliação da ESL-PBT na determinação de carbaril em amostras de abacaxi-pérola (*Ananás comosus*) comercializadas no município de Itumbiara. **Tecno-Lógica**, Santa Cruz do Sul, v. 23, n. 2, p. 100-107, 5 jul. 2019. Disponível em: https://online.unisc.br/seer/index.php/tecnologica/article/view/13561. Acesso em: 19 dez. 2024. DOI: https://doi.org/10.17058/tecnolog.v23i2.13561

PAIXÃO ALVES, D.; MARIANO JUNIOR, D. R.; SILVA, G. O.; ALMEIDA, V. G. K. Quantificação de clorpirifós em alfaces comercializadas no município de Seropédica-RJ, através de cromatografia líquida de alta eficiência. **Cadernos de Agroecologia**, São Cristóvão, v. 15, n. 2, p. 1-5, 2020. Disponível em: https://cadernos.aba-agroecologia.org.br/cadernos/article/view/4097. Acesso em: 19 dez. 2024.

PEREIRA, C. **Estudo de fotodegradação do pesticida clorpirifós**. 2014. 81f. Dissertação (Mestrado em Química) — Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2014. Disponível em: https://repositorio.ufsc.br/handle/123456789/129013. Acesso em: 19 dez. 2024.

PINHO, G. P. Extração de pesticidas em amostras de tomate pelas técnicas: Extração Sólido-Líquido e Purificação em Baixa Temperatura (ESL-PBT) e Dispersão da Matriz em Fase Sólida (DMFS) para análise por cromatografia gasosa. 2007. 98p. Dissertação (Mestrado em Agroquímica Analítica) — Universidade Federal de Viçosa, Viçosa, 2007. Disponível em: https://locus.ufv.br/items/f9b9c329-9e2b-450e-ac6d-255f6a27f4a5. Acesso em: 19 dez. 2024.

PUSSENTE, I. C. Extração Sólido-Líquido e Partição em Baixa Temperatura (ESLPBT) de Clorpirifós, Thiamethoxam e Deltametrina em maçã e análise por cromatografia gasosa. 2008. 73f. Dissertação (Mestrado em Mestrado em Agroquímica Analítica, Inorgânica, Físico-Química e Orgânica) — Universidade Federal de Viçosa, Viçosa, 2008. Disponível em: https://locus.ufv.br/items/651c2a23-53a5-49e0-8e8e-25ccf0fd13fb. Acesso em: 19 dez. 2024.

QUIROGA, P. C. La percepción de estudiantes de agronomía sobre la contaminación por agroquímicos. **Revista Internacional de Contaminación Ambiental**, [s.l.], v. 40, p. 119-135, 2024. Disponível em:

https://www.revistascca.unam.mx/rica/index.php/rica/article/view/54937. Acesso em: 19 dez. 2024. DOI: https://doi.org/10.20937/RICA.54937

RODRIGUES, R. P.; FARIAS, W. R.; GOULART, S. M.; GOULART, A. C.; SANTOS, J. P. V.; QUEIROZ, M. E. L. R. Otimização da extração sólido-líquido com partição em baixa temperatura para determinação de carbofurano em *Cucurbita pepo l* ("Abobrinha") por cromatografia líquida de alta eficiência. **Química Nova**, [s.l.], v. 41, n. 2, p. 213-218, 2018. Disponível em: https://quimicanova.sbq.org.br/pdf/NT20170266. Acesso em: 19 dez. 2024. DOI: https://doi.org/10.21577/0100-4042.20170141

SANTOS, A. M. S. Estudos de diferentes híbridos de tomates de mesa (*Solanum lycopersicum L.*) por Espectrometria de Massas com Ionização por Paper Spray (PSI-EM): determinação do perfil químico e quantificação de agrotóxico. 2021. 69f. Dissertação (Mestrado em Química) — Universidade Federal de Goiás, Goiânia, 2021. Disponível em: https://repositorio.bc.ufg.br/tede/items/5223a48e-0c8c-462f-abd8-176b37ed9712. Acesso em: 19 dez. 2024.

SILVA, A. C. B.; SCHUQUEL, L. C. S.; SILVA, C. O.; PASCOAL, G. B. Qualidade nutricional e físico-química em cenoura (*Daucus carota L.*) in natura e minimamente processada. **DEMETRA:** Alimentação, Nutrição & Saúde, Rio de Janeiro, v. 11, n. 2, p. 355-367, 2016. Disponível em: https://www.e-publicacoes.uerj.br/index.php/demetra/article/view/19491. Acesso em: 19 dez. 2024. DOI: https://doi.org/10.12957/demetra.2016.19491

SILVA, T. L. R.; QUEIROZ, M. E. L. R.; NEVES, A. A.; VIEIRA, P. A. F.; OLIVEIRA, A. F.; OLIVEIRA, M. G. Miniaturized Liquid-Liquid Extraction with Low-Temperature Partitioning Technique (LLE/LTP) for pesticide analysis in a biological matrix by gas chromatography. **Química Nova**, [s.l.], v. 44, n. 7, p. 804-808, 2021. Disponível em: https://quimicanova.sbq.org.br/pdf/AR2020-0441. Acesso em: 19 dez. 2024. DOI: https://doi.org/10.21577/0100-4042.20170738

DADOS DOS AUTORES:

Cinthia Silva Tavares

E-mail: cinthiatavares1423@gmail.com

Curriculum Lattes: http://lattes.cnpq.br/5154324322019607

Graduada em Licenciatura em Química pelo Instituto Federal de Goiás - Câmpus Itumbiara no ano de 2023. Durante a graduação participou de vários programas como o Programa Institucional de Bolsa de Iniciação à Docência (PIBID), Programa de Residência Pedagógica (PRP), e Programa Institucional de Bolsas de Iniciação Científica (PIBIC) no qual foi bolsista no PIBID e PIBIC.

Rafael Caetano dos Santos

E-mail: rafaelcaetano890@gmail.com

Curriculum Lattes: http://lattes.cnpq.br/2909911587035377

Graduado em Licenciatura em Química pelo Instituto Federal de Goiás - Câmpus Itumbiara. Durante a graduação participou de vários programas como o Programa Institucional de Bolsa de Iniciação à Docência (PIBID), Programa de Residência Pedagógica (PRP), e Programa Institucional de Bolsas de Iniciação Científica (PIBIC), sendo bolsista no PIBID e PRP.

Adilson Correia Goulart

E-mail: adilson.goulart@ifg.edu.br

Curriculum Lattes: http://lattes.cnpq.br/5311003971827629

Licenciado em Química pelo Instituto Federal de Goiás - Campus Itumbiara em 2013, Mestre em Meio Ambiente e Qualidade Ambiental pela Universidade Federal de Uberlândia em 2017 e Doutor em Química pela Universidade Federal de Uberlândia em 2024. Atualmente é técnico no laboratório de Química do Instituto Federal de Goiás - Campus Itumbiara e Pesquisador do Núcleo de Pesquisa e Estudos em Química de Goiás (NUPEQUI) atuando na área de Química Analítica, com projetos de pesquisas voltados para o desenvolvimento e validação de métodos analíticos para a determinação de compostos orgânicos poluentes em diferentes tipos de amostras.

João Paulo Victorino Santos

E-mail: joao.santos1@ifg.edu.br

Curriculum Lattes: http://lattes.cnpq.br/0401776009728171

Doutor em Química pela Universidade Federal de Uberlândia (2016), Mestre em Ciência e Tecnologia de Alimentos pela Universidade Federal de Viçosa (2009), Especialista em Gestão Agroindustrial pela Universidade Federal de Lavras (2005), Licenciado em Química pela UCB/Brasília (2009) e Graduado em Tecnologia de Laticínios pela Universidade Federal de Viçosa (2002). Atualmente é professor do Instituto Federal de Goiás - Campus Itumbiara, nas áreas de Tecnologia de Alimentos e Processos Agroindustriais em cursos da área da Química e Agroindústria. Pesquisador membro do NUPEQUI (Núcleo de Pesquisas e Estudos em Química do Estado de Goiás). Desenvolve trabalhos de pesquisa voltados para a área de contaminantes químicos em alimentos, extração de compostos orgânicos em alimentos, água e solo.

Simone Machado Goulart

E-mail: simone.goulart@ifg.edu.br

Curriculum Lattes: http://lattes.cnpq.br/2269045235462884

Doutora em Agroquímica (Área: Química Analítica) pela Universidade Federal de Viçosa (UFV). É professora e pesquisadora do Instituto Federal de Goiás (IFG), Câmpus Itumbiara, atuando nos cursos Técnico em Química, Licenciatura em Química e Especialização em Ensino de Ciências e Matemática. Desenvolve atividades de Ensino, Pesquisa e Extensão com experiência na área de Química de Alimentos, Química Ambiental e Forense, atuando nos seguintes temas: agrotóxicos, desenvolvimento, validação e aplicação de métodos de análise química.