



Mapeamento dos laboratórios e métodos de análise utilizados na determinação de resíduos de agrotóxicos em alimentos no Brasil

Mapping of the laboratories and analysis methods used in the determination of residues of pesticides in food in Brazil

BARROS, Danielle^{1,2} FREITAS, Andrea^{1,3}; PIMENTEL, Thereza^{1,4}

¹Instituto Tecnológico e de Pesquisa do Estado de Sergipe (ITPS) ²daniellebarross@yahoo.com.br;
³andrea.freitas@itps.se.gov.br; ⁴the.cfp91@gmail.com

Resumo: O monitoramento da análise de resíduos de agrotóxicos no que dizem respeito à saúde pública, ambiental, comércio exterior e controle de qualidade da produção, depende dos serviços prestados por laboratórios acreditados. O propósito deste estudo foi localizar onde se encontra a infraestrutura laboratorial para atender às demandas apontadas, incluindo as matrizes analisadas, métodos mais utilizados e as técnicas analíticas empregadas. Para isso foi feita uma pesquisa exploratória nos relatórios gerados pelos programas oficiais de monitoramento do governo como também no site do INMETRO. Através das informações colhidas foi possível apontar que grande parte dos laboratórios estão localizados na Região Sudeste; que ¼ deles utilizam métodos multirresíduos na extração de agrotóxicos e que, por conta da aplicabilidade analítica desses métodos, o número de matrizes avaliadas tem aumentado nos últimos anos. Os extratos gerados são analisados por técnicas instrumentais de separação, nomeadamente, cromatografia gasosa e cromatografia líquida detectando compostos voláteis e não voláteis respectivamente. Apesar dos avanços no campo da instrumentação analítica e no desenvolvimento de novos métodos multirresíduos nos últimos anos, o número de laboratórios acreditados para esse fim ainda é escasso sendo necessário a continuidade da ampliação da Rede de Laboratórios de Resíduos de Contaminantes, trabalhar para o aumento a capacidade analítica dos laboratórios atuantes e incentivar a criação de novos.

Palavras-chave: agrotóxicos, monitoramento, acreditação e credenciamento.

Introdução

O monitoramento de resíduos de agrotóxicos em alimentos de origem vegetal começou em 2001 com a criação do Programa de Análise de Resíduos de Agrotóxicos em Alimentos (PARA) vinculado à Agência Nacional de Vigilância Sanitária (ANVISA). Além do PARA, o Plano Nacional de Controle de Resíduos e Contaminantes (PNCRC), vinculado ao Ministério da Agricultura (MAPA), também realiza o monitoramento em alimentos de origem vegetal e animal. Os dados referentes ao PNCRC/Vegetal têm sido divulgados no Diário Oficial de forma anual desde o ano de 2009, entretanto, o plano analisa um número menor de amostras, de variedade de culturas e princípios ativos em comparação ao PARA.

Em 15 anos de monitoramento, a ANVISA publicou apenas 6 relatórios, monitorou um máximo de 232 princípios ativos em até 25 tipos diferentes de cultivos. Durante esse período o monitoramento foi assistido por um total de 8 laboratórios, 6 públicos e 2 privados, todos eles acreditados pelo Instituto Nacional de Metrologia, Qualidade e Tecnologia (INMETRO). Já o MAPA não informa, ao longo dos anos, quantos e quais laboratórios foram contratados para a realização das análises de resíduos no âmbito



do PNCRC/Vegetal. É importante destacar que ambos os programas de monitoramento divulgaram seus últimos dados em 2015, ou seja, não se sabe sobre possíveis excessos cometidos ou até mesmo sobre o uso de compostos proibidos nos últimos 3 anos.

Um ano após a publicação do primeiro relatório do PARA em 2007, o Ministério da Agricultura (MAPA) juntamente com o ministério da Ciência e Tecnologia (MCT), através da Portaria Interministerial MAPA/MCT nº 902 instituiu a Rede de Laboratórios de Resíduos e Contaminantes (RRC) a fim de incentivar o apoio aos laboratórios no intuito de implementar requisitos técnicos para acreditação pelo INMETRO e credenciamento pelo MAPA, no entanto, tais ações não foram suficientes visto que poucos grupos com competência e atuação na área foram formados para suprir essa necessidade; diversas regiões do país ainda estão desassistidas desse tipo de serviço. Como não há sítio eletrônico para consulta das ações da RRC, os projetos em andamento a ela associados só podem ser acessados através das páginas individuais dos laboratórios associados (Art. 9º da Portaria nº 1.373).

Além das questões relacionadas à saúde pública e segurança alimentar, a demanda por serviços laboratoriais atende implicações de outras naturezas envolvendo os mais variados tipos de matrizes. Os primeiros laboratórios de ensaios para suprir essas demandas foram acreditados no final da década de 90, época em que, devido às fortes pressões ambientais, ocorria um grande desenvolvimento de métodos alternativos de extração de resíduos. Os métodos multiresíduos desenvolvidos nesse período superaram as limitações práticas dos métodos anteriores de forma a simplificar as etapas de extração possibilitando a diminuição dos custos sem a perda da eficiência analítica. Atualmente a aplicabilidade de alguns desses métodos vai além da análise de agrotóxicos sendo empregado na extração de outros tipos de analitos em diferentes tipos de matrizes. Apesar dos avanços na área de tratamento de amostras, os custos da análise ainda são bastantes dispendiosos devido à manutenção corretiva e preventiva dos equipamentos instrumentais e consumíveis para realização das análises. Tal fato pode explicar a escassez de laboratórios habilitados para acompanhamento dos programas de monitoramento no país, principalmente nas regiões mais carentes desse serviço, como por exemplo, no Norte e Nordeste.

Assim, o propósito deste estudo é localizar onde se encontra a infraestrutura laboratorial para atender às demandas apontadas, incluindo as matrizes analisadas, métodos mais utilizados e as técnicas analíticas empregadas. Buscou-se como resultado final do estudo, além do mapeamento dos laboratórios e métodos de análise utilizados, que este forneça atalhos para detectar as possíveis deficiências, identificar os serviços não existentes no país, promover o seu uso, bem como proporcionar subsídios para a definição de políticas de apoio ao desenvolvimento de uma infraestrutura nacional necessária para a execução desses serviços.

Metodologia

A pesquisa conduzida baseou-se nos dados dos escopos disponibilizados pelos laboratórios de ensaio acreditados pelo INMETRO. A busca foi realizada no site do



Instituto considerando duas palavras-chave: pesticida (s) e agrotóxico (s). Também foram consultados os relatórios oficiais divulgados pela ANVISA e do MAPA referentes aos programas de monitoramento de resíduos de agrotóxicos em alimentos realizados entre os anos de 2001 e 2015.

Resultados e Discussão

Atualmente o site do INMETRO é único portal onde é possível acessar os escopos dos laboratórios acreditados prestadores de serviço relacionados à determinação de resíduos de agrotóxicos no país. A pesquisa efetuada, segundo a metodologia aplicada nesse trabalho, encontrou um total de 53 laboratórios (Tabela 1). As matrizes incluem alimentos (hortaliças, frutas, grãos e cereais), bebidas, meio ambiente e produtos químicos. Em relação aos agrotóxicos analisados, alguns laboratórios informam, nomeadamente, os compostos com os quais trabalham, outros informam apenas as classes químicas. Essa falta de padronização acontece porque os escopos, apesar de seguirem as regras gerais impostas pela Coordenação Geral de Acreditação do INMETRO (CGCRE), são elaborados sob a responsabilidade de cada laboratório conforme suas necessidades particulares.

Estados	Nº de laboratórios acreditados	Matrizes
Pernambuco	1	Alimentos e bebidas
Distrito Federal	1	Alimentos e bebidas
Espírito Santo	1	Meio Ambiente
Santa Catarina	1	Meio Ambiente, Alimentos e bebidas
Goiás	2	Meio Ambiente, Alimentos e bebidas e Produto químico
Rio Grande do Sul	3	Meio Ambiente e Alimentos e bebidas
Minas Gerais	3	Alimentos e bebidas, Meio Ambiente e Produto Químico
Rio de Janeiro	3	Alimentos e bebidas, Meio Ambiente e Produto Químico
Paraná	5	Alimentos e bebidas, Meio Ambiente e Produto Químico
São Paulo	33	Alimentos e bebidas, Meio Ambiente e Produto Químico

Tabela 1. Laboratórios acreditados para análise de resíduos de agrotóxicos.

Fonte: INMETRO (Palavras-chave: agrotóxico e pesticida)

Em relação aos métodos adotados, os laboratórios acreditados têm utilizado métodos multirresíduos para extração de agrotóxicos em suas análises de rotina. Estes apresentam como vantagem a possibilidade de analisar um grande número de compostos diferentes entre si, com altos percentuais de recuperação dos analitos, remoção dos possíveis interferentes da amostra, boa precisão e robustez, baixo custo, rapidez, facilidade e segurança. 25% dos escopos analisados nesse estudo informam 'QuEChERS' como o método utilizado nas análises de rotina. Os laboratórios contratados pela ANVISA para confecção do último relatório produzido (2013-2015) adotaram esse método na extração de resíduos; por conta da aplicabilidade analítica do método adotado, o número de agrotóxicos extraídos aumentou ao longo dos anos, passou de 92 (2007) para 232 (2015) princípios ativos assim como o número de matrizes analisadas, passou de 9 culturas (2007) para 25 (2015).



Adotado como método oficial pela *Association of Official Analytical Chemists* (AOAC), pelo *European Committee for Standardization* e pelo *Codex Alimentarius*, o método de QuEChERS tem sido empregado na rotina de grande parte dos laboratórios de análise de resíduos mundo afora; é considerado um método rápido, fácil, econômico, efetivo, robusto e seguro que explora as mais diversas possibilidades oferecidas pela instrumentação analítica incluindo a extração de outros analitos além dos agrotóxicos. O extrato final gerado pelo QuEChERS possibilita a quantificação por diferentes técnicas cromatográficas (gasosa ou líquida). Devido à sua alta sensibilidade e seletividade, a cromatografia tem sido utilizada rotineiramente na separação de misturas complexas com baixos níveis de concentração, da ordem de $\mu\text{g/g}$ e ng/g . A versatilidade e praticidade desse método abre possibilidades para repensar na mudança da etapa de amostragem realizada atualmente pelos programas de monitoramento nacionais. Com a adoção do QuEChERS, a etapa de extração pode ser realizada em qualquer laboratório e o extrato gerado pode ser enviado para os laboratórios acreditados pelo INMETRO.

Conclusão

O mapeamento dos laboratórios e métodos de análise utilizados na determinação de resíduos de agrotóxicos apontou que grande parte dos laboratórios estão localizados na Região Sudeste e que 25% deles trabalham com métodos multiresíduos cujo aplicabilidade estende-se a diversas matrizes. Diante da escassez desse tipo de serviço no restante do país é preciso apostar na ampliação da RRC o que permitirá avaliar continuamente e de forma programada a qualidade e a segurança dos alimentos consumidos pela população, caracterizar as possíveis fontes de contaminação, proporcionar uma avaliação quanto ao uso inadequado e/ou não autorizado de agrotóxicos, assim como estimular a adoção de Boas Práticas Agrícolas (BPA), além de fornecer subsídios para a reavaliação dos registros aprovados.

Por se tratar de compostos que degradam com certa rapidez, é preciso promover melhorias nos laboratórios públicos Municipais e Estaduais em todo país, permitindo que obtenham capacidade técnica para habilitarem-se à inclusão na Rede Brasileira de Laboratórios de Ensaio (RBLE) como também na Rede Brasileira de Laboratórios Analíticos em Saúde (REBLAS) para que possam atender as mais diversas demandas como também possam assistir continuamente aos programas de monitoramento nacionais gerando resultados que representem o verdadeiro grau de exposição da população. Com a adoção de métodos multiresíduos como o método de QuEChERS, a etapa de amostragem poderá vir a incluir a extração para posterior envio do extrato gerado aos laboratórios acreditados pelo INMETRO. Este fato é um desafio na construção deste serviço visto que atualmente a ANVISA trabalha com envio de amostras *in natura* o que agrega um fator de incerteza quanto aos resultados gerados, pois o intervalo de tempo entre a coleta e a análise pode gerar resultados que não representam a realidade da exposição por conta do acréscimo no tempo de carência dos compostos.

XI CBA
Congresso
Brasileiro de
Agroecologia
Ecologia de Sabores:
Ciência, Cultura e Arte na
Diversificação dos
Sistemas Agroalimentares



Referências Bibliográficas

Programa de análise de resíduos de agrotóxicos em alimentos (PARA). **Relatórios das análises de amostras monitoradas nos períodos de 2001 a 2015**. Agência de Vigilância Sanitária (ANVISA). Déposito legal da biblioteca Nacional. Sítio eletrônico: <http://portal.anvisa.gov.br/programa-de-analise-de-registro-de-agrotoxicos-para> (Acessado em Junho de 2019).

European Committee for Standardization. CEN, CEN/TC 275 15662:2008: foods of plant origin - **Determination of pesticide residues using GC-MS and/or LC-MS/MS following acetonitrile extraction/ partitioning and clean-up by dispersive SPE - QuEChERS-method**. European Union; 2008.