

PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM VIGILÂNCIA SANITÁRIA  
INSTITUTO NACIONAL DE CONTROLE DE QUALIDADE EM SAÚDE  
FUNDAÇÃO OSWALDO CRUZ

Luisa Figueira Quintão

**VALIDAÇÃO E IMPLEMENTAÇÃO DE MÉTODO ANALÍTICO MULTIRRESÍDUO  
PARA DETERMINAÇÃO DE AGROTÓXICOS EM MELANCIA POR CLUE-EM/EM**

Rio de Janeiro

2021

Luisa Figueira Quintão

VALIDAÇÃO E IMPLEMENTAÇÃO DE MÉTODO ANALÍTICO MULTIRRESÍDUO  
PARA DETERMINAÇÃO DE AGROTÓXICOS EM MELANCIA POR CLUE-EM/EM

Monografia apresentada ao Curso de Residência Multiprofissional em Saúde na Área de Vigilância Sanitária com Ênfase na Qualidade de Produtos, Ambientes e Serviços, do Programa de Pós-Graduação em Vigilância Sanitária, do Instituto Nacional de Controle de Qualidade em Saúde, da Fundação Oswaldo Cruz, como requisito para a obtenção do título de Especialista por ter concluído o Curso de Residência Multiprofissional em Saúde na Área de Vigilância Sanitária com Ênfase na Qualidade de Produtos, Ambientes e Serviços.

Tutora: Lucia Helena Pinto Bastos

Preceptoras: Maria Helena Wohlers Morelli  
Cardoso e Angélica Castanheira de Oliveira

Rio de Janeiro

2021

## Catálogo na Fonte

Instituto Nacional de Controle de Qualidade em Saúde

Biblioteca

Figueira Quintão, Luisa

Validação e implementação de método analítico multirresíduo para determinação de agrotóxicos em melancia por CLUE-EM/EM. / Luisa Figueira Quintão. - Rio de Janeiro: INCQS/FIOCRUZ, 2021.

87 f. : il. ; fig. ; graf. ; tab.

Dissertação (Programa de Residência Multiprofissional em Saúde na Área de Vigilância Sanitária com Ênfase na Qualidade de Produtos, Ambientes e Serviços) - Programa de Pós-Graduação em Vigilância Sanitária, Instituto Nacional de Controle de Qualidade em Saúde, Fundação Oswaldo Cruz, Rio de Janeiro, 2021.

Tutora: Lucia Helena Pinto Bastos.

Preceptora: Maria Helena Wholers Cardoso.

Preceptora: Angélica Castanheira de Oliveira.

1. Agroquímicos. 2. CLUE-EM/EM. 3. Citrullus. 4. QuEChERS. 5. Validação. I. Título.

Multiresidue analytical method validation and implementation for pesticides determination in watermelon by UPLC-MS/MS.

Luisa Figueira Quintão

VALIDAÇÃO E IMPLEMENTAÇÃO DE MÉTODO ANALÍTICO MULTIRRESÍDUO  
PARA DETERMINAÇÃO DE AGROTÓXICOS EM MELANCIA POR CLUE-EM/EM

Monografia apresentada ao Curso de Residência Multiprofissional em Saúde na Área de Vigilância Sanitária com Ênfase na Qualidade de Produtos, Ambientes e Serviços, do Programa de Pós-Graduação em Vigilância Sanitária, do Instituto Nacional de Controle de Qualidade em Saúde, da Fundação Oswaldo Cruz, como requisito para a obtenção do título de Especialista por ter concluído o Curso de Residência Multiprofissional em Saúde na Área de Vigilância Sanitária com Ênfase na Qualidade de Produtos, Ambientes e Serviços.

Aprovado em: 24 / 02 / 2021

BANCA EXAMINADORA

Dr. Armi Wanderley da Nóbrega

Instituto Nacional de Controle de Qualidade em Saúde

Dra. Bernardete Ferraz Spisso

Instituto Nacional de Controle de Qualidade em Saúde

Dra. Lucia Helena Pinto Bastos - Tutora

Instituto Nacional de Controle de Qualidade em Saúde

Ma. Angélica Castanheira de Oliveira - Preceptora

Instituto Nacional de Controle de Qualidade em Saúde

Dra. Maria Helena Wohlers Morelli Cardoso - Preceptora

Instituto Nacional de Controle de Qualidade em Saúde

## AGRADECIMENTOS

À Deus, por me sustentar, iluminar e dar o necessário para viver bem cada momento em minha vida;

À meus pais, Humberto Eugênio Penna Quintão e Isa Baracho Figueira, e familiares por todo apoio aos meus estudos e por todo amor dispensado diariamente à mim, sem o qual não conseguiria chegar até aqui;

À minha tutora, Lucia Helena Pinto Bastos, e preceptoras, Maria Helena W. M. Cardoso e Angélica C. Oliveira, pelas orientações, companheirismo, acolhimento e atenção durante a residência;

À minhas colegas de bancada e/ou de almoço, Jessica Soldani, Jhessica Nayara Martins, Mariana Bezerra, Mariana Coelho, Nathália Soares, Thaiz Santana, Thaiany Silva e Vanessa Santos. Não fazia ideia de que dividir com vocês meus intervalos de almoço me renderiam tanto! Obrigada pelo companheirismo, dicas, conhecimentos e experiências compartilhadas;

À minha turma da residência do INCQS, pelos momentos, experiências e reflexões compartilhados, durante as disciplinas e o estágio na SUBVISA;

Ao corpo docente do INCQS, pelos conhecimentos transmitidos;

À pós-graduação do INCQS, por me proporcionarem um ambiente ímpar e riquíssimo de desenvolvimento profissional. Agradeço também aos coordenadores, pela disponibilidade, atenção e preocupação com o bem-estar do aluno;

Ao Ministério da Saúde, pela bolsa concedida;

Aos funcionários do INCQS em geral, por manterem o local limpo, agradável, acolhedor, de excelência profissional e referência nacional em diversos serviços e áreas do conhecimento.

## RESUMO

A melancia, *Citrullus lanatus* (Cucurbitaceae), é uma fruta de alto teor de água e rica em vitaminas, sais minerais e substâncias com ação terapêutica. Está entre as 5 frutas mais comercializadas nos principais entrepostos comerciais atacadistas do Brasil. Apesar disso, a melancia não consta nas últimas análises feitas pelo PARA e PNCRC/Vegetal. Há carência de estudos capazes de informar o perfil de contaminação das melancias consumidas no país. A exposição humana aos agrotóxicos e seus resíduos capazes de persistir no alimento e no meio ambiente é preocupante visto seu potencial altamente nocivo. O aumento crescente no consumo de agrotóxicos no Brasil e a ampliação da distribuição geográfica das lavouras que aplicam tais produtos representa um problema de saúde pública para o consumidor, agricultores e famílias rurais, expostos comumente por via dérmica, inalatória ou oral durante o expediente de trabalho ou através da ingestão de alimentos e de água contendo tais resíduos, por exemplo. O objetivo do presente trabalho foi validar e implementar um método analítico quantitativo de multirresíduos de agrotóxicos em melancia, empregando-se o método de extração QuEChERS (sigla em inglês para rápido, fácil, barato, eficaz, robusto e seguro) e a análise dos extratos por cromatografia líquida de ultra eficiência acoplada à espectrometria de massas sequencial (CLUE-EM/EM). De 312 IA analisados, 261 foram validados (83%) na matriz melancia, segundo critérios estabelecidos pelo SANTE/12682/2019 e pelo documento DOQ-CGCRE-008. Foram consideradas satisfatórias as amostras em conformidade com a legislação vigente. Dentre 15 amostras de melancia analisadas, 12 (80%) foram satisfatórias, sendo 9 (60 %) isentas de resíduos e 3 (20 %) com concentrações abaixo do Limite Máximo de Resíduo (LMR). As 3 amostras insatisfatórias (20%) apresentaram resíduos de agrotóxicos não autorizados para melancia (Acefato e Foxim). Assim, as amostras evidenciam um pequeno recorte do perfil de contaminação por resíduos de agrotóxicos em melancias comercializadas no Rio de Janeiro, o qual indica um cenário instigante e com a segurança de alimentos.

Palavras-chave: Agrotóxicos. CLUE-EM/EM. Melancia. QuEChERS. Validação.

## ABSTRACT

Watermelon, *Citrullus lanatus* (Cucurbitaceae), is a fruit with high water content and it is rich in vitamins, minerals and substances with therapeutic action. It is among the 5 most traded fruits in the main wholesale commercial stores in Brazil. Despite this, watermelon is not included in the latest PARA and PNCRC/Vegetal reports. There is a lack of studies capable of informing the contamination profile of watermelons consumed in the country. Human exposure to pesticides and their residues capable of persisting in food and in the environment is worrying given its highly harmful potential. The growing increase in the consumption of pesticides in Brazil and the expansion of the geographical distribution of farms that apply these products on their crops represents a public health problem for consumers, farmers and rural families, commonly exposed by dermal, inhalation or oral route during working hours and through the intake of food and water containing pesticides and/or their residues, for example. The objective of the present work was to validate and implement a quantitative analytical method of multi-residues of pesticides in watermelon, using the QuEChERS extraction method (acronym for fast, easy, cheap, effective, robust and safe) and the analysis of extracts by ultra-efficient liquid chromatography coupled to sequential mass spectrometry (CLUE-EM / EM). Of 312 AIs analyzed, 261 were validated (83%) in the watermelon matrix, according to criteria accepted by SANTE / 12682/2019 and by document DOQ-CGCRE-008. Samples were considered satisfactory in accordance with the current legislation. Among 15 watermelon samples analyzed, 12 (80%) were satisfactory, 9 (60%) of which were free of residues and 3 (20%) with concentrations below the Maximum Residue Limit (MRL). The 3 unsatisfactory samples (20%) presented residues of pesticides not authorized for watermelon (Acefato and Foxim). Thus, the samples show a small cut in the contamination profile by pesticide residues in watermelons sold in Rio de Janeiro, which indicates a scenario with food safety.

Keywords: Pesticides. QuEChERS. UPLC-MS/MS. Validation. Watermelon.

## LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Gráfico 1 - Consumo de agrotóxicos no mundo entre 1990 e 2018 em milhões de toneladas.	14
Gráfico 2 - Relação dos 10 países líderes mundiais no consumo de agrotóxicos entre 1980 e 2018. ....	14
Gráfico 3 - Consumo de agrotóxicos e afins no Brasil (2000 a 2019). ....	15
Gráfico 4 - Top 10 países produtores de melancia no mundo (1990 - 2018). ....	19
Figura 1 - Análise cromatográfica em C18: exemplo de separação e de coeluição de agrotóxicos. ....	22
Figura 2 - Funcionamento geral da análise por espectrometria de massas sequencial. ....	23
Fluxograma 1 - Extração QuEChERS sem <i>clean-up</i> . ....	299
Quadro 1 - Condições CLUE-EM/EM para validação e implementação do método analítico.	29
Figura 3 - Diferença estrutural do Espinosade A e Espinosade D. ....	31
Figura 4 - 1ª Etapa do processo de validação – Definição dos parâmetros de desempenho. .	322
Figura 5 - 2ª Etapa do processo de validação – Análise dos parâmetros definidos. ....	32
Figura 6 - Ilustração do método de fortificação. ....	344
Fluxograma 2 - Extração QuEChERS sem <i>clean-up</i> das amostras de melancia. ....	366
Gráfico 5 – Conformidade regulatória das amostras analisadas, segundo resultados obtidos.	40
Quadro 4 – Transições monitoradas dos agrotóxicos avaliados (continua). ....	59
Quadro 5 – IA validados na matriz melancia (continua). ....	84
Figura 7 – Comparação do sinal observado no extrato branco, fortificado e amostra – exemplo acefato. ....	86
Figura 8 – Planilha usada na avaliação da curva analítica – exemplo acefato. ....	87

## LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Equipamentos utilizados para preparo de reagentes, padrões e amostras. ....	277
Tabela 2 - Solventes e reagentes empregados na validação e implementação do método analítico.....	288
Tabela 3 - Gradiente de eluição empregado na coluna cromatográfica ACQUITY™ UPLC BEH C18.....	30
Tabela 4 - Parâmetros de validação e critérios de aceitação. ....	311
Tabela 5 - Soluções usadas no preparo da curva analítica. ....	333
Tabela 6 - Resumo dos resultados das amostras de melancia. ....	41
Tabela 7 – Agrotóxicos avaliados na validação e sua situação legal no país quanto ao uso em melancia (continua).....	55
Tabela 8 – Valores encontrados para r e R <sup>2</sup> (continua). ....	65
Tabela 9 – Valores de CV para avaliação de precisão (continua). ....	68
Tabela 10 – Valores de recuperação para avaliação de exatidão (continua). ....	72
Tabela 11 – Avaliação da Razão Sinal/Ruído e determinação de LQM (continua). ....	80

## LISTA DE SIGLAS

ACN	Acetonitrila
ANOVA	Análise de Variância
ANVISA	Agência Nacional de Vigilância Sanitária
AOAC	<i>Association of Official Analytical Chemists</i>
CEASA/RJ	Centrais de Abastecimento do Estado do Rio de Janeiro
CLUE-EM/EM	Cromatografia Líquida de Ultra Eficiência Acoplada à Espectrometria de Massas Sequencial
CONAB	Companhia Nacional de Abastecimento
CG-EM/EM	Cromatografia Gasosa Acoplada à Espectrometria de Massas Sequencial
CV	Coefficiente de Variação
EM	Espectrometria de Massas
EM/EM	Espectrometria de Massas Sequencial
ESI	Ionização por <i>Eletrospray</i>
EUA	Estados Unidos da América
FAO	<i>Food and Agriculture Organization of the United Nations</i> / Organização das Nações Unidas para Alimentação e Agricultura
GHS	<i>Globally Harmonized System of Classification and Labeling of Chemicals</i> / Sistema Globalmente Harmonizado de Classificação e Rotulagem de Produtos Químicos
HAc	Ácido acético
IA	Ingredientes Ativos
IBAMA	Instituto Brasileiro de Meio Ambiente e dos Recursos Naturais Renováveis
INMETRO	Instituto Nacional de Metrologia, Qualidade e Tecnologia
IPEA	Instituto de Pesquisa Econômica Aplicada
LDM	Limite de Detecção do Método
LMR	Limites Máximos de Resíduos
LQM	Limite de Quantificação do Método
MAPA	Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento
MeOH	Metanol

MgSO <sub>4</sub>	Sulfato de Magnésio
MMQO	Método dos Mínimos Quadrados Ordinários
MRM	Monitoramento de Reações Múltiplas
NA	Não autorizado para a cultura
Na(C <sub>2</sub> H <sub>3</sub> O <sub>2</sub> )	Acetato de sódio
E/NR	Excluído ou Não registrado no Brasil
PA	Para Análise
PARA	Programa de Análise de Resíduos de Agrotóxicos
PNCRC/ Vegetal	Plano Nacional de Controle de Resíduos e Contaminantes de Origem Vegetal
PNDA	Programa Nacional de Defensivos Agrícolas
QuEChERS	<i>Quick, Easy, Cheap, Effective, Rugged, and Safe</i>
r	Coefficiente de Correlação
R <sup>2</sup>	Coefficiente de Determinação
EU	União Europeia
UF	Unidade Federativa

## SUMÁRIO

<b>1</b>	<b>INTRODUÇÃO</b>	<b>12</b>
1.1	O uso de agrotóxicos no Brasil	12
1.2	Impactos toxicológicos do uso de agrotóxicos no Brasil	15
1.3	Monitoramento da presença de resíduos de agrotóxicos em alimentos	16
1.4	Produção e consumo de melancia no Brasil	18
1.5	Presença de resíduos de agrotóxicos em melancia	19
1.5.1	Panorama internacional	19
1.5.2	Panorama nacional	20
1.6	QuEChERS	21
1.7	CLUE-EM/EM	22
1.8	Validação da metodologia analítica	23
1.9	Justificativa	24
<b>2</b>	<b>OBJETIVOS</b>	<b>26</b>
<b>3</b>	<b>METODOLOGIA</b>	<b>27</b>
3.1	Materiais	27
3.1.1	Equipamentos	27
3.1.2	Solventes, Reagentes e Padrões	28
3.2	Obtenção, processamento e extração de amostras	28
3.3	Análises por CLUE-EM/EM	29
3.4	Validação	31
3.4.1	Seletividade	32
3.4.2	Faixa de trabalho e Linearidade	33
3.4.3	Precisão / Repetibilidade e Exatidão / Taxa de recuperação	34
3.4.3.1	Precisão / Repetibilidade	35
3.4.3.2	Exatidão/Taxa de recuperação	35
3.4.4	LDM e LQM	35
3.5	Implementação do método analítico	35
<b>4</b>	<b>RESULTADOS E DISCUSSÃO</b>	<b>37</b>
4.1	Validação	37
4.1.1	Seletividade	37
4.1.2	Faixa de trabalho/linearidade	37
4.1.3	Precisão/repetibilidade	38

4.1.4 Exatidão/taxa de recuperação .....	38
4.1.5 LDM e LQM.....	38
4.1.6 Ingredientes ativos validados.....	39
4.1.7 Vantagens analíticas .....	39
<b>4.2 Implementação do método analítico .....</b>	<b>39</b>
<b>5 CONCLUSÃO.....</b>	<b>43</b>
<b>REFERÊNCIAS .....</b>	<b>44</b>
<b>ANEXO A – “Classes toxicológicas do GHS” .....</b>	<b>50</b>
<b>APÊNDICE B – AGROTÓXICOS AVALIADOS NA VALIDAÇÃO .....</b>	<b>53</b>
<b>APÊNDICE C – TRANSIÇÕES MONITORADAS .....</b>	<b>57</b>
<b>APÊNDICE D – COEFICIENTES DE CORRELAÇÃO (r) E DE DETERMINAÇÃO (R<sup>2</sup>) .....</b>	<b>63</b>
<b>APÊNDICE E – AVALIAÇÃO DA PRECISÃO .....</b>	<b>66</b>
<b>APÊNDICE F – AVALIAÇÃO DA EXATIDÃO .....</b>	<b>69</b>
<b>APÊNDICE G – IDENTIFICAÇÃO E QUANTIFICAÇÃO.....</b>	<b>77</b>
<b>APÊNDICE H – AGROTÓXICOS VALIDADOS EM MELANCIA.....</b>	<b>81</b>
<b>APÊNDICE I – EXEMPLO ACEFATO: COMPARAÇÃO DE SINAIS.....</b>	<b>83</b>
<b>APÊNDICE J – PLANILHA DE AVALIAÇÃO DA CURVA ANALÍTICA .....</b>	<b>84</b>

# 1 INTRODUÇÃO

## 1.1 O uso de agrotóxicos no Brasil

Os agrotóxicos, os fertilizantes, as sementes certificadas entre outras tecnologias foram incorporados à cadeia produtiva de diversos cultivos com a promessa de garantir a alta produtividade. Com a introdução de novas técnicas e tecnologias agrícolas pretendia-se também auxiliar no combate à fome e incentivar o crescimento econômico (PERES et al., 2018; SOARES; PORTO, 2012).

No Brasil, a partir de 1960, foram elaboradas e implementadas políticas públicas de incentivo ao uso das novas tecnologias agrícolas. Pode-se citar como exemplo a isenção do Imposto de Circulação de Mercadoria (ICMS) e do Imposto de Produtos Industrializados (IPI), além da redução das taxas de importação de aviões de uso agrícola ou de outros produtos não produzidos no Brasil e empregados no setor (CARVALHO et al., 2017; SOARES; PORTO, 2012).

Criado em 1975, o Programa Nacional de Defensivos Agrícolas (PNDA) incentivou a internalização da produção de agrotóxicos no Brasil, visando a redução dos custos relativos à importação, especialmente de produtos formulados, além de favorecer inclusive a exportação do excedente. Para isso, foram disponibilizados recursos financeiros visando a criação de empresas brasileiras e a instalação de subsidiárias de empresas transnacionais no país (SILVEIRA; FUTINO, 1990).

O uso das novas técnicas e tecnologias agrícolas propiciou o aumento da capacidade produtiva agrícola nacional e o desenvolvimento econômico do setor. A produção de grãos passou de 47 milhões de toneladas em 1977 para 237 milhões em 2017 (aumento de mais de cinco vezes), enquanto a área plantada apenas dobrou. O setor agrícola cresceu quase dez vezes e tornou-se o principal responsável pelo superavit da balança comercial brasileira, entre 1989 e 2017 (BRASIL, 2018).

Apesar do crescimento expressivo da capacidade nacional de oferta de alimentos, o uso de agrotóxicos pode causar danos à saúde humana e ao meio ambiente. Assim, os agrotóxicos são alvo de legislações que buscam minimizar tais riscos (LOPES; ALBUQUERQUE, 2018).

A lei nº 7.802 de 1989, também conhecida como a Lei dos Agrotóxicos, define o termo “agrotóxicos e afins” como:

“a) os produtos e os agentes de processos físicos, químicos ou biológicos, destinados ao uso nos setores de produção, no armazenamento e beneficiamento de produtos agrícolas, nas pastagens, na proteção de florestas, nativas ou implantadas, e de outros ecossistemas e também de ambientes urbanos, hídricos e industriais, cuja finalidade seja alterar a composição da flora ou da fauna, a fim de preservá-las da ação danosa de seres vivos considerados nocivos; b) substâncias e produtos, empregados como desfolhantes, desseccantes, estimuladores e inibidores de crescimento.”

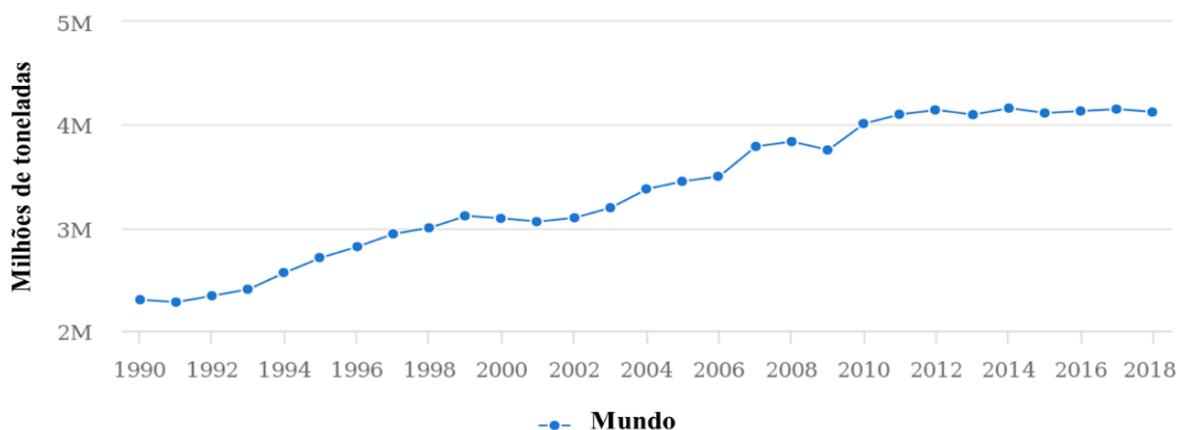
Os agrotóxicos são empregados no controle de insetos (inseticidas), fungos (fungicidas), plantas invasoras (herbicidas), bactérias do solo (fumigantes), ratos (rodenticidas ou raticidas), nematóides (nematicidas) e ácaros (acaricidas). Portanto, são empregados, principalmente durante o cultivo, visando garantir a produção, a proteção contra as pragas e minimizar as perdas (BRASIL, 2002).

O Decreto nº 4.074 de 04/01/2002 estabeleceu mudanças sobre o registro de agrotóxicos, cujo processo é rigoroso e segue padrões internacionais. O registro no Brasil é responsabilidade de três órgãos federais: a Agência Nacional de Vigilância Sanitária (ANVISA), o Instituto Brasileiro do Meio Ambiente e dos Recursos Naturais Renováveis (IBAMA) e o Ministério da Agricultura Pecuária e Abastecimento (MAPA). A ANVISA é responsável por avaliar o impacto toxicológico do uso dos agrotóxicos na saúde humana. Ao IBAMA cabe a avaliação ambiental, incluindo os efeitos nos organismos vivos e o comportamento no solo, água e atmosfera. O MAPA é responsável pela avaliação dos agrotóxicos na eficiência contra as pragas-alvo (BRASIL, 2002).

A Lei dos Agrotóxicos é regulamentada pelo Decreto 4.074 de 2002 e define ingrediente ativo (IA) como “agente químico, físico ou biológico que confere eficácia aos agrotóxicos e afins”. Cada IA possui um Limite Máximo de Resíduo (LMR), correspondendo à “quantidade máxima de resíduo de agrotóxico ou afim oficialmente aceita no alimento, em decorrência da aplicação adequada numa fase específica, desde sua produção até o consumo”. Compete à ANVISA determinar os LMR para cada IA (BRASIL, 2002).

Atualmente, tais produtos são empregados em larga escala a nível internacional e nacional. De acordo com levantamento realizado pela Organização das Nações Unidas para Alimentação e Agricultura (FAO) entre 1990 e 2018, há um constante aumento na quantidade de agrotóxicos utilizados mundialmente, sendo o Brasil um dos líderes (**Gráficos 1 e 2**; FAOSTAT, 2020).

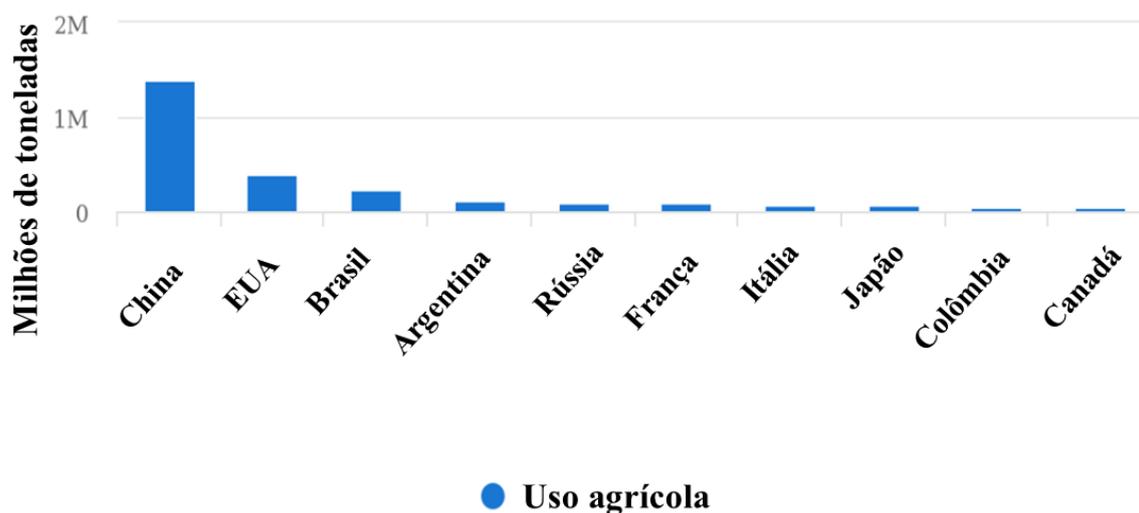
Gráfico 1 - Consumo de agrotóxicos no mundo entre 1990 e 2018 em milhões de toneladas



Source: FAOSTAT (Jan 14, 2021)

Fonte: Adaptado de FAOSTAT, 2020.

Gráfico 2 - Relação dos 10 países líderes mundiais no consumo de agrotóxicos entre 1980 e 2018

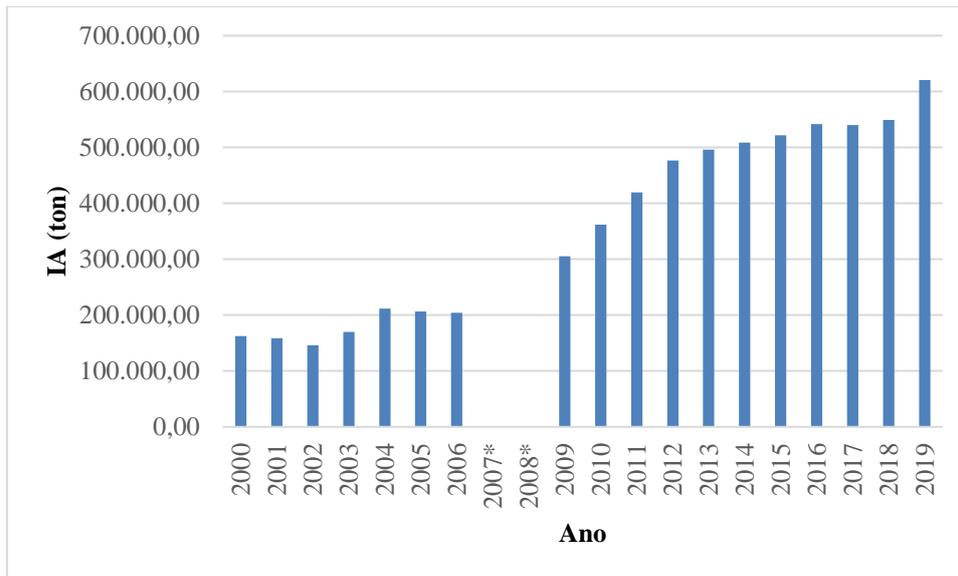


Source: FAOSTAT (Jan 14, 2021)

Fonte: Adaptado de FAOSTAT, 2020.

Assim como observado no cenário mundial, há o aumento crescente nas vendas de agrotóxicos e afins no Brasil entre 2000 e 2019, segundo boletim anual do IBAMA (Gráfico 3). Em 2019, ultrapassou-se a marca de 600 mil toneladas de agrotóxicos comercializados no país. Além disso, a área de aplicação foi ampliada. De acordo com o censo agropecuário do IBGE, o número de estabelecimentos que declaram o uso de agrotóxicos em suas lavouras passou de 30% para 36% entre 2006 e 2017. Observa-se também uma maior porcentagem de área de aplicação de agrotóxicos em estabelecimentos maiores. Para estabelecimentos com 500 hectares ou mais, a porcentagem passou de 76% para 95% (BRASIL, 2020b; BRASIL, 2019b; BRASIL, 2020c).

Gráfico 3 - Consumo de agrotóxicos e afins no Brasil (2000 a 2019)



Fonte: Brasil, 2020c.

Nota: \* Os dados de 2007 e 2008 não foram divulgados.

## 1.2 Impactos toxicológicos do uso de agrotóxicos no Brasil

O uso crescente de agrotóxicos representa um problema de saúde pública para o consumidor, agricultores e famílias rurais. Além do risco de intoxicação aguda por uma exposição pontual, sobretudo para trabalhadores que aplicam tais produtos em seus cultivos, o risco de intoxicação por exposição crônica a resíduos de agrotóxicos atinge grande parte da população mundial, consumidora de alimentos e produtos contaminados e refém da contaminação ambiental. As vias dérmica, inalatória e oral destacam-se como as formas mais comuns de exposição (LOPES; ALBUQUERQUE, 2018).

De acordo com o Sistema de Informação de Agravos de Notificação (Sinan Net) do Ministério da Saúde (MS), já foram notificados 41,6 mil casos de intoxicação por agrotóxicos de uso agrícola de 2007 a 2017, sendo 88% por exposição aguda e 42% por exposição ocupacional. Apenas em 2017, foram notificados mais de 5 mil casos. Segundo o Sistema Nacional de Informações Tóxico-Farmacológicas (Sinitox; Fiocruz), foram registrados 43,5 mil casos de intoxicação por agrotóxicos agrícolas entre 2007 e 2016, sendo 25% dos casos informados como acidente individual e 23% por exposição ocupacional. As tentativas de suicídio por ingestão de agrotóxicos representam 39% (Sinan; 2007 a 2017) e 45% (Sinitox; 2007 a 2016) dos casos totais (BRASIL, 2020b).

Estudos numerosos evidenciam os efeitos nocivos da exposição humana aos agrotóxicos. Dentre os efeitos tóxicos apontados estão: câncer; infertilidade; malformação

congênita; nascimentos prematuros; distúrbios neurológicos; distúrbios endócrinos; danos auditivos; danos aos mecanismos de defesa celular (LOPES; ALBUQUERQUE, 2018).

A RDC nº 294/2019 dispõe sobre os critérios para avaliação e classificação toxicológica, priorização da análise e comparação da ação toxicológica de agrotóxicos, componentes, afins e preservativos de madeira, e dá outras providências. A partir dela, a classificação toxicológica dos agrotóxicos comercializados no Brasil adequou-se ao Sistema Globalmente Harmonizado de Classificação e Rotulagem de Produtos Químicos (GHS - Globally Harmonized System of Classification and Labeling of Chemicals), também adotado em países da União Europeia (UE) e Ásia. Para cada classe toxicológica, existem pictogramas, mensagem de advertência e cor específicas para a rotulagem do produto, exemplificadas na tabela de classificação toxicológica do GHS no ANEXO A. Após a publicação da RDC, cerca de 2 mil produtos foram analisados e 99% deles foram reclassificados (BRASIL, 2019c; BRASIL, 2019d; BRASIL, 2019e).

### **1.3 Monitoramento da presença de resíduos de agrotóxicos em alimentos**

Grãos, verduras e hortaliças, especialmente aqueles tratados com agrotóxicos são analisados em laboratórios dispostos no mundo todo visando a promoção da segurança de alimentos. Em 1963, a Organização das Nações Unidas para Agricultura e Alimentação (FAO) e a Organização Mundial da Saúde (OMS) criaram o *Codex Alimentarius* para garantir práticas leais de comércio entre os países, bem como a inocuidade dos alimentos. Trata-se de um programa conjunto entre as organizações, no qual há a elaboração de normas internacionais na área de alimentos, inclusão de padrões, diretrizes e guias sobre Boas Práticas e de Avaliação de Segurança e Eficácia (CODEX, 2003; MARTINELLI, 2003).

No Brasil, existem dois programas de monitoramento de resíduos de agrotóxicos em alimentos: o Programa de Análise de Resíduos em Alimentos (PARA) e o Plano Nacional de Controle de Resíduos de Agrotóxicos em Alimentos de origem vegetal (PNCRC/Vegetal). O PARA foi criado em 2001 pela ANVISA, enquanto o PNCRC/Vegetal foi instituído em 2008 pelo MAPA. Ambos foram criados com o objetivo de avaliar a conformidade dos alimentos com os LMR nacionais estabelecidos, permitindo a inspeção e a fiscalização do uso de agrotóxicos, além de promover a segurança de alimentos, por exemplo, por meio de ações integradas promotoras das Boas Práticas Agrícolas (BRASIL, 2003; BRASIL, 2009a).

Diretrizes elaboradas pelo *Codex Alimentarius* são empregadas no plano de amostragem e de análise de amostras do PARA e do PNCRC/Vegetal. No PNCRC/Vegetal, analisam-se os alimentos de origem vegetal destinados aos mercados interno e externo. Diferentemente, no

PARA o foco está no alimento que chega à mesa do consumidor brasileiro. Logo, as matrizes são escolhidas de acordo com dados de consumo levantados pela Pesquisa de Orçamentos Familiares (POF; IBGE). As limitações relacionadas à disponibilidade dos alimentos para coleta, à execução do transporte e à existência de adequada infraestrutura laboratorial também são consideradas. Isso explica a variabilidade qualitativa e quantitativa de alimentos entre os relatórios já publicados (BRASIL, 2009a; LOPES; ALBUQUERQUE, 2021).

Desde a sua criação, já foram analisados mais de 30 mil amostras e 25 tipos de alimentos de origem vegetal. Contudo, apenas 228 IA foram contemplados em um universo de mais de 400 IA com uso agrícola autorizado no Brasil. A seleção dos IA baseia-se em dados de frequência de resíduos de agrotóxicos em alimentos e depende da disponibilidade de método analítico nos laboratórios integrantes do programa (LOPES; ALBUQUERQUE, 2021).

Após a avaliação dos relatórios, podem ser desencadeadas ações governamentais como medidas educativas e coercitivas visando o emprego das Boas Práticas Agrícolas (BPA) e reavaliação sobre restrições de uso ou banimento de agrotóxicos. Os relatórios do PARA também contribuem na realização de estudos para avaliação de risco à saúde, subsidiando o mapeamento das áreas de maior risco de exposição a determinados agrotóxicos (LOPES; ALBUQUERQUE, 2021).

Ao compararem os últimos relatórios do PARA (2001 a 2015), Lopes e Albuquerque (2021) constataram a persistente e preocupante presença de multirresíduos de agrotóxicos nos alimentos. Os autores ressaltaram a disparidade dos valores de LMR estabelecidos no Brasil e na União Europeia, como o exemplo da malationa no feijão apresentar um LMR 400 vezes superior ao europeu. Assim, o cenário torna-se mais grave quando adotados os parâmetros europeus. Também apontam para a necessidade de se ampliar o escopo analítico do programa, uma vez que a inclusão do maior número possível de IA e matrizes aproxima os resultados obtidos da realidade nacional quanto à presença de resíduos de agrotóxicos em alimentos.

Os alimentos com maior média de diferentes ingredientes ativos foram, respectivamente: uva, pimentão, couve, abobrinha e pepino. Os alimentos com as menores médias de IA detectados foram a cebola e a batata. No relatório de 2015, dentre 73 IA investigados em uva, 51 IA foram detectados. Para goiaba, 43 IA foram encontrados em um total de 69 IA analisados (LOPES; ALBUQUERQUE, 2021).

O pimentão, a abobrinha, o morango, a goiaba e uva foram os alimentos mais frequentemente identificados como irregulares, enquanto o fubá de milho e a farinha de mandioca apresentaram as menores médias. Em 2005, a quantidade de amostras irregulares foi

a menor, enquanto registrou-se em 2011 o maior número de amostras classificadas como irregulares (LOPES; ALBUQUERQUE, 2021).

#### **1.4 Produção e consumo de melancia no Brasil**

A melancia, *Citrullus lanatus* (Thunb.) Matsum. & Nakai, é uma hortaliça de crescimento rasteiro, anual, originária do continente africano e pertencente à família Cucurbitaceae. Sua polpa é popularmente consumida *in natura*, por suas propriedades nutricionais e diuréticas. O aumento do fluxo urinário é atribuído à ação dos aminoácidos arginina e citrulina presentes no fruto e nas suas sementes, as quais promovem o aumento da produção de uréia no fígado. A fruta também pode ser consumida na forma de farináceos, geleias ou compotas (CHEVALLIER, 2017; LIMA, et al, 2020).

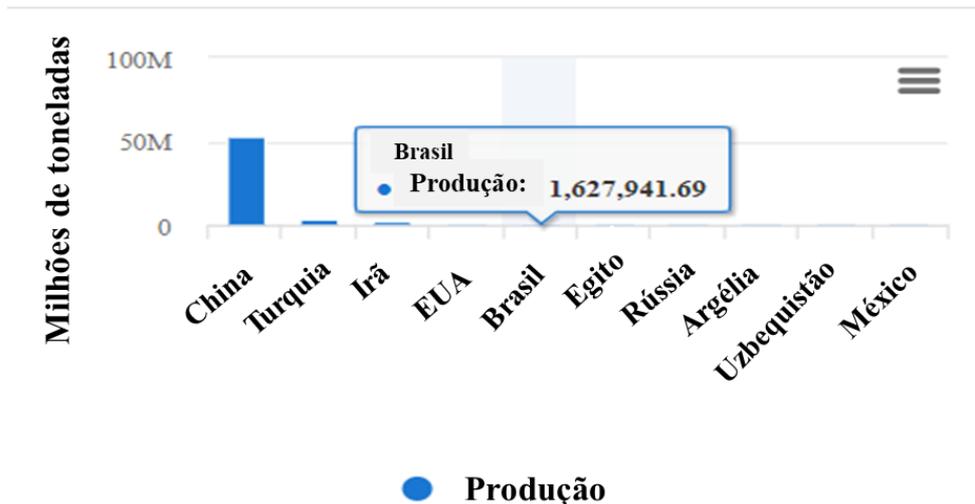
De acordo com a Tabela Brasileira de Composição dos Alimentos (TACO), a melancia crua apresenta alto teor de água (90,7%), vitaminas e sais minerais como: A, C, magnésio, ferro e potássio. Em 100 g do produto há 33 Kcal. Também é rica em substâncias antioxidantes, as quais previnem o envelhecimento precoce. Destaca-se o betacaroteno licopeno, o qual está associado à prevenção do desenvolvimento e progressão do câncer em locais como próstata e pulmão (SHAMI; MOREIRA, 2004; TACO, 2011).

O Brasil é o 6º maior produtor mundial de melancia, segundo levantamentos estatísticos realizados pela FAO (Gráfico 4). Em 2019, foram exportadas mais de 100 mil toneladas da fruta, movimentando mais de 43 milhões de dólares nesse processo. Os principais estados brasileiros produtores de melancia apontados no censo agropecuário realizado pelo Instituto Brasileiro de Geografia e Estatística (IBGE) em 2017 foram: Rio Grande do Sul, Bahia e Goiás (BRASIL, 2019b; BRASIL, 2020a; FAOSTAT, 2020).

Segundo dados da Companhia Nacional de Abastecimento (CONAB), a melancia está entre as 5 frutas mais comercializadas nos principais entrepostos comerciais atacadistas do país (São Paulo/SP, Belo Horizonte/MG, Rio de Janeiro/RJ, Vitória/ES, Curitiba/PR, Goiânia/GO, Recife/PE, Fortaleza/CE) junto com a banana, a laranja, a maçã e o mamão. Mensalmente, a CONAB publica boletins contendo dados de produção e consumo da melancia, entre outras principais frutas e hortaliças comercializadas em tais entrepostos. Em dezembro, cerca de 6 mil toneladas de melancia foram comercializadas pelo CEASA/RJ, segundo Boletim Hortifrutigranjeiro de dezembro de 2020 (COMPANHIA NACIONAL DE ABASTECIMENTO, 2021).

Gráfico 4 - Top 10 países produtores de melancia no mundo (1990 - 2018)

### Top 10 países produtores de melancia no mundo 1990-2018



Fonte: Adaptado de FAOSTAT, 2020.

## 1.5 Presença de resíduos de agrotóxicos em melancia

### 1.5.1 Panorama internacional

Zhang et al. (2018) analisaram 80 amostras de melancia, pepino, arroz, ovos, leite, porco, água e solo oriundas da província chinesa Guizhou, sendo 10 de cada matriz, por meio de um método, desenvolvido pelo grupo, capaz de detectar dinotefuram e dois de seus metabólitos. Após a extração por QuEChERS-acetato modificado e análise por Cromatografia Líquida de Ultra Eficiência Acoplada à Espectrometria de Massas Sequencial (CLUE-EM-EM), 70 amostras apresentaram níveis de dinotefuran variando entre 4,1 a 11,7  $\mu\text{g}/\text{kg}$ . Os metabólitos também foram detectados, mas não quantificados. No Brasil, o uso do inseticida não é permitido para o cultivo de melancia.

Jallow et al. (2017) analisaram frutas e vegetais representativos das *commodities* mais consumidas no Kuwait, as quais foram extraídas pelo método do QuEChERS original e analisadas por CL-EM/EM e CG-EM/EM. As amostras foram adquiridas em mercados locais, importados da China ou, como foi o caso das amostras de melancia, provenientes da Jordânia. Resíduos de Cipermetrina, Deltametrina, Monocrotofós, Imidacloprido, Metalaxil ou Difenconazol foram detectados em 10 das 12 amostras de melancia analisadas, nas quais 2

não apresentaram resíduos dos 34 IA pesquisados. Em 6 amostras foram observados resíduos em quantidade acima do LMR estabelecido pelo *Codex Alimentarius*: deltametrina (4), imidacloprido (1), monocrotofós (1). Em 4 amostras um teor inferior ao LMR foi observado. Apenas os agrotóxicos cipermetrina, imidacloprido e metalaxil possuem uso em melancia permitido no Brasil.

Chen et al. (2014) desenvolveram um método baseado em QuEChERS citrato modificado e CLAE-EM/EM para determinação de 8 neonicotinoides: acetamiprido, clotianidina, dinotefuram, flonicamida, imidacloprido, nitrenpiram, tiacloprido e tiametoxam. Amostras de vegetais e frutas foram coletados em mercados locais de Boston, EUA. Resíduos de imidacloprido e tiametoxam foram detectados em melancia. Ambos os inseticidas são permitidos no cultivo de melancia no Brasil.

Camino-Sanchez et al. (2011) analisaram 1463 frutas e vegetais cultivados, coletados e analisados na Espanha. Segundo os autores, a região do sudeste espanhol selecionada para coleta representa a maior área de agricultura intensiva na Europa e a maioria dos alimentos analisados seriam exportados e comercializados em mercados europeus. Além disso, os 120 agrotóxicos analisados foram eleitos pelos agricultores locais como os mais empregados. As amostras foram extraídas por um método QuEChERS modificado e foram analisadas por Cromatografia Gasosa acoplada à espectrometria de massas sequencial (CG-EM/EM). Resíduos de azoxistrobina, bifentrina, buprofenzina, deltametrina, fenamifós, lambda-cialotrina, triadimefom e triadimenol foram detectados em 13 das 78 amostras de melancia analisadas, em concentrações inferiores ao LMR estabelecidos na União Europeia. Todos os agrotóxicos encontrados também são permitidos para o cultivo de melancia no Brasil, exceto fenamifós.

### 1.5.2 Panorama nacional

Segundo o *Codex Alimentarius*, a melancia encontra-se no subgrupo 11B, dos vegetais frutíferos. Também integram o subgrupo: melão, abóbora e moranga. Outros vegetais deste subgrupo já foram analisados a nível nacional. O melão, por exemplo, foi contemplado nas análises do PNCRC/Vegetal realizadas em 2017 e 2018, essas apresentaram resíduos de agrotóxicos em 36,36% das 15 amostras analisadas em 2017 e 88,24% em 2018. No estudo de 2017, resíduos de profenofós foram detectados em uma amostra de melão, inseticida e acaricida não permitido para a cultura. Contudo, em 2018 todas as amostras foram conformes (BRASIL, 2019a; CODEX, 2017).

A melancia, o melão, a abóbora e a moranga não foram contempladas nos últimos seis relatórios publicados do PARA desde 2001 a 2018, nem nos últimos oito relatórios do PNCRC/Vegetal, com exceção do melão, que foi contemplado no relatório de 2017-2018 (BRASIL, 2009b; BRASIL, 2009c; BRASIL, 2009d; BRASIL 2010; BRASIL, 2011a; BRASIL, 2011b; BRASIL, 2013a; BRASIL, 2013b; BRASIL, 2013c; BRASIL, 2015; BRASIL, 2016a; BRASIL, 2016b; BRASIL, 2019a).

Atualmente, existem cerca de 70 IA registrados na ANVISA com os respectivos LMR estabelecidos para a cultura de melancia. Entretanto, para fins de monitoramento, a detecção e a quantificação do maior número possível de agrotóxicos são desejáveis, sejam eles permitidos ou não ao cultivo de melancia. No APÊNDICE A, encontra-se a relação dos IA de uso autorizado, respectivos LMRs e classes agronômicas para a cultura. No APÊNDICE B, os IAs avaliados no presente trabalho e sua situação legal no país foram listados (BRASIL, 2021g).

## 1.6 QuEChERS

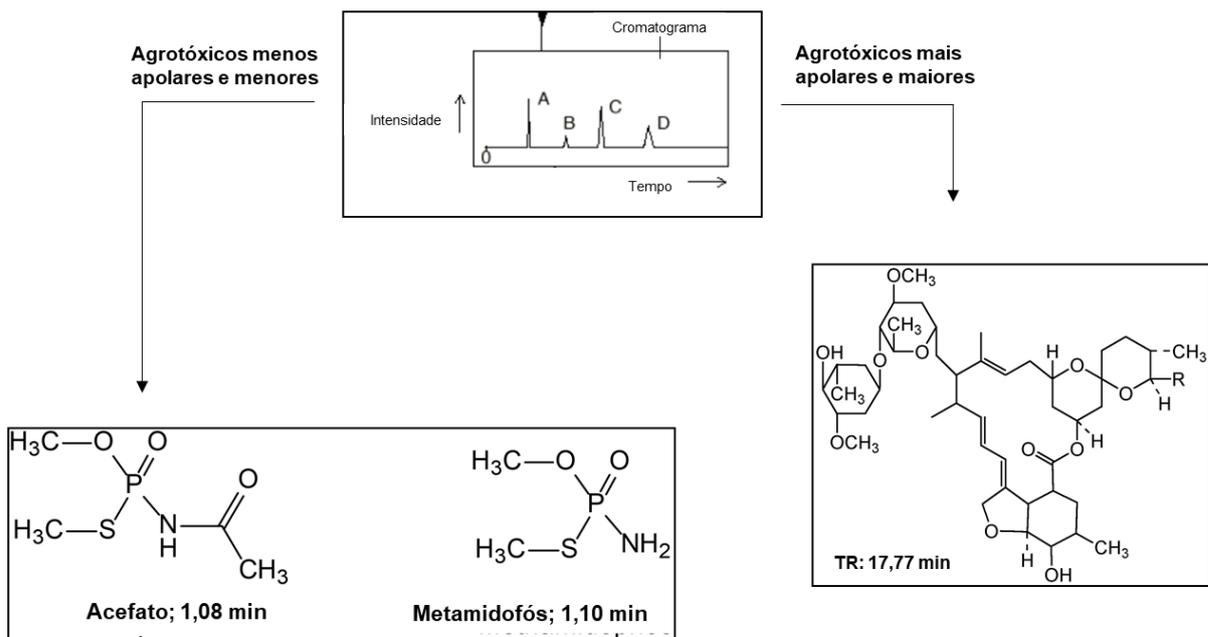
O método de extração QuEChERS (uma sigla em inglês para indicar um método rápido, fácil, barato, eficaz, robusto e seguro) está em aperfeiçoamento desde 2003, quando foi pioneiramente proposto por Anastassiades e colaboradores. O método baseia-se em duas principais etapas: extração e limpeza (ou *clean-up*). Na primeira etapa, há a extração com um solvente orgânico ou uma mistura de solventes, seguida de uma extração/partição a partir da adição de sais ao meio reacional. A extração com solvente apresenta a função de recuperar resíduos de agrotóxicos presentes na amostra, enquanto a extração/partição com sais é aplicada para estabilizar analitos sensíveis a variações de pH, maximizando a recuperação deles, e induzir a separação das fases, retirando água da fase orgânica. Assim, os interferentes precipitam e são eliminados enquanto os agrotóxicos de variados perfis químicos migram da matriz para a fase orgânica, a qual é coletada e posteriormente analisada por cromatografia líquida (CL) ou gasosa (CG) (ANASTASSIADES et al., 2003).

A segunda etapa visa a obtenção de extratos com quantidade reduzida de interferentes químicos, como pigmentos e lipídeos, capazes de danificar os instrumentos usados e diminuir a precisão dos resultados. Entretanto é opcional. Nessa etapa, o extrato passa por uma fase sólida contendo sulfato de magnésio, amina primária e secundária (PSA), carbono grafitizado (GCB) ou octadecilsilano tratado, chamado *end-capped* C18 (C18E) (ANASTASSIADES et al., 2003).

## 1.7 CLUE-EM/EM

A análise por CLUE-EM/EM permite a detecção, confirmação e quantificação simultânea de substâncias presentes em matrizes complexas, como os alimentos. Durante uma corrida cromatográfica em coluna C18, há a separação das substâncias de acordo com sua polaridade e tamanho. Os analitos interagem e são adsorvidos na fase estacionária, de acordo com o seu perfil químico, tamanho e a composição da fase móvel. Desse modo, os analitos mais apolares e de maior tamanho apresentam um maior tempo de retenção, adsorvendo menos na fase estacionária com o aumento da polaridade da fase móvel. Na Figura 1, a separação cromatográfica de agrotóxicos em C18 está exemplificada, bem como a possível coeluição de analitos (FANALI et al., 2013).

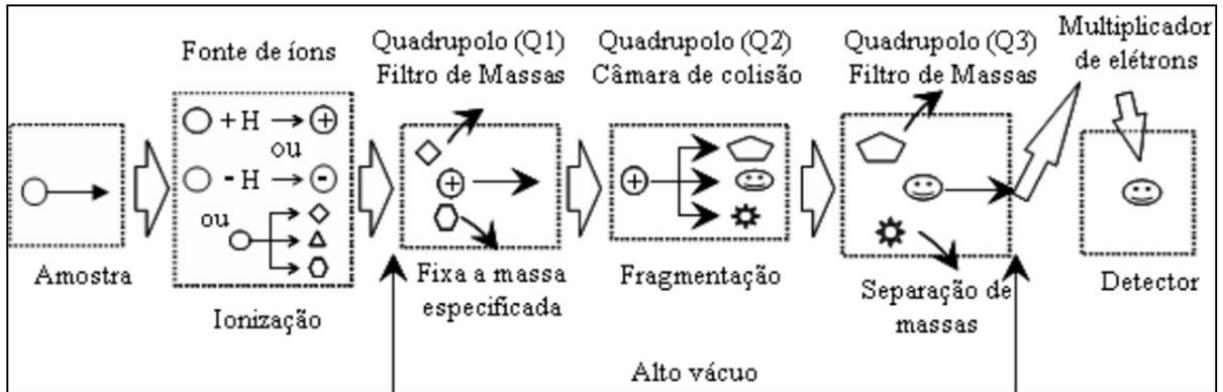
Figura 1 - Análise cromatográfica em C18: exemplo de separação e de coeluição de agrotóxicos



Fonte: Adaptado de [https://edisciplinas.usp.br/pluginfile.php/361772/mod\\_resource/content/2/aula%20intro%20espect%20massas.pdf](https://edisciplinas.usp.br/pluginfile.php/361772/mod_resource/content/2/aula%20intro%20espect%20massas.pdf); <https://www.chemservice.com/ivermectin-n-12289-100mg.html>.

No espectrômetro de massas sequencial, os agrotóxicos ionizados são selecionados de acordo com sua relação massa/carga ( $m/z$ ) no primeiro quadrupolo (Q1), fragmentados (Q2) e os fragmentos são selecionados (Q3). A transição entre o íon precursor e seus fragmentos é monitorada. Assim, por serem específicas a determinada substância, o monitoramento dessas transições e respectivas abundâncias possibilita a identificação, confirmação e quantificação de um analito em uma amostra. Tal processo está ilustrado na Figura 2 (FANALI et al., 2013).

Figura 2 - Funcionamento geral da análise por espectrometria de massas sequencial



Fonte: Adaptado de [https://edisciplinas.usp.br/pluginfile.php/361772/mod\\_resource/content/2/aula%20intro%20spect%20massas.pdf](https://edisciplinas.usp.br/pluginfile.php/361772/mod_resource/content/2/aula%20intro%20spect%20massas.pdf).

### 1.8 Validação da metodologia analítica

A validação é uma avaliação que fornece evidências objetivas de que um método atende aos requisitos estabelecidos para um propósito definido. A rastreabilidade, comparabilidade e a confiabilidade dos resultados obtidos são características primordiais de tais metodologias (INMETRO, 2020). Desse modo, especialmente para programas governamentais com função fiscalizatória como o PARA e o PNCRC/Vegetal, os dados gerados em análises de metodologias previamente validadas proporcionam maior segurança para tomada de decisões e ações legais cabíveis posteriores às análises (ABNT NBR ISO/IEC 17025).

Considerando as peculiaridades de cada objeto de estudo, documentos nacionais e internacionais direcionados especificamente aos alimentos foram elaborados. Um documento orientativo amplamente empregado especificamente para análise de resíduos de agrotóxicos em alimentos é o SANTE, elaborado por especialistas de laboratórios de referência da União Europeia. Nele há a descrição dos requisitos de validação de método e de controle de qualidade analítico. O cumprimento dos requisitos expostos é necessário para se garantir a validade dos dados empregados na verificação da conformidade de LMR, para dar suporte à avaliação da exposição do consumidor a agrotóxicos e às ações decorrentes das análises (EUROPEAN COMMISSION, 2020).

Outro documento empregado para desenvolvimento de metodologias analíticas validadas no laboratório de resíduos de agrotóxicos do INCQS é o Procedimento Operacional Padrão (POP) 65.3120.082, o qual trata de parâmetros estatísticos para validação de resíduos de agrotóxicos em alimentos. Dentre os parâmetros avaliados na validação, pode-se citar:

seletividade, linearidade, limite de detecção, limite de quantificação do método, precisão e exatidão (EUROPEAN COMMISSION, 2020).

O limite de detecção do método (LDM) é a menor concentração de analito capaz de ser detectada na amostra, em que o sinal emitido é estatisticamente diferente do ruído. Enquanto o limite de quantificação do método (LQM) é a menor quantidade de analito capaz de ser quantificada com precisão e exatidão (EUROPEAN COMMISSION, 2020).

A linearidade representa a capacidade de um método em obter resultados diretamente proporcionais à concentração do analito na amostra dentro de uma faixa conhecida. A seletividade indica a capacidade do método de diferenciar o(s) analito(s) de interesse de outras substâncias. As substâncias presentes na matriz capazes de interferir na resposta dos analitos de interesse causam o chamado efeito matriz. Quando a matriz analisada é um alimento, esse efeito é comumente observado ao menos para um analito de interesse pois apresentam em sua composição substâncias de perfis químicos amplamente variados (EUROPEAN COMMISSION, 2020).

A exatidão aponta a proximidade entre resultado analítico obtido e o valor verdadeiro ou de referência aceito, podendo ser avaliada a partir da taxa de recuperação. A recuperação é a relação entre a quantidade de analito assumida como verdadeira adicionada em uma amostra, geralmente isenta do analito em questão, antes da extração e a quantidade obtida de um mesmo analito após o procedimento analítico. E é usualmente expressa em porcentagem (EUROPEAN COMMISSION, 2020).

A precisão de medição de um método é normalmente expressa pelo desvio padrão e indica o grau de concordância entre resultados obtidos para objetos iguais ou semelhantes sob condições especificadas (EUROPEAN COMMISSION, 2020).

## **1.9 Justificativa**

Apesar de amplamente consumida e produzida no país, a melancia não é uma matriz contemplada nos relatórios do Programa de Análise de Resíduos de Agrotóxicos em Alimentos (PARA) nem do Programa Nacional de Controle de Resíduos e Contaminantes em Vegetais (PNCRC/Vegetal). Além da escassez de dados nacionais observada quanto ao perfil de contaminação das melancias produzidas ou consumidas no país, apenas estudos internacionais foram encontrados. Tais estudos apresentam resultados preocupantes, em que a presença de resíduos de agrotóxicos é frequente e verificou-se amostras com resíduos em concentração superior ao limite máximo de resíduo permitido pelo *Codex Alimentarius*.

Considerando os riscos à saúde humana inerentes ao consumo frequente de alimentos contendo resíduos de agrotóxicos e a escassez de estudos nacionais e internacionais acerca do perfil de contaminação por multirresíduos de agrotóxicos em melancia, a realização de um estudo exploratório nessa matriz é um meio importante de avaliação da segurança quanto ao consumo desse alimento. A análise de amostras por meio de um método validado confere ao resultado confiabilidade, comparabilidade e rastreabilidade, as quais são características desejáveis para proporcionar maior segurança na tomada de decisões legais cabíveis à cada órgão ou instituição atuantes na saúde pública brasileira.

Desse modo, a análise de melancias adquiridas em mercados do estado do Rio de Janeiro (Nova Iguaçu e Rio de Janeiro), produzidas em diferentes estados brasileiros e implementando-se um método validado em laboratório inserido no sistema da qualidade do INCQS contribui na elucidação da questão, fornecendo dados qualitativos e quantitativos sobre a presença de resíduos de agrotóxicos nas amostras selecionadas.

## **2 OBJETIVOS**

### **2.1 Objetivo geral**

- Validar e implementar um método analítico para a determinação de multiresíduos de agrotóxicos em melancia.

### **2.2 Objetivos específicos**

- Validar um método analítico quantitativo para a determinação de 312 resíduos de agrotóxicos em melancia por meio do método de extração QuEChERS e análise por cromatografia líquida de ultra eficiência com detector por espectrometria de massas sequencial (CLUE-EM/EM);
- Realizar um estudo exploratório a partir do método validado sobre a presença de resíduos de agrotóxicos em melancias disponíveis no mercado varejista do estado do Rio de Janeiro.

### 3 METODOLOGIA

#### 3.1 Materiais

##### 3.1.1 Equipamentos

As amostras de melancia foram processadas em liquidificador industrial AMETEK® com copo de vidro. Tanto as amostras processadas quanto os sais do QuEChERS, utilizados na extração, foram pesados na balança analítica (Mettler Toledo®, EUA), modelo AG245™. A pesagem dos padrões de agrotóxicos foi realizada na balança analítica (Mettler Toledo®, EUA), modelo XP205™. A água ultrapura utilizada no preparo de fase móvel foi obtida do deionizador (Merck Millipore®, EUA) modelo Milli-Q™. Nas etapas da extração foram utilizados o vortex (IKA™, Alemanha) modelo MS3 Digital™ e a centrífuga (Eppendorf™, Alemanha) modelo 5810R™. O resumo dos equipamentos utilizados encontra-se na Tabela 1.

Tabela 1 - Equipamentos utilizados para preparo de reagentes, padrões e amostras

Equipamento	Balança Analítica	Balança Analítica	Processador industrial	Agitador (Vortex)	Centrífuga	Deionizador
<b>Modelo</b>	XP205	AG245	36BL55	MS3 Digital™	Centrífuga 5804R™	Milli-Q™
<b>Fabricante</b>	Metler Toledo®	Metler Toledo®	AMETEK®	IKA™	Eppendorf™	Merck Millipore®
<b>Nº de série</b>	B018030980	1117220420	480316	07.117833	-	F9NN4R511-8
<b>Etapa</b>	CLUE-EM/EM	Processamento/Extração	Processamento	Extração	Extração	CLUE-EM/EM
<b>Uso</b>	Padrões	Amostras/reagentes	Amostras	Amostras	Amostras	Fase móvel

Fonte: Adaptado de INCQS, 2021.

O equipamento utilizado para análise dos extratos foi o cromatógrafo líquido de ultra eficiência (Waters®, EUA) modelo ACQUITY UPLC™ equipado com um sistema binário de bombas, injetor automático, degaseificador e forno para a coluna.

A coluna utilizada para a separação cromatográfica foi de fase reversa ACQUITY UPLC™ BEH C18 com 1,7 µm de tamanho de partícula esférica, 2,1 mm de diâmetro interno

e 100 mm de comprimento (Waters, EUA). A pré-coluna utilizada foi a VanGuard™ BEH C18 com 1,7 µm de tamanho de partícula esférica (Waters®, EUA). O detector acoplado foi o espectrômetro de massas sequencial (Waters®, EUA) modelo Quattro Premier XE™ equipado com uma fonte de ionização por *eletrospray* (ESI) (Z-Spray™) e estação de trabalho MassLynx™ Versão 4.1.

### 3.1.2 Solventes, Reagentes e Padrões

Os dados referentes aos solventes e reagentes utilizados encontram-se listados na Tabela 2.

Tabela 2 - Solventes e reagentes empregados na validação e implementação do método analítico

<b>Solvente/ Reagente</b>	<b>Fabricante</b>	<b>Especificação</b>
<b>Acetato de Sódio</b>	MERCK®	PA
<b>Acetonitrila</b>	MERCK®	CL
<b>Ácido Acético Glacial</b>	MERCK®	Ultra Puro
<b>Ácido Fórmico</b>	MERCK®	CL
<b>Formato de Amônio</b>	FLUKA®	PA
<b>Metanol</b>	MERCK®	CL
<b>Sulfato de Magnésio Anidro</b>	MERCK®	PA

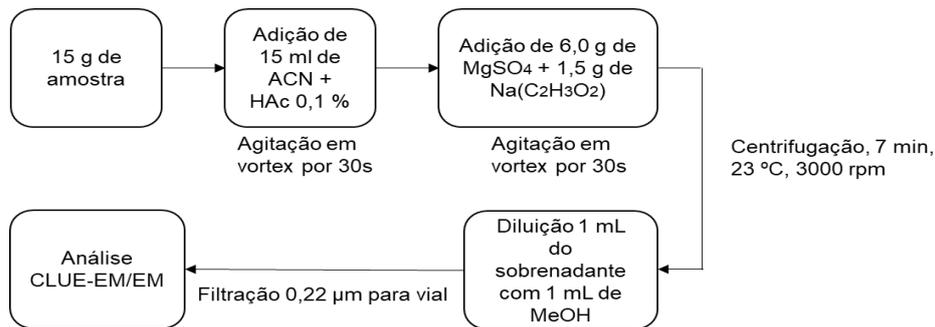
Legenda: CL: Cromatografia Líquida. PA: Para análise.

Fonte: Adaptado de INCQS, 2021.

### 3.2 Obtenção, processamento e extração de amostras

Os procedimentos de coleta e de preparo de amostras empregados foram baseados em diretrizes do *Codex Alimentarius*. Os frutos (N = 15), adquiridos em mercados do estado do Rio de Janeiro (Nova Iguaçu e Rio de Janeiro), foram processados em liquidificador industrial no mesmo dia em que chegaram ao laboratório. Cerca de 2 kg de amostra foram processados com casca e sementes, retirando-se apenas o pedúnculo do fruto. Após a obtenção de uma mistura homogênea, duas amostras (de 15,0 g cada) foram pesadas em tubos de polipropileno de fundo cônico. O excedente foi armazenado em potes plásticos identificados de forma unívoca em freezer (entre - 25 °C a - 10 °C) para análises futuras (CODEX, 2003).

As amostras foram extraídas de acordo com o fluxograma de extração QuEChERS (Fluxograma 1).

Fluxograma 1 - Extração QuEChERS sem *clean-up*

Fonte: Adaptado de ANASTASSIADES et al., 2003.

### 3.3 Análises por CLUE-EM/EM

As condições de análise dos extratos usados na validação e na implementação do método analítico estão resumidas no Quadro 1.

Quadro 1 - Condições CLUE-EM/EM para validação e implementação do método analítico

CLUE	
Coluna analítica ACQUITY UPLC™	BEH C <sub>18</sub> , 1,7 µm, 100 x 2,1 mm
Pré - coluna VanGuard™	BEH C <sub>18</sub> , 1,7 µm
Temperatura da coluna	35°C
Vazão da Fase Móvel	0,3 mL/min
Volume de injeção	5 µL
Fase móvel A1	5 mmol/L formato de amônio em água (10% metanol) + 0,1% ácido fórmico
Fase móvel B1	Metanol
Método	UPLC_Agrotóxicos_2020
EM/ EM	
Fonte	ESI <sup>+</sup>
Voltagem do capilar	0,98 kV
Temperatura da fonte	100°C
Tipo de interface	Electrospray (Z-Spray™)
Fluxo do gás do cone	50L/h de Nitrogênio
Temperatura de dessolvatação	400°C
Gás de dessolvatação/ fluxo	Nitrogênio ultra puro/ 800 L/h
Gás de colisão/ pressão	Argônio/ 3,5 x 10 <sup>-3</sup> mbar
Método	UPLC_Agrotóxicos_2020_positivo

Fonte: Adaptado de INCQS, 2021.

As fases utilizadas na eluição cromatográfica foram as soluções denominadas A1 e B1. A fase A1 é composta por 0,315 g/L de formato de amônio, 1 % de ácido fórmico, 10 % de metanol em água deionizada. A fase B1 é constituída por metanol em grau cromatográfico. As soluções de agrotóxicos utilizadas no trabalho foram feitas com materiais de referência certificados (MRC) em metanol. Também foram utilizadas duas fases móveis de limpeza do sistema, A2 e B2, constituídas por 5 % e 25 % de metanol, respectivamente, em solvente aquoso. Todas as fases móveis foram filtradas e degaseificadas antes de serem inseridas no sistema cromatográfico.

Os extratos foram analisados por CLUE-EM/EM com gradiente de eluição de 82,5 % (v/v) de A1 com rampa linear até atingir 5,5 % da mesma fase (**Tabela 3**). O fluxo empregado foi de 0,3 mL/min e o tempo total de cada corrida analítica foi de 25 minutos. O sistema de detecção e obtenção de fragmentos de massa é o triplo quadrupolo, a ionização por *eletrospray* foi feita em modo positivo (ESI+) e o modo de aquisição utilizado foi o monitoramento de reações múltiplas (MRM). O método de processamento de dados utilizado foi padronizado pelo laboratório (UPLC\_Agrotóxicos\_2020). As transições monitoradas estão descritas no APÊNDICE C.

Tabela 3 - Gradiente de eluição empregado na coluna cromatográfica ACQUITY™ UPLC BEH C18

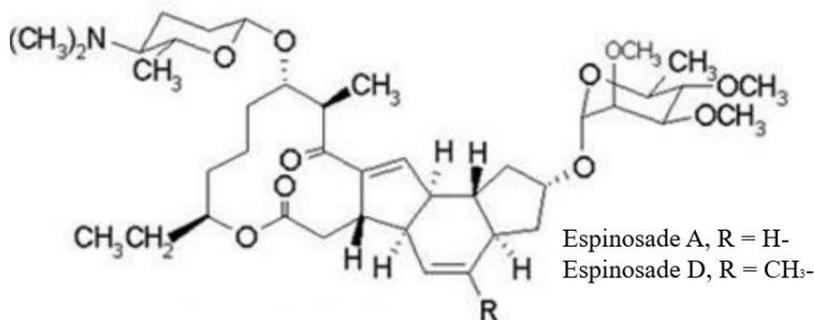
Tempo (min)	A1 (%)	B1 (%)
0	82,5	17,5
17	5,5	94,5
20	5,5	94,5
25	82,5	17,5

Fonte: A autora, 2021.

Os IA Alacloro e Tepraloxidim possuem isômeros, assim, mesmo com tempos de retenção diferentes, as mesmas transições são monitoradas. Desse modo, eles foram identificados neste trabalho como Alacloro 1 e 2 e Tepraloxidim 1 e 2. A observação de ambos os isômeros enriquece as evidências de identificação dos IA. O resultado analítico dos isômeros é expresso de forma unificada e é somado para avaliação em um mesmo LMR.

De forma similar, o IA Espinosade é expresso a partir da soma de duas substâncias estruturalmente parecidas, monitoradas como Espinosade A e D (Figura 1). Assim, ambas apresentam tempo de retenção e transições diferentes, porém são monitoradas conjuntamente e possuem um único LMR (BRASIL, 2021c).

Figura 3 - Diferença estrutural do Espinosade A e Espinosade D



Fonte: Adaptado de BRASIL, 2021c.

### 3.4 Validação

A validação seguiu os procedimentos dispostos no Procedimento Operacional Padrão (POP) 65.3120.082, que trata dos parâmetros estatísticos para a validação de resíduos de agrotóxicos em alimentos (Tabela 4). Os critérios estabelecidos pelo Documento de Orientação do INMETRO (INMETRO, 2020) e o documento da União Europeia nº SANTE/12682/2019 (EUROPEAN COMMISSION, 2020) também foram empregados na validação do método analítico desenvolvido. Os dados da validação também estão descritos e resumidos no relatório de validação mantido no próprio laboratório em versão eletrônica e em versão impressa. As etapas encontram-se esquematizadas nas Figuras 2 e 3.

Tabela 4 - Parâmetros de validação e critérios de aceitação

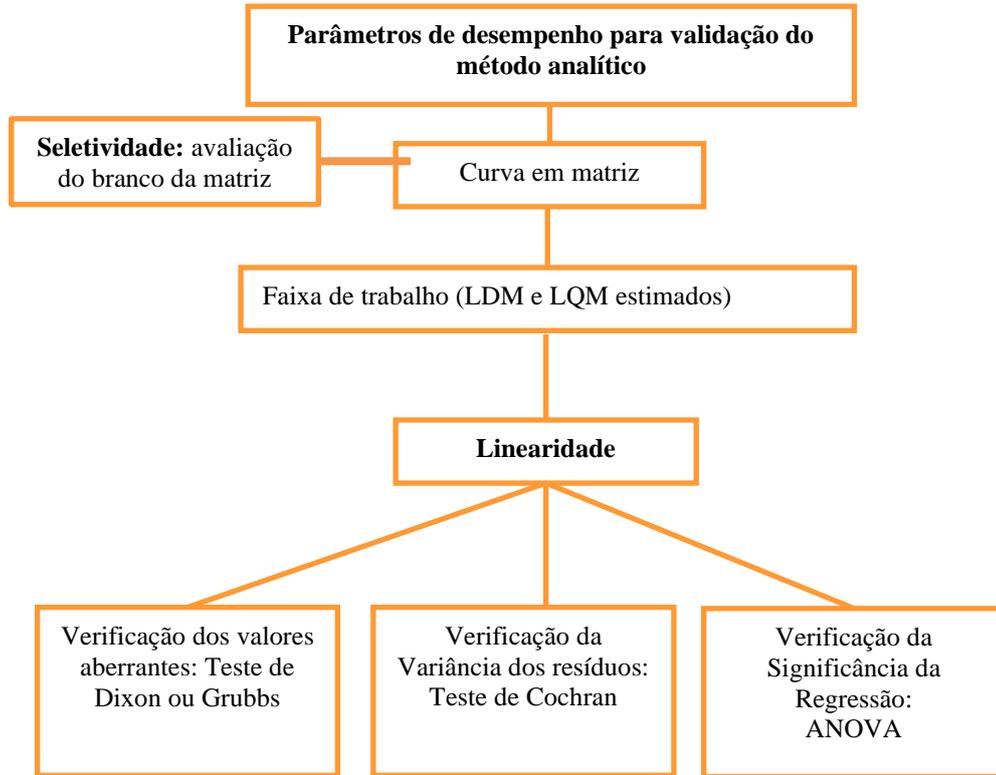
Parâmetro	Critério
Seletividade	Ausência de interferentes da matriz na análise dos analitos de interesse
Linearidade/ Faixa de trabalho	Significância da regressão
Limite de Quantificação do Método (LQM)	Razão sinal/ruído $\geq 10^1$
Exatidão/ Recuperação	70 - 120 % (no LQM e um nível superior) <sup>2</sup>
Precisão/ Repetibilidade	Coefficiente de variação $\leq 20$ % (no LQM e um nível superior) <sup>2</sup>

Adaptado de POP 65.3120.082.

<sup>1</sup> Fonte: INMETRO, 2020.

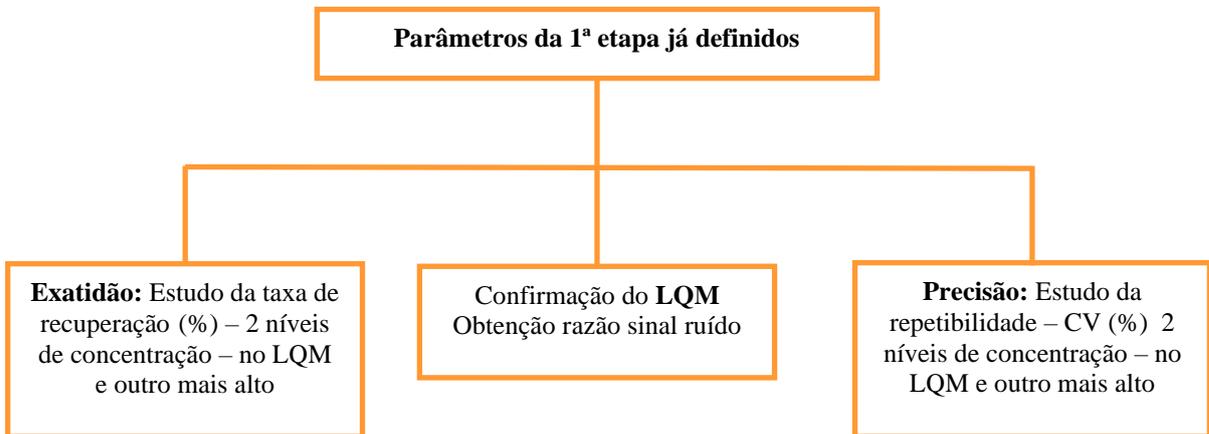
<sup>2</sup> Fonte: SANTE/12682/2019; EUROPEAN COMMISSION, 2020.

Figura 4 - 1ª Etapa do processo de validação – Definição dos parâmetros de desempenho



Fonte: Adaptado de: INCQS, 2020.

Figura 5 - 2ª Etapa do processo de validação – Análise dos parâmetros definidos



Fonte: Adaptado de: INCQS, 2020.

### 3.4.1 Seletividade

A avaliação da seletividade foi realizada por meio da análise de uma amostra de melancia isenta dos analitos de interesse a fim de se observar a ocorrência de resultados do tipo falso positivo.

### 3.4.2 Faixa de trabalho e Linearidade

A composição tanto da solução de fortificação quanto das soluções dos pontos da curva analítica encontra-se no APÊNDICE B. Tais soluções apresentam a mesma composição apesar de possuírem finalidades e concentrações diferentes. Cada solução foi identificada com um código unívoco do laboratório. A solução de fortificação empregada no presente trabalho foi a de número 2216-I, contendo IA a 0,2 µg/mL. A concentração dos agrotóxicos para cada um dos pontos da curva analítica encontra-se na Tabela 5. Portanto, a faixa de trabalho empregada foi de 0,010 a 0,12 µg/mL.

Tabela 5 - Soluções usadas no preparo da curva analítica

Ponto	Solução	Concentração (µg/mL)
1	2223-I	0,0100
2	2217-I	0,0200
3	2218-I	0,0400
4	2219-I	0,0800
5	2220-I	0,1200

Fonte: Adaptado de INCQS, 2021.

A regressão da curva foi calculada pelo Método dos Mínimos Quadrados Ordinários (MMQO) conforme descrito a seguir:

$$y = bx + a$$

Onde:

y = variável dependente que corresponde à resposta medida

x = variável independente que corresponde à concentração do analito contida nas amostras fortificadas

a = coeficiente linear

b = coeficiente angular

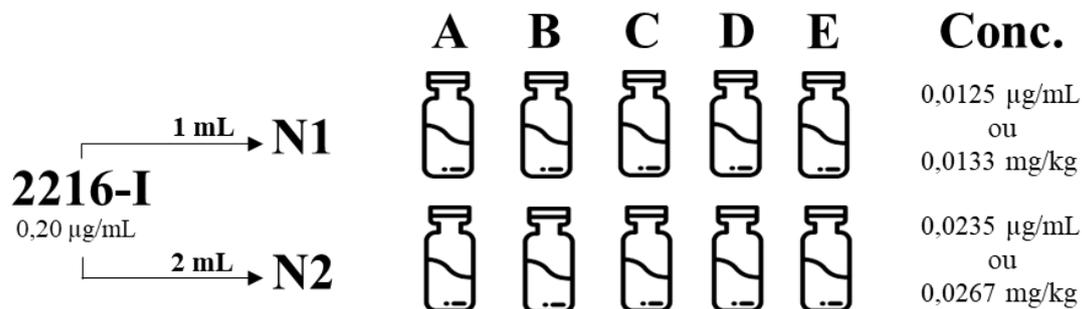
A homogeneidade da variância dos resíduos na regressão foi avaliada pelo método de Cochran. Foi verificada a significância da regressão pelo método de Análise de Variância (ANOVA) aplicando o teste F-Snedecor. Os coeficientes de correlação e de determinação ( $r \geq$

0,98 e  $R^2 \geq 0,95$ , respectivamente) foram usados como um indício de confirmação da linearidade (INMETRO, 2020). Todos os testes estatísticos citados foram realizados em planilhas do Excel® desenvolvidas pelo laboratório especificamente para a validação de métodos analíticos, ilustrada no APÊNDICE J.

### 3.4.3 Precisão / Repetibilidade e Exatidão / Taxa de recuperação

Para avaliação da precisão/repetibilidade e da exatidão/taxa de recuperação foi realizada a análise de amostras de melancia fortificadas com a solução 2216-I (0,20  $\mu\text{g/mL}$ ) em dois níveis. Em cada nível de fortificação, cinco replicatas (A-E) foram realizadas e injetadas duas vezes (Figura 4). O LQM adotado corresponde à concentração teórica final do extrato no N1 (0,0125  $\mu\text{g/mL}$  ou 0,0133 mg/kg). O método de extração e as condições analíticas por CLUE-EM/EM empregados foram os mesmos descritos anteriormente.

Figura 6 - Ilustração do método de fortificação



Fonte: Adaptado do POP 65.3120.082.

A concentração dos IA no extrato ( $\mu\text{g/mL}$ ) foi calculada de acordo com a equação:

$$[\text{extrato}] = [\text{2216-I}] \times V_{2216\text{-I}} / (V_{\text{final}} \times 2)$$

Onde,

[extrato]: Concentração no extrato final ( $\mu\text{g/mL}$ )

[2216-I]: Concentração da solução 2216-I ( $\mu\text{g/mL}$ )

$V_{2216\text{-I}}$ : Volume adicionado da solução 2216-I no extrato (mL)

$V_{\text{final}}$ : Volume final do extrato orgânico (15 mL de ACN +  $V_{2216\text{-I}}$ )

2: Fator de diluição do extrato com MeOH (1:1 v/v)

A concentração dos IA na amostra (mg/kg) foi calculada de acordo com a equação:

$$[\text{amostra}] = [2216-I] \times V_{2216-I} / m$$

Onde,

[amostra]: Concentração na amostra (mg/Kg)

m: massa de amostra usada na extração (15 g)

#### 3.4.3.1 Precisão / Repetibilidade

O cálculo do coeficiente de variação (CV) foi realizado para avaliação da precisão/repetibilidade, a partir dos valores obtidos para as cinco replicatas em cada nível de fortificação. O valor máximo do CV aceito foi de 20% (EUROPEAN COMMISSION, 2020).

#### 3.4.3.2 Exatidão/Taxa de recuperação

A média das recuperações obtidas nas cinco replicatas em cada nível de fortificação foi calculada para avaliação da exatidão/taxa de recuperação. Os valores entre 70 e 120 % foram considerados satisfatórios (EUROPEAN COMMISSION, 2020).

#### 3.4.4 LDM e LQM

O valor teórico do LQM foi definido como o primeiro ponto da curva analítica. Seu valor real corresponde ao menor nível de fortificação com razão sinal/ruído maior ou igual a 10. Não se confirmou o valor real do LDM, uma vez que sua estimativa atende às necessidades analíticas deste método.

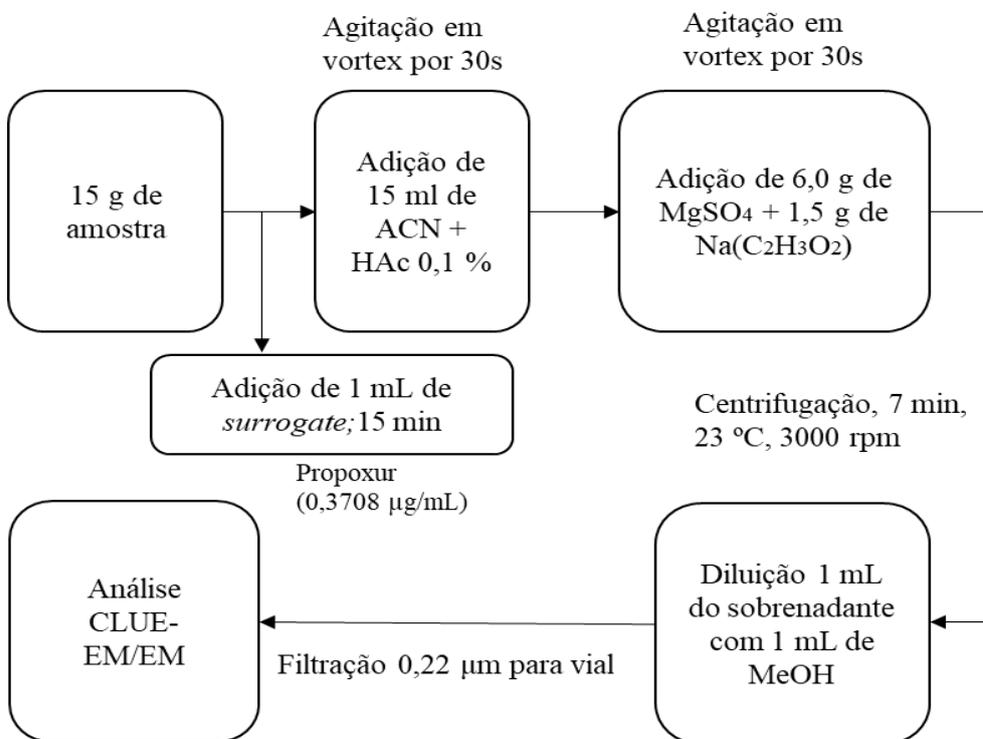
### 3.5 Implementação do método analítico

Após a validação, amostras de melancia do tipo convencional (N = 12) e do tipo *baby* (N = 3) foram analisadas para implementação do método analítico desenvolvido. As amostras do tipo *baby* foram registradas no laboratório com os seguintes números: 1, 9, 10. O método de extração, as condições de análise no CLUE-EM/EM, os procedimentos de preparo dos pontos da curva analítica e das fortificadas foram os mesmos empregados na validação. As quinze

amostras foram fortificadas com uma solução-controle (*surrogate*) de Propoxur (2225-I; 0,3708  $\mu\text{g/mL}$ ). O processo de extração das amostras de melancia está representado no Fluxograma 2, ilustrando e situando a etapa adicional de fortificação com o *surrogate*.

A solução-controle apresenta uma substância química em concentração e método de análise instrumental conhecidos. Sua adição nas amostras, no momento anterior à extração, assegura a correta execução do QuEChERS, sendo essencial na verificação de desempenho durante a implementação do método validado (EUROPEAN COMMISSION, 2020).

Fluxograma 2 - Extração QuEChERS sem *clean-up* das amostras de melancia



Fonte: Adaptado de INCQS, 2021.

## 4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

### 4.1 Validação

#### 4.1.1 Seletividade

Considerando a complexidade da matriz e a ampla variedade de classes químicas dos agrotóxicos estudados, foi assumida a ocorrência da supressão ou elevação do sinal de ao menos um dos analitos de interesse em decorrência da interação do mesmo com alguma substância presente na matriz. Desta maneira, a curva analítica foi preparada em matriz, imitando-se o ambiente químico das amostras.

As amostras foram analisadas de forma qualitativa para escolha da matriz isenta dos analitos de interesse no presente estudo. Observou-se que a amostra 2 não apresentou IA ou interferentes para os analitos de interesse em concentração capaz de prejudicar o estudo (IA com razão sinal/ruído  $< 3$ ) e foi então escolhida como matriz branca para a validação do método analítico.

#### 4.1.2 Faixa de trabalho/linearidade

Todas as substâncias analisadas apresentaram comportamento homocedástico para a faixa de trabalho utilizada (0,010 a 0,12  $\mu\text{g/mL}$ ), exceto: Alacloro 2, Azociclotina, Fentiona sulfóxido, Flufenoxurom. Tais IA heterocedásticos também apresentaram valores insatisfatórios para outros parâmetros da validação. Todas as substâncias apresentaram regressão significativa, exceto: Butocarboxim, Tiobencarbe, Tolcloclofós metílico, Triadimefom, Triazofós. Todos os IA analisados apresentaram valores de  $r$  e  $R^2$  iguais ou superiores a 0,98 e 0,95 respectivamente, exceto: Abamectina, Acibenzolar-S-metílico, Bifenazate, Carbosulfano, Ciflutrina, Clorfluazurom, Deltametrina, Difenoxuron, Eprinomectina, Esfenvalerato, Fluquinconazol, Flutriafol, Isofenofós. Enquanto os valores de  $r$  e  $R^2$  dos IA não foram considerados fatores de reprovação na validação, os IA com regressão não significativa foram excluídos do processo. Assim, os IA Clorfluazurom, Difenoxuron, Flutriafol e Isofenofós foram considerados validados apesar de apresentarem valores dos coeficientes inferiores ao estabelecido. Os valores de coeficiente de determinação ( $R^2$ ) e os de correlação ( $r$ ) encontram-se no APÊNDICE D.

#### 4.1.3 Precisão/repetibilidade

Não apresentaram boa repetibilidade ( $CV \geq 20\%$ ) nos dois níveis de fortificação os seguintes IA: Abamectina, Acibenzolar-s-metílico, Azadiractina, Azociclotina, Benfuracarbe, Butocarboxim, Cartape, Cihexatina, Ciflutrina, Cipermetrina, Clorimurom etílico, Deltametrina, Diclofluanida, Doramectina, Esfenvalerato, Fenitrotona, Fenvalerato, Flusulfamida, Metfuroxam, Flonicamida, Fluquinconazol, Lambda-cialotrina, Moxidectina, Novalurom, Ometoato, Propanil, Sulfentrazona, Tolclofós metílico, Triflumurom. Os valores da análise de precisão/repetibilidade encontram-se resumidos no APÊNDICE E.

#### 4.1.4 Exatidão/taxa de recuperação

Para os critérios estabelecidos, todos os resultados foram satisfatórios, exceto para as substâncias: Acibenzolar-s-metílico, Bifenazate, Carbosulfano, Cartape, Cihexatina, Ciromazina, Cumilurom, Deltametrina, Diafentiurom, Diclofluanida, Dinotefuram, DMSA, Eprinomectina, Esfenvalerato, Etiofencarbe sulfóxido, Fenvalerato, Fluquinconazol, Imazapir, Metfuroxam, Metoprene, Moxidectina, Novalurom, Ometoato, Pimetrozina, Tiobencarbe, Tolifluanida, Tiofanato metílico. O resumo dos valores obtidos encontra-se no APÊNDICE F.

#### 4.1.5 LDM e LQM.

Os IA que apresentaram valores satisfatórios para os critérios anteriores (homocedasticidade, significância da regressão, C.V., taxa de recuperação em N1) foram avaliados quanto à razão sinal ruído ( $\text{sinal/ruído} \geq 10$ ). Todos os IA apresentaram valores satisfatórios, exceto: Azaconazol, Clorpirifós metílico, Ciflutrina, Ivermectina, Metribuzim, Oxamil oxima, Permetrina, Profam, Protioconazol, Triadimenol, Triforina. Para os IA Ciproconazol, Etoprofós, Famoxadona, Fenamidona, Fenhexamida, Flufenacete, Metconazol, Piraclostrobina e Tridemorfe a mensuração não foi possível por problemas técnicos com o software e, portanto, foram considerados como não validados. O resumo destes resultados está no APÊNDICE G.

Para as substâncias com razão sinal/ruído muito superior a 10, um valor menor de LQM é viável e a informação gerada embasa análises futuras relacionadas. Todavia, considerando a ampla variedade de IA analisados simultaneamente no método, a faixa de trabalho inicialmente proposta foi mantida visando contemplar um maior número de IA validados.

#### 4.1.6 Ingredientes ativos validados

Das 312 substâncias analisadas, 261 passaram em todos os critérios propostos para a validação do método analítico, sendo 36 com aplicação permitida no cultivo de melancia no país. A relação das substâncias validadas encontra-se no APÊNDICE H (BRASIL, 2021f).

A substância alacloro 2 não apresentou comportamento homocedástico. Assim, apesar de seu isômero alacloro 1 ter passado em todos os critérios definidos, não foi possível validar o método analítico para esse IA, visto que há a necessidade da análise de ambos os isômeros para a elaboração do laudo analítico.

#### 4.1.7 Vantagens analíticas

Em comparação com os estudos presentes na literatura anteriormente citados, o método analítico desenvolvido analisa de forma simultânea e quantitativa de 261 IA. Também se destaca o menor volume de insumos usados na extração QuEChERS, método no qual todos os estudos se basearam. Na 1ª etapa, usou-se uma menor concentração de ácido acético (1%) que Zhang et al. (2018), os quais empregaram uma solução de acetonitrila com o mesmo ácido a 15%. A etapa de *clean-up* não foi realizada no presente estudo, mas foi empregada por Camino-Sanchez et al. (2011) Chen et al. (2014) Jallow et al. (2017) e Zhang et al. (2018).

Com exceção de Camino-Sanchez et al. (2011) que usou CG-EM/EM, a análise por CLUE-EM/EM foi empregada em todos os estudos. Assim como Camino-Sanchez et al. (2011), o presente estudo foi capaz de analisar quantitativamente Azoxistrobina, Fenamifós, Triadimefom e Triadimenol. Mas por técnicas cromatográficas distintas.

Em relação ao LQM, o presente trabalho foi capaz de quantificar o IA Fenpropatrina a partir de 0,014 mg/kg, uma concentração menor que 0,2 - 0,4 mg/kg, a obtida por Jallow et al. (2017).

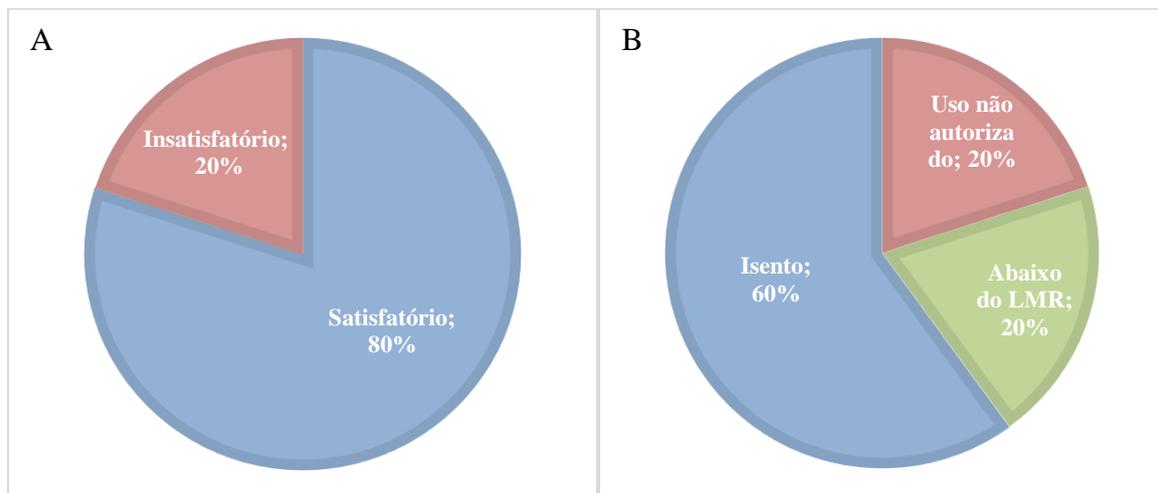
## 4.2 Implementação do método analítico

Doze amostras (80%) analisadas foram satisfatórias. Três amostras (20%) apresentaram resíduos de agrotóxicos não autorizados para o cultivo de melancia e, portanto, foram consideradas insatisfatórias (Gráfico 5A). Nove amostras (60%) não apresentaram resíduos de

agrotóxicos, enquanto três (20 %) apresentaram resíduos em concentração abaixo do LMR estabelecido e três (20 %) apresentaram resíduos de agrotóxicos não autorizados (Gráfico 5B).

O resumo dos resultados obtidos encontra-se na Tabela 6. A amostra 4 apresentou resíduo de Foxim em concentração inferior ao LQM. Trata-se de um inseticida organofosforado permitido no Brasil apenas para uso domissanitário, sem uso agrícola autorizado. Portanto, a amostra foi classificada como insatisfatória (BRASIL, 2021d).

Gráfico 5 – Conformidade regulatória das amostras analisadas, segundo resultados obtidos



Legenda: A: Porcentagem de amostras analisadas (N = 15) com resultados em conformidade regulatória. B: Perfil de contaminação quanto à presença de resíduos de agrotóxicos nas amostras (N = 15).

Fonte: A autora, 2021.

Opostamente, consta na monografia do também inseticida organofosforado acefato a permissão para o uso agrícola. Porém, a melancia não está na lista de culturas permitidas. Assim, as amostras 7 e 8 foram consideradas insatisfatórias, já que apresentaram resíduos de acefato (em concentração de 0,034 e 0,40 mg/kg, respectivamente). No boletim anual de produção, importação, exportação e vendas de agrotóxicos no Brasil do IBAMA, o acefato foi o 4º agrotóxico mais vendido no país em 2019, com mais de 28 mil toneladas comercializadas (BRASIL, 2020c; BRASIL, 2021a).

No APÊNDICE I, há a comparação do sinal observado nos cromatogramas do extrato branco, fortificado e uma amostra, evidenciando a ausência do analito no extrato branco e que a área do pico de Acefato na amostra é maior que a do extrato fortificado.

As amostras 4, 7 e 8 foram consideradas insatisfatórias por apresentarem resíduos de agrotóxicos não permitidos em melancia e todas foram cultivadas na Bahia. Caso a melancia fosse contemplada em programas de monitoramento, uma ação local poderia ocorrer visando a identificação das falhas no processo produtivo para a adequação à legislação vigente.

Apresentaram dois resíduos de agrotóxicos as amostras 4 (Carbendazim e Foxim) e 6 (Carbendazim e Tiametoxam). As associações observadas não são consideradas no cálculo do LMR, apesar da possível ocorrência de sinergismos entre os IA e um conseqüente aumento da toxicidade ou do risco do consumo de tais amostras (BRASIL, 2021b; BRASIL, 2021d; BRASIL, 2021f; LOPES; ALBUQUERQUE, 2018).

Tabela 6 - Resumo dos resultados das amostras de melancia

Amostra	Cultivo (UF)	Ingrediente Ativo	Classe agrônômica/ Classe química	LMR (mg/kg)	Concentração encontrada (mg/kg)
1	PE	-	-	-	-
2	ES	-	-	-	-
3	RJ	-	-	-	-
4	BA	Carbendazim	Fungicida/Benzimidazol	0,300	<LQM
		Foxim	Inseticida/Organofosforado	NA	<LQM
5	PR	-	-	-	-
6	GO	Carbendazim	Fungicida/Benzimidazol	0,300	0,1240
		Tiametoxam	Inseticida/Neonicotinóide	0,100	0,0109
7	BA	Acefato	Inseticida eAcaricida/ Organofosforado	NA	0,034
8	BA	Acefato	Inseticida e Acaricida/ Organofosforado	NA	0,040
9	RN	-	-	-	-
10	BA	-	-	-	-
11	RJ	-	-	-	-
12	RJ	-	-	-	-
13	GO	-	-	-	-
14	SP	Tiametoxam	Inseticida	0,10	<LQM
15	RJ	Imidacloprido	Inseticida	0,20	<LQM

Nota: NA: Agrotóxicos de uso não autorizado em melancia. LQM: Limite de quantificação do método. Data de consulta dos LMR no site da ANVISA: 20/01/2021.

Fonte: A autora, 2021.

Com exceção do Tiametoxam, que apresenta classificação de acordo com o produto formulado, todos os IA encontrados nas amostras enquadram-se na classificação toxicológica do GHS como moderadamente tóxicos (classe 3). Ou seja, os produtos formulados contendo tais IA não devem entrar em contato com a pele, nem serem ingeridos ou inalados. Os demais

detalhes da rotulagem desses produtos encontram-se na tabela de classificação toxicológica do GHS no ANEXO A (BRASIL, 2021a; BRASIL, 2021b; BRASIL, 2021d; BRASIL, 2021e; BRASIL, 2021f; BRASIL, 2019e).

Considerando o universo de 445 IA com uso agrícola autorizado e a impossibilidade de análise de todos os IA empregando-se a CLUE-EM/EM, cerca de 70 % (312) foram contemplados no presente trabalho. Mesmo observando-se uma maioria de amostras analisadas isentas de resíduos de agrotóxicos, não há evidências quanto à presença ou ausência dos demais resíduos e, logo, quanto à completa adequação das amostras à legislação atual. Não foi incluído no estudo, por exemplo, o glifosato e o 2,4-D, considerados os dois agrotóxicos mais consumidos no Brasil (BRASIL, 2020c).

## 5 CONCLUSÃO

A validação e a implementação do método analítico foram realizadas com sucesso. Aproximadamente 83 % dos IA avaliados (261 de 312) foram validados na matriz melancia, de acordo com os critérios adotados no presente trabalho.

O método validado apresentou vantagens analíticas quando comparado aos estudos presentes na literatura, pois, possui uma maior capacidade de analisar de forma simultânea e quantitativa multiresíduos de agrotóxicos. Além disso, a etapa de *clean up* não foi necessária.

A partir da implementação do método validado, observou-se um pequeno recorte do atual perfil de contaminação das melancias comercializadas no estado do Rio de Janeiro (Nova Iguaçu e Rio de Janeiro). Contudo, trata-se de um cenário em que a maioria (80 %) das amostras foi satisfatória.

A inclusão da melancia nos programas de monitoramento, bem como a realização de estudos nacionais capazes de contemplar um maior número amostral e de IA analisados é de notável relevância, pois complementam o diagnóstico descoberto no presente estudo e embasam ações locais de Vigilância Sanitária mais efetivas, voltadas à promoção das Boas Práticas Agrícolas e à adequação à legislação vigente.

## REFERÊNCIAS

ANASTASSIADES, M. *et al.* Fast and Easy Multiresidue Method Employing Acetonitrile Extraction/Partitioning and “Dispersive Solid-Phase Extraction” for the Determination of Pesticide Residues in Produce. **Journal of AOAC international**, v. 86, n. 2, p. 20, 2003.

CARVALHO, M.; NODARI, E.; NODARI, R. “Defensivos” ou “agrotóxicos”? História do uso e da percepção dos agrotóxicos no estado de Santa Catarina, Brasil, 1950-2002. **História, Ciências, Saúde-Manguinhos**, v. 24, n. 1, p. 75-91, 2017.

BRASIL. Decreto Nº 4.074, de 4 de janeiro de 2002. Regulamenta a Lei nº 7802, de 11 de julho de 1989, que dispõe sobre a pesquisa, a experimentação, a produção, a embalagem e rotulagem, o transporte, o armazenamento, a comercialização, a propaganda comercial, a utilização, a importação, a exportação, o destino final dos resíduos e embalagens, o registro, a classificação, o controle, a inspeção e a fiscalização de agrotóxicos, seus componentes e afins, e dá outras providências. **Diário Oficial da União**: seção 1, Brasília, DF, 8 jan. 2002.

BRASIL. Lei Nº 7.802, de 11 de julho de 1989. Dispõe sobre a pesquisa, a experimentação, a produção, a embalagem e rotulagem, o transporte, o armazenamento, a comercialização, a propaganda comercial, a utilização, a importação, a exportação, o destino final dos resíduos e embalagens, o registro, a classificação, o controle, a inspeção e a fiscalização de agrotóxicos, seus componentes e afins, e dá outras providências. **Diário Oficial da União**: seção 1, Brasília, DF, 12 jul. 1989.

BRASIL. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento (MAPA). **AGROSTAT - Estatísticas do Comércio Exterior do Agronegócio Brasileiro**. 2020a. Disponível em: <http://indicadores.agricultura.gov.br/agrostat/index.htm> Acesso em: 22 maio 2020.

BRASIL. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento (MAPA). Instrução Normativa nº 1, 4 de janeiro de 2013. **Diário Oficial da União**: seção 1, Brasília, DF, 07 de jan. de 2013a.

BRASIL. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento (MAPA). Instrução Normativa nº 22, 8 de setembro de 2010. **Diário Oficial da União**: seção 1, Brasília, DF, 10 de set. de 2010.

BRASIL. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento (MAPA). Instrução Normativa nº 35, 10 de outubro de 2009. **Diário Oficial da União**: seção 1, Brasília, DF, 1 de nov. de 2009a.

BRASIL. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento (MAPA). Instrução Normativa nº 40, 11 de novembro de 2011. **Diário Oficial da União**: seção 1, Brasília, DF, 16 de nov. de 2011a.

BRASIL. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento (MAPA). Instrução Normativa nº 42, 31 de dezembro de 2008. **Diário Oficial da União**: seção 1, Brasília, DF, 5 jan. 2009.

BRASIL. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento (MAPA). Portaria nº 44, 8 de maio de 2015. **Diário Oficial da União**: seção 1, Brasília, DF, 12 de mai. de 2015.

BRASIL. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento (MAPA). Portaria nº 52, 16 de junho de 2016. **Diário Oficial da União**: seção 1, Brasília, DF, 17 de jun. de 2016a.

BRASIL. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento (MAPA). Portaria nº 115, 30 de agosto de 2013. **Diário Oficial da União**: seção 1, Brasília, DF, 2 de set. de 2013b.

BRASIL. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento (MAPA). Portaria nº 267, 11 de dezembro de 2019. **Diário Oficial da União**: seção 1, Brasília, DF, 17 dez. 2019a.

BRASIL. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento (MAPA). **Visão 2030: o futuro da agricultura brasileira**. 212 p., Brasília, DF: Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária (Embrapa), 2018. Disponível em: <https://www.embrapa.br/documents/10180/9543845/Vis%C3%A3o+2030+-+o+futuro+da+agricultura+brasileira/2a9a0f27-0ead-991a-8cbf-af8e89d62829>. Acesso em: 02 out. 2020.

BRASIL. Ministério da Economia. Instituto Brasileiro de Geografia e Estatística (IBGE). **Censo agropecuário: resultados definitivos 2017**. Censo agropec., Rio de Janeiro, v. 8, p.1-105, 2019b. Disponível em: [https://censoagro2017.ibge.gov.br/templates/censo\\_agro/resultadosagro/agricultura.html?localidade=0&tema=76503](https://censoagro2017.ibge.gov.br/templates/censo_agro/resultadosagro/agricultura.html?localidade=0&tema=76503). Acesso em: 20 mar. 2020.

BRASIL. Ministério da Economia. Instituto de Pesquisa Econômica Aplicada (IPEA). **O crescimento do uso de agrotóxicos: uma análise descritiva dos resultados do censo agropecuário 2017**. Nota Técnica nº 65, Disoc., 42 p., 2020b.

BRASIL. Ministério da Saúde. Agência Nacional de Vigilância Sanitária. **Anvisa vai reclassificar defensivos agrícolas que estão no mercado**. 2019c. Disponível em: <https://www.gov.br/agricultura/pt-br/assuntos/noticias/anvisa-vai-reclassificar-todos-os-agrotoxicos-que-estao-no-mercado>. Acesso em: 31 jan. 2021.

BRASIL. Ministério da Saúde. Agência Nacional de Vigilância Sanitária. **Monografia Acefato – A02**. 2021a. Disponível em: <https://www.gov.br/anvisa/pt-br/setorregulado/regularizacao/agrotoxicos/monografias/monografias-autorizadas/a/acefato>. Acesso em: 31 jan. 2021.

BRASIL. Ministério da Saúde. Agência Nacional de Vigilância Sanitária. **Monografia Carbendazim – C24**. 2021b. Disponível em: <https://www.gov.br/anvisa/pt-br/setorregulado/regularizacao/agrotoxicos/monografias/monografias-autorizadas/c/4227json-file-1>. Acesso em: 31 jan. 2021.

BRASIL. Ministério da Saúde. Agência Nacional de Vigilância Sanitária. **Monografia Espinosade – E24**. 2021c. Disponível em: <https://www.gov.br/anvisa/pt-br/setorregulado/regularizacao/agrotoxicos/monografias/monografias-autorizadas/e/4319json-file-1>. Acesso em: 31 jan. 2021.

BRASIL. Ministério da Saúde. Agência Nacional de Vigilância Sanitária. **Monografia Foxim – F58**. 2021d. Disponível em: <https://www.gov.br/anvisa/pt-br/setorregulado/regularizacao/agrotoxicos/monografias/monografias-autorizadas/f/4364json-file-1>. Acesso em: 31 jan. 2021.

BRASIL. Ministério da Saúde. Agência Nacional de Vigilância Sanitária. **Monografia Imidacloprido – I13**. 2021e. Disponível em: <https://www.gov.br/anvisa/pt-br/setorregulado/regularizacao/agrotoxicos/monografias/monografias-autorizadas/g-h-i/4400json-file-1>. Acesso em: 31 jan. 2021.

BRASIL. Ministério da Saúde. Agência Nacional de Vigilância Sanitária. **Monografia Tiametoxam – T48**. 2021f. Disponível em: <https://www.gov.br/anvisa/pt-br/setorregulado/regularizacao/agrotoxicos/monografias/monografias-autorizadas/c/4227json-file-1>. Acesso em: 31 jan. 2021.

BRASIL. Ministério da Saúde. Agência Nacional de Vigilância Sanitária. **Painel de Monografia de Agrotóxicos**. Brasília: ANVISA, 2021g. Disponível em: <https://app.powerbi.com/view?r=eyJrIjoiMjBmMmM4ZDgtNTA5Yy00MWRiLTk2NjUtODYwM2JkMTY1YzgxIiwidCI6ImI2N2FmMjNmLWZjZjMtNGQzNS04MGM3LWI3MDg1ZjVIZGQ4MSJ9>. Acesso em: 20 jan. 2021.

BRASIL. Ministério da Saúde. Agência Nacional de Vigilância Sanitária. **Programa de análise de resíduos de agrotóxicos em alimentos (PARA)** – Relatório das análises de amostras monitoradas no período de 2013 a 2015. Brasília, 2016b, 246 p.

BRASIL. Ministério da Saúde. Agência Nacional de Vigilância Sanitária. **Programa de análise de resíduos de agrotóxicos em alimentos (PARA)** – Relatório de atividades de 2001-2007. Brasília, 2008, 21 p.

BRASIL. Ministério da Saúde. Agência Nacional de Vigilância Sanitária. **Programa de análise de resíduos de agrotóxicos em alimentos (PARA)** – Nota Técnica para divulgação dos resultados do PARA de 2008. Brasília, 2009b, 12 p.

BRASIL. Ministério da Saúde. Agência Nacional de Vigilância Sanitária. **Programa de análise de resíduos de agrotóxicos em alimentos (PARA)** – Relatório de atividades de 2009. Brasília, 2009c, 26 p.

BRASIL. Ministério da Saúde. Agência Nacional de Vigilância Sanitária. **Programa de análise de resíduos de agrotóxicos em alimentos (PARA)** – Relatório de atividades de 2010. Brasília, 2011b, 26 p.

BRASIL. Ministério da Saúde. Agência Nacional de Vigilância Sanitária. **Programa de análise de resíduos de agrotóxicos em alimentos (PARA)** – Relatório de atividades de 2011 e 2012. Brasília, 2013c, 45 p.

BRASIL. Ministério da Saúde. Agência Nacional de Vigilância Sanitária. **Publicada reclassificação toxicológica de agrotóxicos**. 2019d. Disponível em: <https://www.gov.br/anvisa/pt-br/assuntos/noticias-anvisa/2019/publicada-reclassificacao-toxicologica-de-agrotoxicos#:~:text=GHS&text=O%20GHS%20ampliou%20de%20quatro,os%20produtos%20de%20origem%20biol%C3%B3gica>. Acesso em: 01 fev. 2021.

BRASIL. Ministério da Saúde. Agência Nacional de Vigilância Sanitária. Resolução da Diretoria Colegiada nº 119, de 19 de maio de 2003. Cria o Programa de Análise de Resíduos

de Agrotóxicos em Alimentos – PARA. **Diário Oficial da União:** seção 1, Brasília, DF, 22 mai 2003.

BRASIL. Ministério da Saúde. Agência Nacional de Vigilância Sanitária. Resolução da Diretoria Colegiada nº 294, de 29 de julho de 2019. Dispõe sobre os critérios para avaliação e classificação toxicológica, priorização da análise e comparação da ação toxicológica de agrotóxicos, componentes, afins e preservativos de madeira, e dá outras providências. **Diário Oficial da União:** seção 1, Brasília, DF, p. 78, 31 Jul 2019e.

BRASIL. Ministério do Meio Ambiente (MMA). Instituto Brasileiro do Meio Ambiente e dos Recursos Naturais Renováveis (IBAMA). **Boletim 2019.** Brasília, DF: Ibama, 2020c. Disponível em: <http://ibama.gov.br/agrotoxicos/relatorios-de-comercializacao-de-agrotoxicos#boletinsanuais>. Acesso em: 03 out. 2020.

CAMINO-SÁNCHEZ, F. *et al.* UNE-EN ISO/IEC 17025: 2005 accredited method for the determination of 121 pesticide residues in fruits and vegetables by gas chromatography–tandem mass spectrometry. **Journal of Food Composition and Analysis**, v. 24, n. 3, p. 427-440, 2011.

CARDOSO, M. *et al.* Method validation for determination of pesticide residues in tomatoes: a laboratorial experience. **Food Science and Technology**, v. 30, p. 63-72, 2010.

CHEN, M. *et al.* Quantitative analysis of neonicotinoid insecticide residues in foods: implication for dietary exposures. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v. 62, n. 26, p. 6082-6090, 2014.

CHEVALLIER, A. **O grande livro das plantas medicinais.** São Paulo: Publifolha, 2017.

CODEX Alimentarius Commission. **Guidelines on good laboratory practice in residue analysis:** CAC/GL 40-1993, Rev. 1-2003. Rome: FAO/WHO Joint Publications, 2003. Vol. 2A.

CODEX Alimentarius Commission. **Guidelines on performance criteria for methods of analysis for the determination of pesticide residues in food and feeds:** CAC/GL 90-2017. 2017. Disponível em: <http://www.fao.org/fao-who-codexalimentarius/sh-proxy/en/?lnk=1&url=https%253A%252F%252Fworkspace.fao.org%252Fsites%252Fcodex%252FStan>. Acesso em: 08 abr. 2020.

COMPANHIA NACIONAL DE ABASTECIMENTO (Brasil). **Boletim Hortifrutigranjeiro.** Brasília, 2021, v. 7, n. 1, 72 p.

EUROPEAN COMMISSION DIRECTORATE GENERAL FOR HEALTH AND FOOD SAFETY. **SANTE/12682/2019.** Guidance document on analytical quality control and method validation procedures for pesticide residues and analysis in food and feed, 2019. Disponível em: [https://www.eurl-pesticides.eu/userfiles/file/EurlALL/AqcGuidance\\_SANTE\\_2019\\_12682.pdf](https://www.eurl-pesticides.eu/userfiles/file/EurlALL/AqcGuidance_SANTE_2019_12682.pdf). Acesso em: 20 abr. 2020.

FANALI *et al.* **Liquid Chromatography:** fundamentals and instrumentation. 1. ed. EUA: Elsevier, 2013.

FOOD AND AGRICULTURE ORGANIZATION OF THE UNITED NATIONS. FAO Statistical Database. **Agricultural data**. 2020. Disponível em: [http://www.fao.org/faostat/en/#rankings/countries\\_by\\_commodity](http://www.fao.org/faostat/en/#rankings/countries_by_commodity). Acesso em: 08 maio 2020.

FOOD AND AGRICULTURE ORGANIZATION OF THE UNITED NATIONS. **Pesticides Use**. Disponível em: <http://www.fao.org/faostat/en/#data/RP/visualize>. Acesso em: 31 out. 2019.

INSTITUTO NACIONAL DE METROLOGIA. **Orientações sobre validação de métodos de ensaios químicos**: DOQ-CGCRE-008. Revisão 09: junho 2020. Documento de caráter orientativo, Instituto Nacional de Metrologia, Qualidade e Tecnologia.

INSTITUTO NACIONAL DE CONTROLE DE QUALIDADE EM SAÚDE (Brasil). **POP65.3120.082**: parâmetros estatísticos para validação de resíduos de agrotóxicos em alimentos. Rev. 9. Rio de Janeiro, 30 abr 2020, 28 p.

INSTITUTO NACIONAL DE CONTROLE DE QUALIDADE EM SAÚDE (Brasil). **Relatório de validação de método analítico para determinação de resíduos de agrotóxicos por CLUE-EM/EM na matriz melancia empregando o método QuEChERS**. Rio de Janeiro, 13 jan 2021, 25 p.

JALLOW, M. F. A. *et al.* Monitoring of pesticide residues in commonly used fruits and vegetables in Kuwait. **International Journal of Environmental Research and Public Health**, v. 14, n. 8, p. 833, 2017.

LIMA, L.F.P. *et al.* **Cucurbitaceae in Flora do Brasil 2020 em construção**. Jardim Botânico do Rio de Janeiro. Disponível em: <http://reflora.jbrj.gov.br/reflora/floradobrasil/FB82115>. Acesso em: 20 abr. 2020.

LOPES, C. V. A.; ALBUQUERQUE, G. S. C. DE. Agrotóxicos e seus impactos na saúde humana e ambiental: uma revisão sistemática. **Saúde em Debate**, v. 42, n. 117, p. 518–534, jun. 2018.

MARTINELLI, M. O *codex alimentarius* e a inocuidade de alimentos. Ponencias FODEPAL. Seguridad Alimentaria. 16p., 2003. Disponível em: [http://www.fao.org/tempref/GI/Reserved/FTP\\_FaoRlc/old/proyecto/fodepal/Bibvirtual/PSF/Doc/PSA/Mar%EDa%20Aparecida%20Martinelli.pdf](http://www.fao.org/tempref/GI/Reserved/FTP_FaoRlc/old/proyecto/fodepal/Bibvirtual/PSF/Doc/PSA/Mar%EDa%20Aparecida%20Martinelli.pdf). Acesso em: 10 jan. 2021.

PERES, F.; MOREIRA, J.; DUBOIS, G. Agrotóxicos, saúde e ambiente: uma introdução ao tema. **É veneno ou é remédio**, p. 21-41, 2003.

SHAMI, N. J. I. E.; MOREIRA, E. A. M.. Licopeno como agente antioxidante. **Revista de Nutrição**, Campinas, v. 17, n. 2, p. 227-236, 2004.

SILVEIRA, José Maria; FUTINO, Ana Maria. O plano nacional de defensivos agrícolas e a criação da indústria brasileira de defensivos. Boletim Técnico do Instituto de Economia Agrícola. **Agricultura em São Paulo**, SP, 37, 3, p. 129-146, 1990. Disponível em: <http://www.iea.sp.gov.br/ftpiea/rea/1990/asp15-90.pdf>. Acesso em: 24 jan. 2021.

SOARES, W.; PORTO, M. Pesticide use and economic impacts on health. **Revista de saúde pública**, v. 46, p. 209-217, 2012.

UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS. Núcleo de estudos e pesquisas em alimentação. **Tabela brasileira de composição de alimentos (TACO)**. 4. ed. rev. e ampl. Campinas: UNICAMP, 2011. 161 p.

ZHANG, Y. *et al.* Ultra high performance liquid chromatography with tandem mass spectrometry method for determining dinotefuran and its main metabolites in samples of plants, animal-derived foods, soil, and water. **Journal of Separation Science**, v. 41, n. 14, p. 2913-2923, 2018.

## ANEXO A – “Classes toxicológicas do GHS”

	CATEGORIA 1	CATEGORIA 2	CATEGORIA 3	CATEGORIA 4	CATEGORIA 5	NÃO CLASSIFICADO
	EXTREMAMENTE TÓXICO	ALTAMENTE TÓXICO	MODERAMENTE TÓXICO	POUCO TÓXICO	IMPROVAVEL DE CAUSAR DANO AGUDO	NÃO CLASSIFICADO
<b>PICTOGRAMA</b>					Sem simbolo	Sem simbolo
<b>PALAVRA DE ADVERTÊNCIA</b>	PERIGO	PERIGO	PERIGO	CUIDADO	CUIDADO	Sem advertência
<b>CLASSE DE PERIGO</b>						
<b>Oral</b>	Fatal se ingerido	Fatal se ingerido	Tóxico se ingerido	Nocivo se ingerido	Pode ser perigoso se ingerido	-
<b>Dérmica</b>	Fatal em contato com a pele	Fatal em contato com a pele	Tóxico em contato com a pele	Nocivo em contato com a pele	Pode ser perigoso em contato com a pele	-
<b>Inalatória</b>	Fatal se inalado	Fatal se inalado	Tóxico se inalado	Nocivo se inalado	Pode ser perigoso se inalado	-
<b>COR DA FAIXA</b>	Vermelho	Vermelho	Amarelo	Azul	Azul	Verde
	PMS Red 199 C	PMS Red 199 C	PMS Yellow C	PMS Blue 293 C	PMS Blue 293 C	PMS Green 347 C

Fonte: BRASIL, 2019c.

## APÊNDICE A – AGROTÓXICOS AUTORIZADOS EM MELANCIA NO BRASIL

Quadro 2 - Classe agronômica e LMR dos agrotóxicos de uso autorizado no cultivo de melancia (continua)

Agrotóxico	Classe agronômica	LMR (mg/kg)	Agrotóxico	Classe agronômica	LMR (mg/kg)
Abamectina	Acaricida, inseticida e nematicida	0,010	Clotianidina	Inseticida	0,100
Acetamiprido	Inseticida	0,200	Cresoxim metílico	Fungicida	0,010
Acibenzolar-S-metílico	Ativador de planta	0,200	Deltametrina	Inseticida e formicida	0,010
Azoxistrobina	Fungicida	0,050	Diafentiurom	Acaricida e inseticida	0,100
Bentiavalicarbe isopropílico	Fungicida	0,01	Difenoconazol	Fungicida	0,050
Beta-cipermetrina	Inseticida	0,02	Espinetoram	Inseticida	0,020
Bifentrina	Inseticida, formicida e acaricida	0,050	Espinosade	Inseticida	0,030
Boscalida	Fungicida	0,500	Espiromesifeno	Inseticida e acaricida	0,200
Brometo de metila	Inseticida, formicida, fungicida, herbicida e nematicida	20,000	Etofenproxi	Inseticida	0,100
Buprofenzina	Inseticida e acaricida	0,300	Famoxadona	Fungicida	0,150
Captana	Fungicida	2,000	Fenamidona	Fungicida	0,100
Carbendazim*	Fungicida	0,300	Fenarimol	Fungicida	0,050
Casugamicina	Fungicida e bactericida	0,100	Fenoxaprope-P	Herbicida	0,020
Ciantraniliprole	Inseticida	0,030	Fenpropatrina	Inseticida e acaricida	0,100
Cimoxanil	Fungicida	0,050	Fluensulfona	Nematicida	0,200
Cipermetrina	Inseticida e formicida	0,050	Fluopicolida	Fungicida	0,200
Ciproconazol	Fungicida	0,050	Flupiradifurone	Inseticida	1,000
Ciromazina	Inseticida	0,200	Flutriafol	Fungicida	0,500
Cletodim	Herbicida	0,500	Fluxaproxade	Fungicida	0,100
Clorantraniliprole	Inseticida	0,200	Folpete	Fungicida	2,000
Cloretos de benzalcônio	Fungicida e bactericida	10,000	Formetanato	Inseticida e acaricida	0,500
Clorfenapir	Inseticida e acaricida	0,050	Imazalil	Fungicida	1,000
Cloridrato de cartape	Inseticida e fungicida	0,010	Imibenconazol	Inseticida e acaricida	0,500
Clorotalonil	Fungicida	3,000	Imidacloprido	Inseticida	0,200

Quadro 3 - Classe agronômica e LMR dos agrotóxicos de uso autorizado no cultivo de melancia (continuação)

Agrotóxico	Classe agronômica	LMR (mg/kg)	Agrotóxico	Classe agronômica	LMR (mg/kg)
Indoxacarbe	Inseticida, cupinicida e formicida	0,500	Procimidona	Fungicida	0,050
Lambda-cialotrina	Inseticida	0,050	Profenofós	Inseticida e acaricida	0,050
Mancozebe	Fungicida e acaricida	0,300	Propamocarbe	Fungicida	1,000
Mandipropamida	Fungicida sistêmico	0,500	Sulfoxaflor	Inseticida	0,100
Metaflumizona	Inseticida	0,700	Tebuconazol	Fungicida	0,100
Metalaxil-M	Fungicida	0,100	Teflubenzurom	Inseticida	0,200
Metconazol	Fungicida	0,050	Tetraconazol	Fungicida	0,400
Metiram	Fungicida	0,300	Tiabendazol	Fungicida	0,010
Novalurom	Inseticida	0,100	Tiacloprido	Inseticida	0,100
Pimetrozina	Inseticida	0,050	Tiametoxam	Inseticida	0,100
Piraclostrobina	Fungicida	0,200	Tiofanato-metílico	Fungicida	0,300
Pridabem	Inseticida e acaricida	0,030	Trifloxistrobina	Fungicida	0,050
Primetanil	Fungicida	1,000	Triflumizol	Inseticida e nematocida	0,100
Piriproxifem	Inseticida	0,100			

Nota: Data de consulta dos LMR no site da ANVISA: 16/05/2020.

Fonte: Adaptado de INCQS, 2021.

\*Na monografia do IA Carbendazim não consta o LMR para a cultura de melancia. Entretanto, há uma observação na monografia do Carbendazim, incluindo as culturas permitidas para o Tiofanato Metílico para expressar o resultado analítico. Assim, o somatório da concentração encontrada de ambos o IA não deve ultrapassar o LMR estabelecido para o Tiofanato-Metílico em melancia e deve ser expresso como Carbendazim.

\*\*Na monografia da Clotianidina não consta o LMR para a cultura de melancia. Entretanto, há na monografia do Tiametoxam uma observação extendendo à Clotianidina as culturas e os LMR permitidos, visto que a Clotianidina é um metabólito do Tiametoxam. O somatório da concentração encontrada de ambos IA não deve ultrapassar o LMR estabelecido para o Tiametoxam em melancia.

## APÊNDICE B – AGROTÓXICOS AVALIADOS NA VALIDAÇÃO

Tabela 7 - Agrotóxicos avaliados na validação e sua situação legal no país quanto ao uso em melancia (continua)

Substância	LMR (mg/kg)	Substância	LMR (mg/kg)
	Melancia		Melancia
2,6-Diclorobenzamida	E/NR	Carfentrazona etílica	NA
3-Hidroxycarbofurano	E/NR	Carpropamida	E/NR
Abamectina	0,010	Cartape	NA
Acefato	NA	Ciazofamida	0,200
Acetamiprido	0,200	Cicloxidine	E/NR
Acetocloro	NA	Ciflufenamida	E/NR
Acibenzolar-s-metílico	0,200	<b>Ciflutrina</b>	NA
Alacloro	NA	Cihexitina	E/NR
Alanicarbe	NA	Cimoxanil	0,050
Aldicarbe	E/NR	Cipermetrina	0,050
Aldicarbe sulfona	E/NR 1	Ciproconazol	0,050
Aldicarbe sulfóxido	E/NR	Ciprodinil	NA
Ametrina	NA	Ciromazina	0,200
Amicarbazona	NA	Cletodim	0,500
Aminocarbe	E/NR	Clodimeforme	E/NR
Atrazina	NA	Clofentezina	E/NR
<b>Azaconazol</b>	E/NR	Clomazona	NA
Azadiractina	NA	Clorantraniliprole	NA
<b>Azametifós</b>	NA	Clorbromurom	E/NR
Azinfós etílico	E/NR	Clorfenvinfós	E/NR
Azinfós metílico	E/NR	Clorfluazurom	NA
Azociclotina	E/NR	Clorimurom etílico	NA
Azoxistrobina	0,050	Cloroxurom	E/NR
Benalaxil	NA	Clorpirifós	NA
Bendiocarbe	NA	Clorpirifós metílico	E/NR
Benfuracarbe	NA	Clotianidina	NA
Benzoato de emamectina	NA	Coumafós	E/NR
Bifenazate	E/NR	Cresoxim metílico	NA
Bitertanol	E/NR	Cumilurom	E/NR
Boscalida	0,500	Daimurom	E/NR
<b>Bromofós metílico</b>	NA	<u>Deltametrina</u>	NA
Bromuconazol	NA	Demeton-S-metílico	E/NR
Bupirimato	E/NR	Desmedifam	E/NR
Buprofezina	0,300	Diafentiurom	NA
Butacloro	E/NR	Diazinona	NA
Butocarboxim	E/NR	Diclofluanida	E/NR
Butocarboxim sulfóxido	E/NR	Diclorvós	NA
Cadusafós	NA	Dicrotofós	E/NR
Carbaril	NA	Dietofencarbe	E/NR
Carbendazim	0,300	Difenoconazol	0,500
Carbetamida	E/NR	Difenoxurom	E/NR
Carbofurano	E/NR	Diflubenzurom	NA
Carbossulfano	NA	Dimetenamida	NA
Carboxina	NA	Dimetoato	NA
Carbutilato	E/NR	Dimetomorfe	NA

Tabela 7 - Agrotóxicos avaliados na validação e sua situação legal no país quanto ao uso em melancia (continuação)

Substância	LMR (mg/kg)	Substância	LMR (mg/kg)
	Melancia		Melancia
Dimoxistrobina	NA	Fenmedifam	E/NR
Diniconazol	E/NR	Fenobucarbe	E/NR
Dinotefuram	NA	Fenoxicarbe	E/NR
Dioxacarbe	E/NR	Fenpiroximato	NA
Dissulfotom	NA	Fenpropatrina	0,100
Diurom	NA	Fenpropidina	E/NR
DMSA	E/NR	Fenpropimorfe	NA
DMST	E/NR	Fentiona	E/NR
Dodemorfe	E/NR	Fentiona sulfóxido	E/NR
Dodina	NA	Fentoato	E/NR
Doramectina	E/NR	Fenurom	E/NR
Epoxiconazol	NA	Fenvalerato	NA
Eprinomectina	E/NR	Flonicamida	NA
EPTC	E/NR	Fluazifope-p-butílico	NA
Esfenvalerato	NA	Flubendiamida	NA
Espinetoram	0,020	Flufenacete	E/NR
Espinosade	0,030	Flufenoxurom	NA
Espirodiclofeno	NA	Fluoxastrabina	E/NR
Espiromesifeno	0,200	Fluquinconazol	NA
Espirotetramato	E/NR	Flusilazol	NA
Espiroxamina	E/NR	Flusulfamida	E/NR
Esprocarbe	E/NR	Flutiaceto metílico	E/NR
Etidimurom	E/NR	Flutolanil	NA
Etiofencarbe	E/NR	Flutriafol	0,500
<b>Etiofencarbe sulfona</b>	E/NR	<b>Fluxapiroxade</b>	0,100
Etiofencarbe sulfóxido	E/NR	Forclorfenurom	E/NR
Etiona	E/NR	Fosalona	NA
Etiprole	NA	Fosfamidona	E/NR
Etirimol	E/NR	<b>Fosmete</b>	NA
Etobenzanida	E/NR	Foxim	NA
Etofenproxi	0,100	Fuberidazol	E/NR
Etofumesato	E/NR	Furalaxil	E/NR
<b>Etoprofós</b>	NA	Furatiocarbe	E/NR
Etoxazol	E/NR	Halofenosídeo	E/NR
Etrinfós	E/NR	Heptenofós	E/NR
Famoxadona	0,150	Hexaconazol	E/NR
Fenamidona	0,100	Hexitiazoxi	E/NR
<b>Fenamifós</b>	NA	Imazalil	1,000
Fenarimol	0,050	Imazapique	NA
Fenazaquina	E/NR	Imazapir	NA
Fenbuconazol	E/NR	Imazaquim	E/NR
Fenhexamida	E/NR	Imazetapir	NA
Fenitrotiona	NA	Imazosulfurom	E/NR

Tabela 7 - Agrotóxicos avaliados na validação e sua situação legal no país quanto ao uso em melancia (continuação)

Substância	LMR (mg/kg) Melancia	Substância	LMR (mg/kg) Melancia
Imibenconazol	0,500	Metroprotrina	E/NR
Imidacloprido	0,200	Metsulfurom metílico	NA
Indoxacarbe	0,500	Mevinfós	E/NR
Ioxinil	E/NR	Miclobutanil	NA
Iprovalicarbe	NA	Molinato	E/NR
Isocarbamida	E/NR	<b>Monalida</b>	E/NR
Isocarbofós	E/NR	Monocrotofós	E/NR
Isofenofós	E/NR	Monolinurom	E/NR
Isoprocarbe	E/NR	Moxidectina	E/NR
Isoprotiolona	E/NR	Neburom	E/NR
Isoproturom	E/NR	Nitenpiram	E/NR
Isoxaflutol	NA	Norflurazom	E/NR
Isoxationa	E/NR	Novalurom	0,100
Ivermectina	NA	Nuarimol	E/NR
Lactofem	NA	Ometoato	E/NR
<b>Lambda-cialotrina</b>	0,050	<b>Oxadiargil</b>	E/NR
Linurom	NA	Oxadixil	E/NR
Malationa	NA	Oxamil	E/NR
Mandipropanida	NA	<b>Oxamil oxima</b>	E/NR
Mefenacete	E/NR	Oxicarboxina	E/NR
Mefosfolam	E/NR	Paclobutrazol	NA
Mepanipirim	E/NR	Pencicurorom	NA
Mepronil	E/NR	Penconazol	E/NR
Mesotriona	NA	Pendimetalina	NA
Metalaxil-M	0,100	Permetrina	NA
Metamidofós	E/NR	Picoxistrobina	NA
Metconazol	0,050	Pimetrozina	0,050
Metfuroxam	E/NR	Piperonil butóxido	E/NR
Metidationa	NA	Piraclostrobina	NA
Metiocarbe	NA	<b>Pirazofós</b>	E/NR
Metiocarbe sulfona	E/NR	Piridabem	0,030
Metiocarbe sulfóxido	E/NR	Piridafentiona	E/NR
Metobromurom	E/NR	Pirifenoxi	E/NR
Metomil	NA	Pirimetanil	0,100
<b>Metopreno</b>	NA	Pirimicarbe	NA
Metoxifenosida	NA	Pirimicarbe desmetil	E/NR
Metoxurom	E/NR	Pirimifós etílico	E/NR
Metrafenona	E/NR	Pirimifós metílico	NA
Metribuzim	NA	Piriproximem	0,100

Tabela 7 – Agrotóxicos avaliados na validação e sua situação legal no país quanto ao uso em melancia (conclusão)

Substância	LMR (mg/kg) Melancia	Substância	LMR (mg/kg) Melancia
Procloraz	E/NR	Terbufós	NA
Profam	E/NR	Terbumetom	E/NR
Profenofós	0,050	Terbutrina	E/NR
Prometom	E/NR	Tetraconazol	0,400
Prometrina	NA	Tiabendazol	0,010
Propanil	NA	Tiacloprido	NA
Propargito	NA	Tiametoxam	0,100
Propazina	E/NR	Tiobencarbe	NA
Propiconazol	NA	Tiodicarbe	NA
<b>Propizamida (Pronamida)</b>	E/NR	Tiofanato metílico	0,300
Propoxur	NA	Tiofanoxi	E/NR
Proquinazide	E/NR	<b>Tiofanoxi sulfona</b>	E/NR
Protioconazol	NA	Tiofanoxi sulfóxido	E/NR
Quinalfós	E/NR	Tolclofós metílico	E/NR
Quinoxifem	E/NR	Tolifluanida	E/NR
Quizalofope-P-etílico	NA	Triadimefom	NA
Rotenona	E/NR	Triadimenol	NA
Sebutilazina	E/NR	Triazofós	NA
Sidurom	E/NR	Triciclazol	NA
Simazina	NA	Triclorfom	E/NR
Simetrina	E/NR	Tridemorfe	E/NR
Sulfentrazona	NA	Trifloxistrobina	0,050
Tebuconazol	0,100	Triflumizol	0,100
Tebufenosida	NA	Triflumurom	NA
Tebufenpirade	E/NR	Triflusuflurom metílico	E/NR
Tebupirinfós	NA	Triforina	E/NR
Tebutiuro	NA	Triticonazol	NA
Temefós	NA	Vamidotiona	E/NR
Tepraloxidim	NA	Zoxamida	NA

Legenda NA – Não autorizado; E/NR - Excluído ou não registrado no Brasil. Nota: Data de consulta dos LMR no site da ANVISA: 16/05/2020. Agrotóxicos com cor de fundo branco foram fabricadas pela AccuStandard, os agrotóxicos em negrito foram fabricados pela Dr. Ehrenstofer. Agrotóxicos sublinhados (deltametrina) Sigma Aldrich.

Fonte: Adaptado de INCQS, 2021.

## APÊNDICE C – TRANSIÇÕES MONITORADAS

Quadro 4 - Transições monitoradas dos agrotóxicos avaliados (continua)

Agrotóxico	Transições monitoradas (m/z)	Agrotóxico	Transições monitoradas (m/z)
2,6-Diclorobenzamida	190 > 109   190 > 145	Bromuconazol	376 > 159   376 > 70
3-Hidroxicarbofurano	238 > 163   238 > 181	Bupirimato	317 > 108   317 > 272
Abamectina	891 > 305   891 > 567	Buprofezina	306 > 201   306 > 116
Acefato	184 > 143   184 > 95	Butacloro	312 > 238   312 > 162
Acetamiprido	223 > 126   223 > 90	Butocarboxim	213 > 75   213 > 116
Acetocloro	270 > 224   270 > 148	Butocarboxim	207 > 132   207 > 75
Acibenzolar-S-Metílico	211 > 136   211 > 140	Cadusafós	271 > 159   271 > 215
Alacloro	270 > 238   270 > 162	Carbaril	219 > 145   219 > 127
Alanicarbe	400 > 238   400 > 91	Carbendazim	192 > 160   192 > 132
Aldicarbe	191 > 116   191 > 89	Carbetamida	237 > 192   237 > 118
Aldicarbe Sulfona	223 > 86   223 > 76	Carbofurano	222 > 165   222 > 123
Aldicarbe Sulfóxido	207 > 132   207 > 89	Carbossulfano	381 > 118   381 > 160
Ametrina	228 > 186   228 > 96	Carboxina	236 > 143   236 > 87
Amicarbazona	242 > 143   242 > 85	Carbutilato	280 > 181   280 > 209
Aminocarbe	209 > 137   209 > 152	Carfrentazona Etilica	412 > 346   412 > 266
Atrazina	216 > 174   216 > 96	Carpropamida	334 > 139   334 > 196
Azaconazol	300 > 159   300 > 231	Ciazofamida	325 > 108   325 > 261
Azametifós	325 > 112   325 > 139	Cicloxidine	326 > 280   326 > 180
Azinfós Etilico	345 >   132 > 345 > 160	Ciflufenamida	413 > 203   413 > 295
Azinfós Metílico	318 > 132   318 > 104	Cihexatina	369 > 205   369 > 287
Azoxistrobina	404 > 372   404 > 329	Cimoxanil	199 > 128   199 > 111
Benalaxil	326 > 148   326 > 294	Ciproconazol	292 > 70   292 > 125
Bendiocarbe	224 > 167   224 > 109	Ciprodinil	226 > 93   226 > 108
Benfuracarbe	411 > 252   411 > 158	Ciromazina	167 > 60   167 > 125
Benzoato de Emamectina	886 > 126   886 > 302	Cletodim	360 > 136   360 > 240
Bifenazate	301 > 170   301 > 198	Clodimeforme	197 > 46   197 > 117
Bitertanol	338 > 99   338 > 70	Clofentezina	303 > 138   303 > 102
Boscalida	343 > 307   343 > 271	Clorantraniliprole	484 > 453   484 > 286

Quadro 4 – Transições monitoradas dos agrotóxicos avaliados (continuação)

<b>Agrotóxico</b>	<b>Transições monitoradas (m/z)</b>	<b>Agrotóxico</b>	<b>Transições monitoradas (m/z)</b>
Clorbromurom	294 > 206   294 > 182	Dioxacarbe	224 > 167   224 > 123
Clorfenvinfós	359 > 99   359 > 127	Dissulfotom	275 > 89   275 > 61
Clorfluazurom	540 > 383   540 > 158	DMSA	201 > 92   201 > 137
Clorimurom Etilico	415 > 186   415 > 83	DMST	215 > 106   215 > 79
Cloroxurom	291 > 72   291 > 164	Dodemorfe	282 > 116   282 > 98
Clorpirifós	350 > 98   350 > 97	Dodina	228 > 57   228 > 60
Clorpirifós Metílico	322 > 125   322 > 290	Doramectina	917 > 331   917 > 593
Clotianidina	250 > 169   250 > 132	Epoxiconazol	330 > 121   330 > 123
Coumafós	363 > 307   363 > 289	Eprinomectina	915 > 186   915 > 144
Cresoxim Metílico	314 > 116   314 > 267	EPTC	190 > 128   190 > 86
Cumilurom	303 > 185   303 > 125	Espinetoram	749 > 142   749 > 98
Daimurom	269 > 151   269 > 91	Espinosade A	733 > 142   733 > 98
Demeton-S-Metílico	231 > 89   231 > 61	Espinosade D	747 > 142   747 > 98
Desmedifam	318 > 182   318 > 136	Espirodiclofeno	411 > 71   411 > 313
Diafentiurom	385 > 329   385 > 278	Espiromesifeno	371 > 273   371 > 255
Diazinona	305 > 169   305 > 97	Espirotetramato	374 > 330   374 > 302
Diclofuanida	350 > 123   350 > 224	Espiroxamina	298 > 144   298 > 100
Diclorvós	221 > 109   221 > 127	Esprocarbe	266 > 91   266 > 71
Dicrotofós	238 > 112   238 > 72	Etidimurom	265 > 208   265 > 114
Dietofencarbe	268 > 226   268 > 124	Etiofencarbe	226 > 107   226 > 169
Difenoconazol	406 > 251   406 > 188	Etiofencarbe Sulfona	275 > 107   275 > 201
Diflubenzurom	311 > 158   311 > 113	Etiofencarbe	242 > 107   242 > 185
Dimetenamida	276 > 244   276 > 168	Etiona	385 > 199   385 > 143
Dimetoato	230 > 199   230 > 125	Etiprole	414 > 351   414 > 255
Dimetomorfe	388 > 301   388 > 165	Etirimol	210 > 140   210 > 98
Dimoxistrobina	327 > 116   327 > 89	Etobenzanida	340 > 179   340 > 149
Diniconazol	326 > 70   326 > 159	Etopenproxi	394 > 177   394 > 107
Dinotefuram	203 > 129   203 > 123	Etofumesato	287 > 121   287 > 259

Quadro 4 – Transições monitoradas dos agrotóxicos avaliados (continuação)

<b>Agrotóxico</b>	<b>Transições monitoradas (m/z)</b>	<b>Agrotóxico</b>	<b>Transições monitoradas (m/z)</b>
Etoprofós	243 > 131   243 > 97	Flusulfamida	413 > 171   413 > 179
Etoxazol	360 > 141   360 > 57	Flutiaceto Metílico	404 > 274   404 > 215
Etrinfós	293 > 125   293 > 265	Flutolanil	324 > 262   324 > 65
Famoxadona	392 > 331   392 > 238	Flutriafol	302 > 70   302 > 123
Fenamidona	312 > 92   312 > 236	Fluxapíroxade	382 > 342   382 > 314
Fenamifós	304 > 217   304 > 202	Forclorfenúrom	248 > 129   248 > 93
Fenarimol	331 > 268   331 > 81	Fosalona	368 > 182   368 > 111
Fenazaquina	307 > 57   307 > 161	Fosfamidona	300 > 174   300 > 127
Fenbuconazol	337 > 125   337 > 70	Fosmete	318 > 160   318 > 133
Fenhexamida	302 > 97   302 > 55	Foxim	300 > 129   300 > 125
Fenmedifam	301 > 168   301 > 136	Fuberidazol	185 > 157   185 > 156
Fenobucarbe	208 > 95   208 > 152	Furalaxil	302 > 95   302 > 242
Fenoxicarbe	302 > 88   302 > 116	Furatiocarbe	383 > 195   383 > 252
Fenpiroximato	422 > 366   422 > 138	Halofenosídeo	331 > 275   331 > 105
Fenpropidina	274 > 147   274 > 86	Heptenofos	251 > 127   251 > 109
Fenpropimorfe	304 > 147   304 > 130	Hexaconazol	314 > 70   314 > 159
Fentiona	279 > 169   279 > 105	Hexitiazoxi	353 > 228   353 > 168
Fentiona Sulfóxido	295 > 109   295 > 79	Imazalil	297 > 159   297 > 69
Fentoato	321 > 247   321 > 163	Imazapique	276 > 231   276 > 163
Fenurom	165 > 72   165 > 46	Imazapir	262 > 69   262 > 86
Flonicamida	230 > 203   230 > 148	Imazaquim	312 > 266   312 > 86
Fluazifope-p-butílico	384 > 282   384 > 328	Imzetapir	290 > 245   290 > 86
Flubendiamida	683 > 274   683 > 408	Imazosulfurom	413 > 153   413 > 156
Flufenacete	364 > 194   364 > 152	Imibenconazol	411 > 125   411 > 171
Flufenoxurom	489 > 158   489 > 141	Imidacloprido	256 > 175   256 > 209
Fluoxastrabina	459 > 427   459 > 188	Indoxacarbe	528 > 203   528 > 218
Fluquinconazol	376 > 349   376 > 108	Ioxinil	370 > 127   370 > 243
Flusilazol	316 > 247   316 > 165	Iprovalicarbe	321 > 119   321 > 203

Quadro 4 – Transições monitoradas dos agrotóxicos avaliados (continuação)

<b>Agrotóxico</b>	<b>Transições monitoradas (m/z)</b>	<b>Agrotóxico</b>	<b>Transições monitoradas (m/z)</b>
Isocarbamida	186 > 87   186 > 130	Metoxifenosida	369 > 149   369 > 313
Isocarbofos	291 > 231   291 > 121	Metoxurom	229 > 72   229 > 156
Isofenofos	346 > 245   346 > 217	Metrafenona	409 > 209   409 > 227
Isoprocabe	194 > 95   194 > 137	Metribuzim	215 > 131   215 > 89
Isoprotiolona	291 > 231   291 > 189	Metroprotrina	272 > 198   272 > 170
Isoproturom	207 > 72   207 > 46	Metsulfurom Metílico	382 > 167   382 > 199
Isoxaflutol	359 > 251   359 > 220	Mevinfós	225 > 127   225 > 193
Isoxationa	314 > 105   314 > 286	Miclobutanil	289 > 70   289 > 125
Lactofem	479 > 344   479 > 462	Molinato	188 > 126   188 > 55
Linurom	249 > 160   249 > 182	Monalida	240 > 85   240 > 128
Malationa	331 > 127   331 > 99	Monocrotófós	224 > 127   224 > 98
Mandipropamida	412 > 328   412 > 125	Monolinurom	215 > 148   215 > 99
Mefenacete	299 > 148   299 > 120	Moxidectina	641 > 528   641 > 498
Mefosfolam	270 > 140   270 > 196	Neburom	275 > 88   275 > 57
Mepanipirim	224 > 106   224 > 77	Nitenpiram	271 > 225   271 > 126
Mepronil	270 > 119   270 > 91	Norflurazom	304 > 284   304 > 160
Mesotriona	340 > 228   340 > 104	Novalurom	493 > 158   493 > 141
Metalaxil-M	280 > 220   280 > 192	Nuarimol	315 > 252   315 > 81
Metamidofós	142 > 94   142 > 125	Ometoato	214 > 183   214 > 125
Metconazol	320 > 70   320 > 125	Oxadiargil	341 > 151   341 > 230
Metfuroxam	230 > 137   230 > 111	Oxadixil	279 > 219   279 > 132
Metidationa	303 > 145   303 > 85	Oxamil	237 > 72   237 > 90
Metiocarbe	226 > 169   226 > 121	Oxamil Oxima	163 > 72   163 > 90
Metiocarbe Sulfona	275 > 122   275 > 201	Oxicarboxina	268 > 175   268 > 147
Metiocarbe Sulfóxido	242 > 185   242 > 122	Paclobutrazol	294 > 70   294 > 125
Metobromurom	259 > 170   259 > 148	Pencicurom	329 > 125   329 > 218
Metomil	163 > 88   163 > 106	Penconazol	284 > 70   284 > 159
Metopreno	311 > 279   311 > 191	Pendimetalina	282 > 212   282 > 194

Quadro 4 - Transições monitoradas dos agrotóxicos avaliados (continuação)

<b>Agrotóxico</b>	<b>Transições monitoradas (m/z)</b>	<b>Agrotóxico</b>	<b>Transições monitoradas (m/z)</b>
Picoxistrobina	368 > 205   368 > 145	Quizalofope-P-etílico	379 > 211   379 > 115
Pimetrozina	218 > 105   218 > 78	Rotenona	395 > 213   395 > 192
Piperonil Butóxido	356 > 177   356 > 119	Sebutilazina	230 > 174   230 > 96
Piraclostrobina	388 > 194   388 > 163	Siduirom	233 > 94   233 > 137
Pirazofós	374 > 222   374 > 194	Simazina	202 > 132   202 > 124
Piridabem	365 > 147   365 > 309	Simetrina	214 > 124   214 > 96
Piridafentiona	341 > 189   341 > 92	Sulfentrazona	387 > 146   387 > 307
Pirifenoxi	295 > 93   295 > 66	Tebuconazol	308 > 70   308 > 125
Pirimetanil	200 > 107   200 > 82	Tebufenosida	353 > 133   353 > 297
Pirimicarbe	239 > 72   239 > 182	Tebufenpirade	334 > 117   334 > 145
Pirimicarbe Desmetil	225 > 72   225 > 168	Tebutiuirom	229 > 172   229 > 116
Pirimifós Etlíco	334 > 198   334 > 182	Temefós	467 > 419   467 > 125
Pirimifós Metílico	306 > 108   306 > 67	Tepraloxidim	342 > 250   342 > 166
Piriproxifem	322 > 96   322 > 185	Terbufós	289 > 103   289 > 57
Procloraz	376 > 308   376 > 266	Terbumetom	226 > 170   226 > 114
Profam	180 > 120   180 > 138	Terbutrina	242 > 186   242 > 91
Profenofós	375 > 305   375 > 347	Tetraconazol	372 > 159   372 > 70
Prometom	226 > 184   226 > 86	Tiabendazol	202 > 175   202 > 131
Prometrina	242 > 158   242 > 200	Tiacloprido	253 > 126   253 > 90
Propanil	218 > 162   218 > 127	Tiametoxam	292 > 211   292 > 181
Propargito	368 > 231   368 > 175	Tiobencarbe	257 > 124   257 > 100
Propazina	230 > 146   230 > 188	Tiodicarbe	355 > 88   355 > 108
Propiconazol	342 > 69   342 > 159	Tiofanato Metílico	343 > 151   343 > 93
Propizamida (Pronamida)	256 > 190   256 > 173	Tiofanoxi	219 > 57   219 > 76
Propoxur	210 > 111   210 > 93	Tiofanoxi Sulfona	268 > 57   268 > 76
Proquinazide	373 > 289   373 > 331	Tiofanoxi Sulfóxido	252 > 235   252 > 178
Quinalfós	299 > 163   299 > 147	Tolclófós Metílico	301 > 269   301 > 175
Quinoxifem	308 > 197   308 > 162	Tolifluanida	363 > 238   363 > 137

Quadro 4 – Transições monitoradas dos agrotóxicos avaliados (conclusão)

<b>Agrotóxico</b>	<b>Transições monitoradas (m/z)</b>	<b>Agrotóxico</b>	<b>Transições monitoradas (m/z)</b>
Triadimefom	294 > 69   294 > 197	Triflumizol	346 > 278   346 > 73
Triadimenol	296 > 70   296 > 99	Triflumurom	359 > 156   359 > 139
Triazofós	314 > 162   314 > 119	Triflusulfurom	493 > 264   493 > 96
Triciclozol	190 > 162   190 > 136	Triforina	435 > 390   435 > 215
Triclorfom	257 > 109   257 > 127	Triticonazol	318 > 70   318 > 125
Tridemorfe	298 > 57   298 > 98	Vamidotiona	288 > 146   288 > 118
Trifloxistrobina	409 > 186   409 > 145	Zoxamida	336 > 187   336 > 159

Fonte: INCQS, 2021.

## APÊNDICE D – COEFICIENTES DE CORRELAÇÃO (r) E DE DETERMINAÇÃO (R<sup>2</sup>)

Tabela 8 - Valores encontrados para r e R<sup>2</sup> (continua)

Substância	Avaliação da curva analítica		Substância	Avaliação da curva analítica		Substância	Avaliação da curva analítica	
	r	R <sup>2</sup>		R	R <sup>2</sup>		r	R <sup>2</sup>
<b>2,6-Diclorobenzamida</b>	0,98	0,97	Buprofenzina	1,00	1,00	Clorimurrom etílico	0,99	0,97
<b>3-Hidroxicarbofuran</b> <b>o</b>	1,00	1,00	Butacloro	1,00	1,00	Cloroxurom	1,00	1,00
<b>Abamectina</b>	0,95	0,90	Butocarboxim	0,99	0,99	Clorpirifós	1,00	0,99
<b>Acefato</b>	1,00	1,00	Butocarboxim sulfóxido	0,99	1,00	Clorpirifós metílico	0,98	0,96
<b>Acetamiprido</b>	1,00	1,00	Cadusafós	1,00	0,99	Clotianidina	1,00	1,00
<b>Acetocloro</b>	1,00	1,00	Carbaril	1,00	0,99	Coumafós	1,00	1,00
<b>Acibenzolar-s-metílico</b>	0,93	0,86	Carbendazim	1,00	0,99	Cresoxim metílico	1,00	1,00
<b>Alacloro 1</b>	1,00	0,99	Carbetamida	0,99	1,00	Cumilurrom	0,98	0,97
<b>Alacloro 2</b>	1,00	0,99	Carbofurano	0,99	1,00	Daimurrom	1,00	1,00
<b>Alanicarbe</b>	1,00	0,99	Carbosulfano	-0,51	0,26	Demetom-S-metílico	1,00	1,00
<b>Aldicarbe</b>	1,00	0,99	Carboxina	1,00	0,99	Desmedifam	1,00	1,00
<b>Aldicarbe sulfona</b>	1,00	1,00	Carbutilato	1,00	1,00	Deltametrina	0,90	0,81
<b>Aldicarbe sulfóxido</b>	1,00	1,00	Carfentrazona etílica	1,00	1,00	Diafentiurom	1,00	1,00
<b>Ametrina</b>	1,00	0,99	Carpropamida	1,00	1,00	Diazinona	1,00	1,00
<b>Amicarbazona</b>	1,00	1,00	Cartape	0,98	0,95	Diclofluanida	1,00	0,99
<b>Aminocarbe</b>	0,99	1,00	Ciazofamida	1,00	1,00	Diclorvós	1,00	1,00
<b>Atrazina</b>	1,00	1,00	Cicloxadina	1,00	1,00	Diclotofós	1,00	1,00
<b>Azaconazol</b>	1,00	1,00	Ciflufenamida	1,00	0,99	Dietofencarbe	1,00	1,00
<b>Azametifós</b>	1,00	0,99	Ciflutrina	0,92	0,85	Difenoconazol	1,00	1,00
<b>Azinfós etílico</b>	1,00	1,00	Cihexatina	0,98	0,97	Difenoxuron	0,97	0,95
<b>Azinfós metílico</b>	1,00	1,00	Cimoxanil	0,99	0,98	Diflubenzurom	1,00	0,99
<b>Azociclotina</b>	0,99	0,97	Cipermetrina	0,98	0,96	Dimetenamida	1,00	1,00
<b>Azoxistrobina</b>	0,99	1,00	Ciproconazol	0,99	0,99	Dimetoato	1,00	1,00
<b>Benalaxil</b>	1,00	1,00	Ciprodinil	1,00	1,00	Dimetomorfe	1,00	1,00
<b>Bendiocarbe</b>	0,99	1,00	Ciromazina	0,90	0,80	Dimoxistrobina	1,00	1,00
<b>Benfuracarbe</b>	0,98	0,96	Cletodim	0,99	0,99	Diniconazol	0,99	0,99
<b>Benzoato emamectina</b> <b>de</b>	1,00	1,00	Clodimeforme	0,99	0,99	Dinotefuram	1,00	0,99
<b>Bifenazate</b>	0,89	0,80	Clofentezina	1,00	0,99	Dioxacarbe	1,00	1,00
<b>Bitertanol</b>	0,99	0,98	Clomazona	1,00	1,00	Dissulfotom	1,00	0,99
<b>Boscalida</b>	1,00	0,99	Clorantraniliprol <b>e</b>	0,99	0,99	Diurrom	1,00	1,00
<b>Bromofós metílico</b>	0,99	0,98	Clorbromurom	1,00	1,00	DMSA	0,99	0,99
<b>Bromuconazol</b>	0,99	1,00	Clorfenvinfós	1,00	1,00	DMST	1,00	1,00
<b>Bupirimato</b>	1,00	1,00	Clorfluazurom	0,95	0,91	Dodemorfe	1,00	1,00

Tabela 8 – Valores encontrados para r e R<sup>2</sup> (continuação)

Substância	Avaliação da curva analítica		Substância	Avaliação da curva analítica		Substância	Avaliação da curva analítica	
	r	R <sup>2</sup>		R	R <sup>2</sup>		r	R <sup>2</sup>
<b>Dodine</b>	1,00	1,00	Fenmedifam	1,00	1,00	Hexaconazol	1,00	1,00
<b>Doramectina</b>	0,98	0,96	Fenobucarbe	1,00	1,00	Hexitiazoxi	1,00	1,00
<b>Epoxiconazol</b>	1,00	1,00	Fenoxicarbe	1,00	0,99	Imazalil	1,00	1,00
<b>Eprinomectina</b>	0,93	0,87	Fenpiroximato	1,00	1,00	Imazapique	1,00	1,00
<b>EPTC</b>	1,00	1,00	Fenpropatrina	0,99	0,99	Imazapir	1,00	1,00
<b>Esfenvalerato</b>	0,93	0,87	Fenpropidina	1,00	1,00	Imazaquim	1,00	1,00
<b>Espinetoram</b>	1,00	0,99	Fenpropimorfe	1,00	1,00	Imazetapir	1,00	1,00
<b>Espinosade A</b>	1,00	1,00	Fentiona	1,00	1,00	Imazosulfurom	1,00	1,00
<b>Espinosade D</b>	1,00	1,00	Fentiona sulfóxido	1,00	0,99	Imibenconazol	1,00	1,00
<b>Epirodiclofeno</b>	1,00	1,00	Fentoato	1,00	1,00	Imidacloprido	1,00	1,00
<b>Espiromesifeno</b>	1,00	1,00	Fenurom	1,00	0,99	Indoxacarbe	1,00	1,00
<b>Espirotetramato</b>	1,00	1,00	Fenvalerato	1,00	1,00	Ioxinil	1,00	1,00
<b>Espiroxamina</b>	1,00	1,00	Flonicamida	1,00	0,99	Iprovalicarbe	1,00	1,00
<b>Esprocarbe</b>	1,00	1,00	Fluazifope-p-butílico	0,99	0,98	Isocarbamida	1,00	1,00
<b>Etidimuirom</b>	1,00	1,00	Flubendiamida	1,00	1,00	Isocarbofós	1,00	1,00
<b>Etiofencarbe</b>	1,00	0,99	Flufenacete	1,00	1,00	Isofenofós	0,83	0,69
<b>Etiofencarbe sulfona</b>	1,00	1,00	Flufenoxurom	1,00	0,99	Isoprocarbe	1,00	1,00
<b>Etiofencarbe sulfóxido</b>	1,00	1,00	Fluoxastrobina	0,99	0,99	Isoprotilona	1,00	1,00
<b>Etiona</b>	1,00	1,00	Fluquinconazol	0,97	0,95	Isoproturom	1,00	1,00
<b>Etiprole</b>	1,00	1,00	Flusilazol	1,00	1,00	Isoxaflutol	1,00	1,00
<b>Etirimol</b>	1,00	1,00	Flusulfamida	1,00	0,99	Isoxationa	1,00	1,00
<b>Etobenzanida</b>	1,00	0,99	Flutiaceto metílico	1,00	1,00	Ivermectina	1,00	1,00
<b>Etofenproxi</b>	1,00	1,00	Flutolanil	1,00	1,00	Lactofem	1,00	1,00
<b>Etofumesato</b>	1,00	1,00	Flutriafol	0,96	0,92	Lambda-cialotrina	1,00	1,00
<b>Etoprofós</b>	1,00	1,00	Fluxaproxade	1,00	0,99	Linurom	1,00	0,99
<b>Etoxazol</b>	1,00	1,00	Forclorfenurom	1,00	1,00	Malationa	1,00	1,00
<b>Etrinifós</b>	1,00	1,00	Fosalona	1,00	0,99	Mandipropamida	1,00	1,00
<b>Famoxadona</b>	0,99	0,99	Fosfamidona	1,00	1,00	Mefenacete	1,00	1,00
<b>Fenamidona</b>	1,00	1,00	Fosmete	1,00	0,99	Mefosfolam	1,00	1,00
<b>Fenamifós</b>	1,00	1,00	Foxim	1,00	1,00	Mepanipirim	1,00	1,00
<b>Fenarimol</b>	1,00	0,99	Fuberidazol	0,98	0,95	Mepronil	1,00	1,00
<b>Fenzaquina</b>	0,99	0,98	Furalaxil	1,00	1,00	Mesotriona	1,00	1,00
<b>Fenbuconazol</b>	1,00	1,00	Furatiocarbe	1,00	1,00	Metalaxil-M	1,00	1,00
<b>Fenhexamida</b>	1,00	0,99	Halofenosídeo	1,00	1,00	Metamidofós	1,00	1,00
<b>Fenitrotiona</b>	0,98	0,96	Heptenofós	1,00	1,00	Metconazol	1,00	1,00

Tabela 8 - Valores encontrados para r e R<sup>2</sup> (continuação)

Substância	Avaliação da curva analítica		Substância	Avaliação da curva analítica		Substância	Avaliação da curva analítica	
	r	R <sup>2</sup>		r	R <sup>2</sup>		R	R <sup>2</sup>
Metfuroxam	1,00	1,00	Picoxistrobina	1,00	1,00	Tebufenosida	1,00	1,00
Metidationa	1,00	1,00	Pimetrozina	1,00	1,00	Tebufenpirade	0,92	0,85
Metiocarbe	1,00	0,99	Piperonil butóxido	1,00	1,00	Tebupirinfós	1,00	1,00
Metiocarbe sulfona	1,00	1,00	Piraclostrobina	1,00	1,00	Tebutiurum	0,98	0,97
Metiocarbe sulfóxido	0,99	0,99	Pirazofós	1,00	0,99	Temefós	0,99	0,99
Metobromurom	1,00	0,99	Piridabem	1,00	0,99	Tepraloxidim 1	1,00	1,00
Metomil	1,00	1,00	Piridafentiona	1,00	1,00	Tepraloxidim 2	1,00	1,00
Metopreno	1,00	1,00	Pirifenoxi	1,00	0,99	Terbufós	0,90	0,81
Metoxifenosida	1,00	1,00	Pirimetanil	1,00	1,00	Terbumetom	0,99	0,99
Metoxurom	1,00	1,00	Pirimicarbe	1,00	1,00	Terbutrina	0,98	0,96
Metrafenona	1,00	1,00	Pirimicarbe desmetil	0,99	0,98	Tetraconazol	0,99	0,98
Metribuzim	0,99	0,99	Pirimifós etílico	1,00	1,00	Tiabendazol	0,96	0,92
Metroprotrina	0,99	0,99	Pirimifós metílico	1,00	1,00	Tiacloprido	0,98	0,96
Metsulfurom metílico	1,00	1,00	Piriproxifem	1,00	1,00	Tiametoxam	1,00	1,00
Mevinfós	1,00	1,00	Procloraz	1,00	1,00	Tiobencarbe	0,07	0,01
Miclobutanil	1,00	1,00	Profam	1,00	1,00	Tiodicarbe	0,99	0,96
Molinato	1,00	1,00	Profenofós	1,00	1,00	Tiofanato metílico	0,95	0,90
Monalida	1,00	1,00	Prometom	1,00	1,00	Tiofanoxi	0,93	0,86
Monocrotofós	1,00	1,00	Prometrina	1,00	1,00	Tiofanoxi sulfona	0,99	0,97
Monolinurom	1,00	1,00	Propanil	0,98	0,96	Tiofanoxi sulfóxido	0,98	0,96
Moxidectina	1,00	1,00	Propargito	1,00	1,00	Tolclofós metílico	0,26	0,07
Neburom	1,00	1,00	Propazina	1,00	1,00	Tolifluanida	0,98	0,95
Nitenpiram	1,00	1,00	Propiconazol	1,00	1,00	Triadimefom	0,60	0,33
Norflurazom	1,00	1,00	Propizamida (Pronamida)	1,00	1,00	Triadimenol	0,98	0,97
Novalurom	1,00	1,00	Propoxur	1,00	0,99	Triazofós	0,27	0,07
Nuarimol	1,00	1,00	Proquinazide	1,00	1,00	Triciclazol	0,99	0,97
Ometoato	1,00	1,00	Protioconazol	1,00	1,00	Triclorfom	0,84	0,71
Oxadiargil	1,00	1,00	Quinalfós	1,00	1,00	Tridemorfe	0,93	0,87
Oxadixil	0,99	0,98	Quinoxifem	1,00	1,00	Trifloxistrobina	0,95	0,91
Oxamil	1,00	1,00	Quizalofope-P-etílico	1,00	1,00	Triflumizol	0,97	0,94
Oxamil oxima	1,00	1,00	Rotenona	1,00	0,99	Triflumurom	1,00	1,00
Oxicarboxina	0,99	0,99	Sebutilazina	1,00	1,00	Triflusulfurom metílico	1,00	0,99
<b>Paclobutrazol</b>	1,00	1,00	Sidurom	1,00	1,00	Triforina	0,94	0,88
<b>Penciurom</b>	0,99	0,99	Simazina	0,99	0,99	Triticonazol	0,68	0,46
<b>Penconazol</b>	1,00	1,00	Simetrina	1,00	0,99	Vamidotiona	0,98	0,97
<b>Pendimetalina</b>	1,00	1,00	Sulfentrazona	1,00	1,00	Zoxamida	0,98	0,96
<b>Permetrina</b>	1,00	1,00	Tebuconazol	1,00	1,00	-	-	-

Fonte: Adaptado de INCQS, 2021.

## APÊNDICE E – AVALIAÇÃO DA PRECISÃO

Tabela 9 - Valores de CV para avaliação da precisão (continua)

Substância	Precisão		Substância	Precisão	
	Critério: CV ≤ 20 %			Critério: CV ≤ 20 %	
	Nível 1	Nível 2		Nível 1	Nível 2
2,6-Diclorobenzamida	9,8	15,7	Ciazofamida	5,9	7,4
3-Hidroxycarbofurano	3,6	7,5	Cicloxicina	6,3	4,3
<b>Abamectina</b>	<b>37,2</b>	<b>28,7</b>	Ciflufenamida	8,2	6,2
Acefato	3,5	3,1	<b>Ciflutrina</b>	17,7	<b>43,0</b>
Acetamiprido	2,4	2,2	<b>Cihexitina</b>	<b>44,5</b>	<b>22,8</b>
Acetocloro	13,0	9,5	Cimoxanil	12,4	7,8
<b>Acibenzolar-s-metílico</b>	<b>42,9</b>	<b>41,0</b>	<b>Cipermetrina</b>	<b>28,1</b>	17,3
Alacloro 1	9,6	3,7	Ciproconazol	10,9	8,1
Alacloro 2	4,7	4,9	Ciprodinil	13,0	5,3
Alanicarbe	9,1	4,4	Ciromazina	16,4	3,3
Aldicarbe	14,3	13,5	Cletodim	12,7	17,7
Aldicarbe sulfona	3,5	4,6	Clodimeforme	18,3	9,3
Aldicarbe sulfóxido	4,2	3,3	Clofentezina	18,2	18,8
Ametrina	4,1	3,2	Clomazona	2,6	2,3
Amicarbazona	5,5	4,3	Clorantraniliprole	11,2	9,1
Aminocarbe	2,4	2,1	Clorbromurom	11,3	8,0
Atrazina	3,5	4,1	Clorfenvinfós	6,6	4,1
Azaconazol	3,8	2,6	Clorfluazurom	16,0	10,5
<b>Azadiractina</b>	<b>21,4</b>	11,8	<b>Clorimurom etílico</b>	<b>20,8</b>	19,6
Azametifós	4,3	3,1	Cloroxurom	3,3	4,3
Azinfós etílico	6,3	9,4	Clorpirifós	12,5	5,9
Azinfós metílico	5,1	4,4	Clorpirifós metílico	19,6	8,7
<b>Azociclotina</b>	19,4	<b>22,7</b>	Clotianidina	10,8	7,9
Azoxistrobina	3,4	4,3	Coumafós	9,1	4,1
Benalaxil	3,9	4,3	Cresoxim metílico	9,3	5,4
Bendiocarbe	3,8	3,8	Cumilurom	6,5	6,7
<b>Benfuracarbe</b>	<b>34,9</b>	<b>25,5</b>	Daimurom	5,4	4,1
Benzoato de emamectina	13,4	8,3	<b>Deltametrina</b>	<b>26,7</b>	16,3
Bifenazate	2,4	3,1	Demeton-S-metílico	9,5	7,1
Bitertanol	10,5	10,6	Desmedifam	2,6	2,7
Boscalida	11,5	7,9	Diafentiurom	10,7	14,6
Bromofós metílico	17,1	11,4	Diazinona	3,4	3,2
Bromuconazol	8,6	12,4	<b>Diclofluanida</b>	<b>46,8</b>	18,2
Bupirimato	5,4	4,0	Diclorvós	3,5	3,8
Buprofezina	4,3	3,8	Dicrotofós	2,3	2,1
Butacloro	10,4	8,7	Dietofencarbe	4,1	4,6
<b>Butocarboxim</b>	<b>20,6</b>	16,7	Difenoconazol	5,5	4,3
Butocarboxim sulfóxido	3,7	2,6	DifenoXurom	14,7	2,6
Cadusafós	8,7	9,4	Diflubenzurom	6,4	5,2
Carbaril	3,3	3,6	Dimetenamida	4,8	3,8
Carbendazim	5,2	2,7	Dimetoato	3,4	4,8
Carbetamida	3,7	4,0	Dimetomorfe	6,0	6,5
Carbofurano	3,9	2,3	Dimoxistrobina	3,0	4,0
Carbossulfano	7,5	4,1	Diniconazol	7,4	7,9
Carboxina	3,1	3,3	Dinotefuram	12,6	14,8
Carbutilato	6,1	2,0	Dioxacarbe	5,0	5,3
Carfentrazona etílica	6,7	6,0	Dissulfotom	10,6	10,8
Carpropamida	6,0	7,2	Diurom	3,1	3,4
<b>Cartape</b>	<b>29,1</b>	<b>21,6</b>	DMSA	6,8	6,0

Tabela 9 – Valores de CV para avaliação da precisão (continuação)

Substância	Precisão		Substância	Precisão	
	Critério: CV ≤ 20 %			Critério: CV ≤ 20 %	
	Nível 1	Nível 2		Nível 1	Nível 2
DMST	2,4	4,9	<b>Fluquinconazol</b>	<b>44,4</b>	<b>24,8</b>
Dodemorfe	2,4	6,4	Flusilazol	5,4	3,5
Dodina	3,8	3,6	<b>Flusulfamida</b>	<b>32,6</b>	<b>32,0</b>
<b>Doramectina</b>	<b>26,9</b>	17,4	Flutiaceto metílico	14,7	15,7
Epoxiconazol	6,9	4,4	Flutolanil	2,9	3,5
Eprinomectina	11,6	7,3	Flutriafol	2,9	6,6
EPTC	12,1	7,5	Fluxaproxade	9,4	8,5
<b>Esfenvalerato</b>	<b>21,8</b>	<b>23,5</b>	Forclorfenurum	3,7	6,3
Espinetoram	4,4	4,6	Fosalona	4,9	4,6
Espinosade A	5,0	4,3	Fosfamidona	5,6	4,6
Espinosade D	3,4	4,3	Fosmete	4,1	3,1
Espirodiclofeno	8,2	5,9	Foxim	6,5	3,9
Espiromesifeno	11,2	4,0	Fuberidazol	6,7	3,5
Espirotetramato	5,8	7,1	Furalaxil	4,8	4,0
Espiroxamina	3,4	2,6	Furatiocarbe	6,5	3,9
Esprocarbe	4,1	4,5	Halofenosídeo	4,6	4,1
Etidimurum	8,6	4,4	Heptenofós	2,9	3,3
Etiofencarbe	4,7	4,8	Hexaconazol	8,2	5,2
Etiofencarbe sulfona	3,2	4,0	Hexitiazoxi	8,3	8,8
Etiofencarbe sulfóxido	6,2	6,4	Imazalil	4,8	3,4
Etiona	7,1	5,0	Imazapique	8,4	5,1
Etiprole	9,5	12,6	Imazapir	14,9	8,8
Etirimol	3,6	2,4	Imazaquim	7,8	5,6
Etobenzanida	12,8	9,5	Imzetapir	4,8	5,5
Etofenproxi	5,1	7,8	Imazosulfurum	13,6	8,3
Etofumesato	6,5	6,5	Imibenconazol	10,5	10,4
Etoprofós	3,3	2,4	Imidacloprido	6,5	7,7
Etoxazol	6,3	4,9	Indoxacarbe	7,0	6,3
Etrinofós	8,2	7,6	Ioxinil	-	-
Famoxadona	17,0	12,8	Iprovalicarbe	3,7	3,0
Fenamidona	4,9	4,0	Isocarbamida	3,2	2,2
Fenamifós	5,4	3,1	Isocarbofós	13,6	11,3
Fenarimol	12,6	6,1	Isopenofós	4,3	3,3
Fenazaquina	11,4	5,6	Isoprocarbe	3,0	3,6
Fenbuconazol	9,2	6,9	Isoprotiolona	3,0	2,2
Fenhexamida	7,8	3,5	Isoproturom	3,6	2,6
<b>Fenitrotiona</b>	<b>69,2</b>	<b>24,4</b>	Isoxaflutol	9,2	15,5
Fenmedifam	7,5	5,6	Isoxationa	5,0	2,1
Fenobucarbe	4,4	2,2	Ivermectina	17,1	14,6
Fenoxicarbe	6,9	6,2	Lactofem	12,4	9,0
Fenpiroximato	5,3	6,8	<b>Lambda-cialotrina</b>	<b>32,6</b>	<b>34,8</b>
Fenpropatrina	9,9	9,9	Linurom	10,3	6,7
Fenpropidina	2,5	3,3	Malationa	5,1	2,7
Fenpropimorfe	3,0	3,9	Mandipropamida	3,9	4,0
Fentiona	18,3	15,9	Mefenacete	5,1	4,2
Fentiona sulfóxido	6,0	3,1	Mefosfolam	3,9	3,7
Fentoato	6,0	4,4	Mepanipirim	5,2	4,5
Fenurom	4,2	2,8	Mepronil	2,8	2,3
<b>Fenvalerato</b>	<b>28,7</b>	<b>26,6</b>	Mesotriona	4,8	8,7
<b>Flonicamida</b>	<b>22,8</b>	16,4	Metalaxil-M	2,9	2,2
Fluazifope-p-butílico	4,0	4,7	Metamidofós	7,8	2,9
Flubendiamida	-	9,4	Metconazol	5,8	5,9
Flufenacete	5,8	4,3	<b>Metfuroxam</b>	8,7	<b>30,6</b>
Flufenoxurom	8,6	8,7	Metidationa	2,9	3,5
Fluoxastrobina	6,6	4,1	Metiicarbe	3,4	2,4

Tabela 9 – Valores de CV para avaliação da precisão (continuação)

Substância	Precisão		Substância	Precisão	
	Critério: CV ≤ 20 %			Critério: CV ≤ 20 %	
	Nível 1	Nível 2		Nível 1	Nível 2
Metiocarbe sulfona	4,3	3,5	Propizamida (Pronamida)	11,2	7,2
Metiocarbe sulfóxido	3,7	2,9	Propoxur	3,3	3,6
Metobromurom	2,3	4,9	Proquinazide	4,2	4,6
Metomil	5,6	2,6	Protioconazol	12,8	10,6
Metopreno	9,6	8,0	Quinalfós	5,8	3,7
Metoxifenosida	4,6	2,7	Quinoxifem	5,4	3,9
Metoxurom	3,1	2,4	Quizalofope-P-etílico	8,5	6,5
Metrafenona	8,9	6,7	Rotenona	9,0	5,1
Metribuzim	12,1	8,5	Sebutilazina	2,5	2,6
Metropotrina	3,0	4,1	Sidurom	3,1	3,8
Metsulfurom metílico	11,5	6,3	Simazina	4,6	3,6
Mevinfós	4,9	3,7	Simetrina	3,8	3,9
Miclobutanil	7,4	7,0	<b>Sulfentrazona</b>	<b>30,4</b>	<b>21,3</b>
Molinato	11,5	4,9	Tebuconazol	5,7	4,7
Monalida	3,6	4,6	Tebufenosida	5,0	5,1
Monocrotofós	3,8	3,3	Tebufenpirade	5,3	3,9
Monolinurom	3,9	2,2	Tebupirinfós	3,7	3,0
<b>Moxidectina</b>	<b>38,3</b>	18,0	Tebutiuro	2,4	3,3
Neburo	4,7	2,9	Temefós	8,8	7,6
Nitenpiram	5,6	3,6	Tepraloxidim 1	4,5	4,9
Norflurazom	6,6	5,1	Tepraloxidim 2	14,1	6,8
<b>Novalurom</b>	<b>78,5</b>	<b>54,5</b>	Terbufós	12,7	9,6
Nuarimol	8,6	6,1	Terbumetom	3,0	2,7
<b>Ometoato</b>	<b>40,4</b>	6,9	Terbutrina	3,1	2,5
Oxadiargil	15,2	7,6	Tetraconazol	5,8	6,9
Oxadixil	2,7	1,8	Tiabendazol	4,9	2,4
Oxamil	2,8	5,2	Tiacloprido	2,1	1,4
Oxamil oxima	5,0	5,3	Tiametoxam	5,3	3,1
Oxicarboxina	3,4	3,1	Tiobencarbe	5,3	6,8
Paclobutrazol	5,2	4,2	Tiodicarbe	3,5	3,5
Pencicurom	2,6	4,0	Tiofanato metílico	6,6	3,4
Penconazol	4,3	6,4	Tiofanoxi	11,8	13,0
Pendimetalina	10,2	4,7	Tiofanoxi sulfona	7,6	8,9
Permetreina	18,7	10,5	Tiofanoxi sulfóxido	6,0	3,3
Picoxistrobina	3,5	3,1	<b>Tolclofós metílico</b>	<b>25,7</b>	<b>30,5</b>
Pimetrozina	6,1	2,6	Tolifluanida	10,1	5,7
Piperonil butóxido	3,6	4,2	Triadimefom	8,9	8,4
Piraclostrobina	6,9	6,0	Triadimenol	8,2	6,4
Pirazofós	6,9	5,6	Triazofós	4,8	2,3
Piridabem	11,7	7,3	Triciclazol	4,6	1,7
Piridafentiona	4,9	6,4	Triclorfom	6,3	2,4
Pirifenoxi	4,0	3,0	Tridemorfe	7,8	5,6
Pirimetanil	4,8	2,9	Trifloxistrobina	4,1	3,0
Pirimicarbe	2,0	3,1	Triflumizol	3,0	4,1
Pirimicarbe desmetil	5,2	1,9	Triflumurom	3,7	3,2
Pirimifós etílico	4,4	4,9	<b>Triflusuflurom metílico</b>	<b>20,2</b>	15,7
Pirimifós metílico	3,4	3,4	Triforina	6,9	7,8
Profenofós	7,3	7,9	Triticonazol	10,8	13,7
Prometom	2,7	1,2	Vamidotiona	7,8	8,8
<b>Propanil</b>	<b>20,5</b>	19,3	Zoxamida	5,2	5,0
Propargito	6,8	4,8			
Propazina	3,3	3,0			
Propiconazol	5,6	5,4			

Nota: agrotóxicos em negrito não estão dentro da faixa de recuperação aceitável (70 a 120 %) em pelo menos um dos níveis analisados.

Fonte: Adaptado de INCQS, 2021.

## APÊNDICE F – AVALIAÇÃO DA EXATIDÃO

Tabela 10 - Valores de recuperação para avaliação de exatidão (continua)

Substância	N1		N2	
	Conc. (mg/kg)	Rec. (%)	Conc. (mg/kg)	Rec. (%)
2,6-Diclorobenzamida	0,014	108,8	0,028	107,8
3-Hidroxicarbofurano	0,012	93,4	0,023	89,8
Abamectina	0,009	71,4	0,022	85,4
Acefato	0,012	95,4	0,022	85,4
Acetamiprido	0,013	99,2	0,023	90,6
Acetocloro	0,013	102,4	0,023	90,5
<b>Acibenzolar-s-metílico</b>	0,006	<b>45,1</b>	0,017	<b>64,6</b>
Alacloro 1	0,012	97,2	0,024	95,1
Alacloro 2	0,014	109,6	0,026	101,5
Alanicarbe	0,015	115,8	0,025	96,7
<b>Aldicarbe</b>	0,009	74,1	0,017	<b>67,3</b>
Aldicarbe sulfona	0,012	93,1	0,021	83,8
Aldicarbe sulfóxido	0,012	94,4	0,022	84,8
Ametrina	0,011	88,9	0,022	86,6
Amicarbazona	0,012	96,0	0,023	89,5
Aminocarbe	0,013	99,4	0,021	83,3
Atrazina	0,012	93,5	0,022	87,3
Azaconazol	0,013	103,3	0,023	91,7
Azadiractina	0,012	96,1	0,021	82,9
Azametifós	0,013	100,6	0,023	91,3
Azinfós etílico	0,013	97,7	0,023	89,1
Azinfós metílico	0,012	97,5	0,023	88,0
Azociclotina	0,010	81,7	0,021	82,1
Azoxistrobina	0,013	100,2	0,023	88,4
Benalaxil	0,013	104,1	0,024	93,3
Bendiocarbe	0,011	89,8	0,023	88,5
<b>Benfuracarbe</b>	0,016	<b>125,8</b>	0,023	90,4
Benzoato de emamectina	0,014	108,1	0,025	98,3
<b>Bifenazate</b>	0,022	<b>174,6</b>	0,025	98,0
Bitertanol	0,014	106,2	0,024	95,0
Boscalida	0,011	87,7	0,022	85,0
<b>Bromofós metílico</b>	0,016	<b>127,7</b>	0,027	104,0
Bromuconazol	0,011	88,0	0,022	87,7
Bupirimato	0,012	94,2	0,023	90,5
Buprofezina	0,012	95,3	0,023	88,4
Butacloro	0,013	105,4	0,024	92,7
Butocarboxim	0,013	103,0	0,022	86,8
Butocarboxim sulfóxido	0,011	88,4	0,021	83,2

Tabela 10 – Valores para avaliação de exatidão/taxa de recuperação (continuação)

Substância	N1		N2	
	Conc. (mg/kg)	Rec. (%)	Conc. (mg/kg)	Rec. (%)
Cadusafós	0,012	91,0	0,021	82,0
Carbaril	0,012	90,3	0,023	88,4
Carbendazim	0,012	94,7	0,021	82,8
Carbetamida	0,011	87,9	0,022	84,1
Carbofurano	0,012	96,0	0,024	95,2
<b>Carbossulfano</b>	<b>0,745</b>	<b>5818,9</b>	<b>0,757</b>	<b>2958,8</b>
Carboxina	0,010	80,2	0,018	70,8
Carbutilato	0,013	98,0	0,025	98,7
Carfentrazona etílica	0,012	96,3	0,022	85,2
Carpropamida	0,013	98,3	0,024	92,8
<b>Cartape</b>	<b>0,018</b>	<b>142,8</b>	<b>0,036</b>	<b>140,8</b>
Ciazofamida	0,015	114,4	0,025	99,3
Cicloxidine	0,012	93,8	0,020	78,4
Ciflufenamida	0,012	90,7	0,021	83,8
Ciflutrina	0,014	106,3	0,027	104,3
<b>Cihexitina</b>	<b>0,007</b>	<b>57,5</b>	<b>0,013</b>	<b>49,0</b>
Cimoxanil	0,012	95,3	0,024	92,8
Cipermetrina	0,010	80,7	0,020	77,1
Ciproconazol	0,009	70,5	0,021	82,1
Ciprodinil	0,011	82,5	0,020	79,6
<b>Ciromazina</b>	<b>0,025</b>	<b>198,1</b>	<b>0,036</b>	<b>140,3</b>
Cletodim	0,015	118,7	0,026	99,6
<b>Clodimeforme</b>	<b>0,009</b>	<b>69,0</b>	<b>0,024</b>	<b>93,5</b>
Clofentezina	0,012	96,1	0,022	85,4
Clomazona	0,012	91,6	0,022	86,4
Clorantraniliprole	0,011	85,1	0,021	82,5
Clorbromurom	0,013	98,4	0,024	94,8
Clorfenvinfós	0,013	102,3	0,024	94,1
Clorfluazurom	0,013	98,9	0,020	79,1
Clorimurom etílico	0,011	85,9	0,022	87,6
Cloroxurom	0,013	98,4	0,024	93,4
Clorpirifós	0,012	90,7	0,023	89,1
Clorpirifós metílico	0,013	105,0	0,023	90,2
Clotianidina	0,011	85,8	0,022	85,7
Coumafós	0,012	94,1	0,023	87,9
Cresoxim metílico	0,013	98,7	0,024	94,3
<b>Cumilurom</b>	<b>0,018</b>	<b>140,4</b>	<b>0,023</b>	<b>89,1</b>
Daimurom	0,012	96,7	0,023	91,4
<b>Deltametrina</b>	<b>0,007</b>	<b>54,8</b>	<b>0,018</b>	<b>69,7</b>
Demeton-S-metílico	0,012	92,3	0,021	83,9
Desmedifam	0,013	98,9	0,023	87,9
<b>Diafentiurom</b>	<b>0,002</b>	<b>17,7</b>	<b>0,005</b>	<b>18,4</b>
Diazinona	0,013	101,3	0,023	90,7

Tabela 10 – Valores para avaliação de exatidão/taxa de recuperação (continuação)

Substância	N1		N2	
	Conc. (mg/kg)	Rec. (%)	Conc. (mg/kg)	Rec. (%)
<b>Diclofluanida</b>	0,001	<b>7,4</b>	0,005	<b>19,3</b>
Diclorvós	0,012	91,1	0,022	86,0
Dicrotofós	0,012	93,0	0,021	83,1
Dietofencarbe	0,012	94,5	0,023	89,4
Difenoconazol	0,013	97,6	0,022	87,1
Difenoxurom	0,015	113,9	0,029	115,2
Diflubenzurom	0,012	97,1	0,024	93,5
Dimetenamida	0,012	95,5	0,023	89,4
Dimetoato	0,012	96,3	0,023	88,9
Dimetomorfe	0,011	85,3	0,021	81,1
Dimoxistrobina	0,012	96,8	0,023	89,7
Diniconazol	0,011	87,2	0,022	86,9
<b>Dinotefuram</b>	0,019	<b>149,7</b>	0,031	<b>121,8</b>
Dioxacarbe	0,012	97,6	0,023	88,6
Dissulfotom	0,011	88,5	0,021	82,4
Diurom	0,012	96,9	0,023	88,6
<b>DMSA</b>	0,037	<b>287,2</b>	0,060	<b>235,0</b>
DMST	0,014	108,7	0,025	96,0
Dodemorfe	0,012	97,5	0,023	91,5
Dodina	0,013	98,3	0,022	87,9
<b>Doramectina</b>	0,009	<b>69,2</b>	0,020	76,6
Epoxiconazol	0,012	94,1	0,023	89,5
<b>Eprinomectina</b>	0,020	<b>158,9</b>	0,030	117,6
EPTC	0,011	83,8	0,022	87,5
<b>Esfenvalerato</b>	0,020	<b>156,3</b>	0,029	112,0
Espinetoram	0,013	100,6	0,023	89,9
Espinosade A	0,012	96,4	0,023	88,4
Espinosade D	0,015	114,5	0,025	98,8
Espirodiclofeno	0,012	90,2	0,021	80,2
Espiromesifeno	0,010	81,7	0,023	88,7
Espirotetramato	0,012	93,1	0,022	84,8
Espiroxamina	0,012	94,4	0,023	89,2
Esprocarbe	0,012	95,4	0,023	91,7
Etidimurom	0,012	90,3	0,023	88,4
Etiofencarbe	0,010	80,6	0,018	70,8
Etiofencarbe sulfona	0,012	96,0	0,021	81,7
<b>Etiofencarbe sulfóxido</b>	0,007	<b>52,0</b>	0,021	81,9
Etiona	0,013	101,1	0,023	91,6
Etiprole	0,013	102,5	0,023	88,4
Etimol	0,011	88,0	0,021	82,0
Etobenzanida	0,012	93,0	0,023	89,5
Etofenproxi	0,012	90,4	0,023	87,9
Etofumesato	0,012	94,1	0,022	85,5

Tabela 10 – Valores para avaliação de exatidão/taxa de recuperação (continuação)

Substância	N1		N2	
	Conc. (mg/kg)	Rec. (%)	Conc. (mg/kg)	Rec. (%)
Etoprofós	0,011	85,7	0,021	83,7
Etoxazol	0,012	96,6	0,022	87,4
Etrinfós	0,014	108,7	0,024	93,6
Famoxadona	0,010	76,4	0,021	82,5
Fenamidona	0,012	96,4	0,022	86,3
Fenamifós	0,011	89,6	0,022	87,5
Fenarimol	0,012	95,9	0,024	93,3
Fenazaquina	0,011	85,9	0,021	82,7
Fenbuconazol	0,013	98,0	0,024	94,9
Fenhexamida	0,010	80,9	0,021	83,6
<b>Fenitrotiona</b>	0,005	<b>36,7</b>	0,018	70,1
Fenmedifam	0,010	80,8	0,019	73,3
Fenobucarbe	0,012	94,6	0,023	89,3
Fenoxicarbe	0,011	84,7	0,023	90,3
Fenpiroximato	0,013	104,2	0,023	88,6
Fenpropatrina	0,014	106,2	0,023	89,4
Fenpropidina	0,013	105,0	0,024	93,7
Fenpropimorfe	0,013	101,0	0,023	91,5
Fentiona	0,011	88,0	0,021	82,6
Fentiona sulfóxido	0,013	98,1	0,022	87,1
Fentoato	0,012	93,0	0,024	92,1
Fenurom	0,012	96,3	0,023	88,3
<b>Fenvalerato</b>	0,017	<b>132,0</b>	0,025	97,2
Flonicamida	0,010	79,1	0,021	82,1
Fluazifope-p-butílico	0,012	90,1	0,022	85,2
<b>Flubendiamida</b>	0,042	<b>324,7</b>	0,039	<b>151,3b</b>
Flufenacete	0,011	82,3	0,021	83,4
Flufenoxurom	0,014	112,6	0,023	90,3
Fluoxastrabina	0,012	91,6	0,022	86,0
<b>Fluquinconazol</b>	0,006	<b>49,8</b>	0,021	81,7
Flusilazol	0,013	105,0	0,024	95,6
<b>Flusulfamida</b>	0,016	<b>126,1</b>	0,027	104,6
Flutiaceto metílico	0,013	99,8	0,024	94,8
Flutolanil	0,012	93,5	0,022	87,8
Flutriafol	0,013	100,2	0,023	90,6
Fluxaproxade	0,010	81,6	0,021	82,0
Forclorfenurom	0,013	99,1	0,023	88,2
Fosalona	0,010	80,0	0,020	79,8
Fosfamidona	0,012	93,1	0,022	85,0
Fosmete	0,011	89,0	0,022	85,5
Foxim	0,013	102,8	0,024	95,7
Fuberidazol	0,010	78,0	0,020	77,6
Furalaxil	0,011	85,5	0,021	83,7

Tabela 10 – Valores para avaliação de exatidão/taxa de recuperação (continuação)

Substância	N1		N2	
	Conc. (mg/kg)	Rec. (%)	Conc. (mg/kg)	Rec. (%)
Furatiocarbe	0,011	85,8	0,021	81,5
Halofenosídeo	0,013	99,5	0,023	91,5
Heptenofós	0,012	94,4	0,023	89,8
Hexaconazol	0,012	97,3	0,022	85,5
Hexitiazoxi	0,013	104,2	0,022	87,1
Imazalil	0,013	101,0	0,022	84,8
Imazapique	0,011	83,7	0,019	75,6
<b>Imazapir</b>	<b>0,007</b>	<b>56,0</b>	<b>0,014</b>	<b>54,6</b>
Imazaquim	0,013	98,9	0,023	90,6
Imazetapir	0,013	101,7	0,022	87,4
Imazosulfurom	0,015	117,0	0,026	100,4
Imibenconazol	0,012	97,6	0,023	91,7
Imidacloprido	0,012	93,8	0,022	87,3
Indoxacarbe	0,012	93,4	0,023	90,4
Ioxinil	-	-	-	-
Iprovalicarbe	0,012	91,6	0,023	89,4
Isocarbamida	0,012	91,7	0,022	84,6
Isocarbofós	0,011	89,0	0,021	82,0
Isofenofós	0,013	99,9	0,023	88,4
Isoprocarbe	0,011	83,4	0,020	77,8
Isoprotilona	0,012	97,1	0,023	89,2
Isoproturom	0,012	94,2	0,023	90,5
Isoxaflutol	0,015	117,9	0,024	92,5
Isoxationa	0,013	97,9	0,023	90,8
Ivermectina	0,014	110,4	0,023	89,2
Lactofem	0,012	96,3	0,022	86,9
Lambda-cialotrina	0,013	98,9	0,019	75,9
Linurom	0,012	90,9	0,022	87,8
Malationa	0,011	89,1	0,022	84,4
Mandipropamida	0,012	91,3	0,022	85,0
Mefenacete	0,013	98,6	0,023	89,6
Mefosfolam	0,013	101,8	0,024	92,8
Mepanipirim	0,012	97,1	0,023	89,2
Mepronil	0,013	98,3	0,023	90,3
Mesotriona	0,012	93,2	0,021	82,2
Metalaxil-M	0,013	102,0	0,023	89,5
Metamidofós	0,014	111,0	0,026	102,8
Metconazol	0,011	84,8	0,021	83,7
<b>Metfuroxam</b>	<b>0,002</b>	<b>13,5</b>	<b>0,002</b>	<b>9,0</b>
Metidationa	0,012	93,5	0,022	86,9
Metiocarbe	0,011	89,7	0,022	87,6
Metiocarbe sulfona	0,013	97,6	0,022	87,2
Metiocarbe sulfóxido	0,012	91,9	0,023	89,1

Tabela 10 – Valores para avaliação de exatidão/taxa de recuperação (continuação)

Substância	N1		N2	
	Conc. (mg/kg)	Rec. (%)	Conc. (mg/kg)	Rec. (%)
Metobromurom	0,014	106,4	0,023	90,1
Metomil	0,013	98,8	0,025	95,8
<b>Metopreno</b>	0,019	<b>150,9</b>	0,033	<b>128,0</b>
Metoxifenosida	0,012	93,5	0,024	91,9
Metoxurom	0,012	95,1	0,023	90,9
Metrafenona	0,013	97,9	0,023	88,4
Metribuzim	0,012	94,4	0,024	93,6
Metoprotrina	0,012	92,1	0,022	87,1
Metsulfurom metílico	0,011	85,3	0,023	89,7
Mevinfós	0,010	76,5	0,020	79,0
Miclobutanil	0,011	84,6	0,022	86,2
Molinato	0,011	86,0	0,023	88,7
Monalida	0,013	103,2	0,023	90,4
Monocrotofós	0,011	88,0	0,021	83,0
Monolinurom	0,012	94,5	0,022	87,7
<b>Moxidectina</b>	0,006	<b>46,5</b>	0,018	70,9
Neburom	0,010	80,0	0,022	86,7
Nitenpiram	0,014	109,1	0,024	92,2
Norflurazom	0,012	93,0	0,023	88,4
<b>Novalurom</b>	0,005	<b>31,8</b>	0,015	<b>59,4</b>
Nuarimol	0,013	101,5	0,025	97,2
<b>Ometoato</b>	0,003	<b>23,9</b>	0,018	<b>68,7</b>
Oxadiargil	0,010	79,1	0,020	77,5
Oxadixil	0,012	90,1	0,022	84,7
Oxamil	0,012	92,9	0,021	80,8
Oxamil oxima	0,011	86,9	0,020	79,6
Oxicarboxina	0,012	94,8	0,023	88,6
Paclobutrazol	0,012	94,6	0,023	89,9
Pencicurom	0,013	101,3	0,024	92,4
Penconazol	0,012	90,0	0,023	88,6
Pendimetalina	0,012	90,8	0,023	88,2
Permetreina	0,013	103,0	0,025	97,1
Picoxistrobina	0,014	106,6	0,023	91,1
<b>Pimetrozina</b>	0,017	<b>133,2</b>	0,033	<b>127,5</b>
Piperonil butóxido	0,013	98,4	0,024	92,0
Piraclostrobina	0,011	85,2	0,021	83,3
Pirazofós	0,012	91,4	0,021	80,5
Piridabem	0,011	87,9	0,022	85,4
Piridafentiona	0,012	93,5	0,023	88,3
Pirifenoxi	0,012	90,8	0,022	85,4
Pirimetaniil	0,013	98,6	0,023	89,0
Pirimicarbe	0,012	93,3	0,022	86,8
Pirimicarbe desmetil	0,012	90,5	0,021	82,2

Tabela 10 – Valores para avaliação de exatidão/taxa de recuperação (continuação)

Substância	N1		N2	
	Conc. (mg/kg)	Rec. (%)	Conc. (mg/kg)	Rec. (%)
Pirimifós etílico	0,013	100,5	0,024	94,7
Pirimifós metílico	0,012	97,6	0,023	90,5
Piriproxifem	0,012	96,2	0,023	90,8
Procloraz	0,013	102,8	0,023	88,1
Profam	0,015	116,6	0,030	116,8
Profenofós	0,011	88,7	0,021	83,4
Prometom	0,013	98,3	0,022	86,9
Prometrina	0,012	93,5	0,022	86,9
Propanil	0,012	92,1	0,022	86,7
Propargito	0,012	90,3	0,022	84,9
Propazina	0,012	93,7	0,023	89,3
Propiconazol	0,012	93,9	0,022	87,8
Propizamida (Pronamida)	0,011	87,5	0,022	85,1
Propoxur	0,013	97,7	0,023	88,2
Proquinazide	0,013	104,5	0,024	95,1
Protioconazol	0,015	116,6	0,025	96,8
Quinalfós	0,012	96,1	0,022	87,1
Quinoxifem	0,011	84,0	0,022	87,0
Quizalofope-P-etílico	0,014	110,3	0,024	94,4
Rotenona	0,011	88,0	0,023	88,5
Sebutilazina	0,012	96,4	0,023	89,9
Sidurrom	0,012	96,6	0,022	87,7
Simazina	0,013	97,8	0,024	92,4
Simetrina	0,012	91,9	0,023	89,3
Sulfentrazona	0,009	71,6	0,018	71,1
Tebuconazol	0,012	91,8	0,023	88,5
Tebufenosida	0,012	95,3	0,022	86,4
Tebufenpirade	0,010	78,8	0,022	85,5
Tebupirinfós	0,012	93,4	0,022	87,5
Tebutiurrom	0,012	92,4	0,022	87,2
Temefós	0,011	88,7	0,021	81,9
Tepraloxidim 1	0,012	92,3	0,025	97,4
Tepraloxidim 2	0,012	93,7	0,022	85,2
Terbufós	0,012	90,6	0,024	93,7
Terbumetom	0,012	90,7	0,022	85,8
Terbutrina	0,012	95,1	0,023	88,4
Tetraconazol	0,013	102,8	0,024	92,3
Tiabendazol	0,013	104,9	0,025	97,0
Tiacloprido	0,012	91,3	0,022	85,6
Tiametoxam	0,011	83,8	0,022	85,7
<b>Tiobencarbe</b>	0,017	<b>134,8</b>	0,027	105,5
Tiodicarbe	0,010	81,9	0,020	77,6
<b>Tiofanato metílico</b>	0,016	<b>123,7</b>	0,031	<b>120,4</b>

Tabela 10 – Valores para avaliação de exatidão/taxa de recuperação (conclusão)

Substância	N1		N2	
	Conc. (mg/kg)	Rec. (%)	Conc. (mg/kg)	Rec. (%)
Tiofanoxi	0,010	77,0	0,020	78,0
Tiofanoxi sulfona	0,010	78,8	0,018	71,7
Tiofanoxi sulfóxido	0,013	98,3	0,023	89,0
Tolclofós metílico	0,012	90,8	0,019	75,9
<b>Tolifluanida</b>	0,007	<b>52,6</b>	0,014	<b>52,8</b>
Triadimefom	0,012	89,9	0,023	88,6
Triadimenol	0,013	98,9	0,023	88,8
Triazofós	0,012	95,7	0,023	89,6
Triciclazol	0,014	107,4	0,025	96,8
Triclorfom	0,012	92,2	0,022	86,8
Tridemorfe	0,013	103,0	0,023	89,9
Trifloxistrobina	0,012	92,6	0,022	87,7
Triflumizol	0,012	95,1	0,022	86,2
Triflumurom	0,010	77,8	0,021	81,1
Triflusulfurom metílico	0,014	107,5	0,025	97,5
Triforina	0,013	99,9	0,023	88,3
Triticonazol	0,012	95,7	0,022	87,5
Vamidotiona	0,012	91,9	0,021	83,5
Zoxamida	0,013	103,8	0,024	92,3

Nota: agrotóxicos em negrito não estão dentro da faixa de recuperação aceitável (70 a 120 %) em pelo menos um dos níveis analisados.

Fonte: A autora, 2021.

## APÊNDICE G – IDENTIFICAÇÃO E QUANTIFICAÇÃO

Tabela 11 - Avaliação da Razão Sinal/Ruído e determinação do LQM (continua)

Substância	LQM (mg/kg)	Razão Sinal/Ruído	Substância	LQM (mg/kg)	Razão Sinal/Ruído
2,6-Diclorobenzamida	0,014	10,89	Carbendazim	0,012	265,22
3-Hidroxicarbofurano	0,012	5916,77	Carbetamida	0,011	524,03
Acefato	0,013	269,93	Carbofurano	0,012	184,29
Acetamiprido	0,013	703,87	Carboxina	0,010	477,27
Acetocloro	0,012	37,73	Carbutilato	0,013	495,05
Alanicarbe	0,012	523,08	Carfentrazona etílica	0,012	228,41
Aldicarbe sulfona	0,011	1347,56	Carpropamida	0,013	338,75
Aldicarbe sulfóxido	0,012	11,80	Ciazofamida	0,015	80,11
Ametrina	0,013	584,64	Cicloxidine	0,012	103,13
Amicarbazona	0,012	548,81	Ciflufenamida	0,012	181,52
Aminocarbe	0,013	244,23	<b>Ciflutrina</b>	0,014	<b>0,55</b>
Atrazina	0,013	199,49	Cimoxanil	0,012	261,79
<b>Azaconazol</b>	0,013	<b>9,71</b>	Ciprodinil	0,011	82,06
Azametifós	0,013	4266,88	Cletodim	0,015	128,02
Azinfós etílico	0,013	129,98	Clofentezina	0,012	147,54
Azinfós metílico	0,011	2440,94	Clomazona	0,012	562,06
Azoxistrobina	0,014	329,78	Clorantraniliprole	0,011	78,27
Benalaxil	0,014	973,69	Clorbromurom	0,013	92,65
Bendiocarbe	0,011	835,25	Clorfenvinfós	0,013	246,75
Benzoato de emamectina	0,012	945,49	Clorfluazurom	0,013	122,25
Bitertanol	0,013	27,86	Cloroxurom	0,013	10377,44
Boscalida	0,011	30,81	Clorpirifós	0,012	940,40
Bromuconazol	0,011	12,36	<b>Clorpirifós metílico</b>	0,013	<b>4,0</b>
Bupirimato	0,012	920,84	Clotianidina	0,011	99,93
Buprofezina	0,012	1532,41	Coumafós	0,012	131,77
Butacloro	0,013	1950,15	Cresoxim metílico	0,013	146,22
Butocarboxim sulfóxido	0,011	367,07	Daimurom	0,012	234,60
Cadusafós	0,012	76,90	Demeton-S- metílico	0,012	722,90
Carbaril	0,012	269,22	Desmedifam	0,013	11534,54
Diazinona	0,013	1019,01	Etidimurom	0,012	1542,20
Diclorvós	0,012	60,05	Etiofencarbe	0,010	182,78

Tabela 11 – Avaliação da Razão Sinal/Ruído e determinação do LQM (continuação)

Substância	LQM (mg/kg)	Razão Sinal/Ruído	Substância	LQM (mg/kg)	Razão Sinal/Ruído
Dicrotofós	0,012	190,81	Etiofencarbe sulfona	0,012	106,50
Dietofencarbe	0,012	2503,06	Etiona	0,013	97,06
Difenoconazol	0,013	47,28	Etiprole	0,013	248,36
Difenoxurom	0,015	172,30	Etirimol	0,011	370,51
Diflubenzurom	0,012	147,55	Etobenzanida	0,012	58,77
Dimetenamida	0,012	554,10	Etofenproxi	0,012	84,60
Dimetoato	0,012	986,87	Etofumesato	0,012	64,12
Dimetomorfe	0,011	46,68	Etoxazol	0,012	2879,56
Dimoxistrobina	0,012	1004,74	Etrinfós	0,014	957,41
Diniconazol	0,011	406,63	Fenamifós	0,011	143,31
Dioxacarbe	0,012	310,11	Fenarimol	0,012	58,97
Dissulfotom	0,011	302,43	Fenazaquina	0,011	11,13
Diurom	0,012	382,23	Fenbuconazol	0,013	25,53
DMST	0,014	333,04	Fenmedifam	0,010	595,63
Dodemorfe	0,012	677,80	Fenobucarbe	0,012	5678,47
Dodina	0,013	382,82	Fenoxicarbe	0,011	398,74
Epoxiconazol	0,012	187,76	Fenpiroximato	0,013	1647,82
EPTC	0,011	285,03	Fenpropatrina	0,014	58,01
Espineteram	0,013	16811,98	Fenpropidina	0,013	287,46
Espinosade A	0,012	10712,42	Fenpropimorfe	0,013	451,29
Espinosade D	0,015	21398,08	Fentiona	0,011	50,20
Espirodiclofeno	0,012	240,63	Fentoato	0,012	96,87
Espiromesifeno	0,010	266,29	Fenurom	0,012	463,75
Espirotetramato	0,012	106,55	Fluazifope-p-butílico	0,012	10171,19
Espiroxamina	0,012	889,85	Flusilazol	0,013	1072,53
Esprocarbe	0,012	829,58	Flutiaceto metílico	0,013	10,13
Flutolanil	0,012	903,73	Isoproturom	0,012	188,15
Flutriafol	0,013	75,87	Isoxaflutol	0,015	16,72
Fluxapiroxade	0,010	32,99	Isoxationa	0,013	890,96
Forclorfenurom	0,013	1957,88	<b>Ivermectina</b>	0,014	<b>7,89</b>
Fosalona	0,010	162,94	Lactofem	0,012	45,69
Fosfamidona	0,012	1202,23	Linurom	0,012	206,22

Tabela 11 – Avaliação da Razão Sinal/Ruído e determinação do LQM (continuação)

Substância	LQM (mg/kg)	Razão Sinal/Ruído	Substância	LQM (mg/kg)	Razão Sinal/Ruído
Fosmete	0,011	5891,29	Malationa	0,011	1776,60
Foxim	0,013	880,23	Mandipropamida	0,012	612,53
Fuberidazol	0,010	1228,68	Mefenacete	0,013	951,03
Furalaxil	0,011	206,76	Mefosfolam	0,013	3774,73
Furatiocarbe	0,011	1325,16	Mepanipirim	0,012	359,86
Halofenosídeo	0,013	52,25	Mepronil	0,013	1399,04
Heptenofós	0,012	325,26	Mesotriona	0,012	171,06
Hexaconazol	0,012	298,86	Metalaxil-M	0,013	627,46
Hexitiazoxi	0,013	141,38	Metamidofós	0,014	17234,82
Imazalil	0,013	148,42	Metidationa	0,012	234,86
Imazapique	0,011	107,61	Metiocarbe	0,011	5286,23
Imazaquim	0,013	477,71	Metiocarbe sulfona	0,013	337,29
Imzetapir	0,013	811,77	Metiocarbe sulfóxido	0,012	24,70
Imazosulfurom	0,015	225,23	Metobromurom	0,014	537,24
Imibenconazol	0,012	2777,62	Metomil	0,013	141,77
Imidacloprido	0,012	384,67	Metoxifenosida	0,012	276,80
Indoxacarbe	0,012	1191,31	Metoxurom	0,012	1532,11
Iprovalicarbe	0,012	286,94	Metrafenona	0,013	42,44
Isocarbamida	0,012	108,74	<b>Metribuzim</b>	0,012	<b>8,54</b>
Isocarbofós	0,011	50,78	Metroprotrina	0,012	609,04
Isofenofós	0,013	445,90	Metsulfurom metílico	0,011	253,11
Isoprocarbe	0,011	366,84	Mevinfós	0,010	<b>3,01</b>
Isoprotiolona	0,012	423,49	Miclobutanil	0,011	95,11
Molinato	0,011	374,16	Profenofós	0,011	3230,09
Monalida	0,013	66,50	Prometom	0,013	304,75
Monocrotofós	0,011	28,11	Prometrina	0,012	4582,75
Monolinurom	0,012	227,38	Propargito	0,012	360,09
Norflurazom	0,012	1573,42	Propazina	0,012	1669,47
Nuarimol	0,013	391,78	Propiconazol	0,012	196,13
Oxadiargil	0,010	156,82	Propizamida (Pronamida)	0,011	19,08
Oxadixil	0,012	36,27	Propoxur	0,013	323,91
Oxamil	0,012	2478,88	Proquinazide	0,013	2038,94

Tabela 11 – Avaliação da Razão Sinal/Ruído e determinação do LQM (conclusão)

<b>Substância</b>	<b>LQM (mg/kg)</b>	<b>Razão Sinal/Ruído</b>	<b>Substância</b>	<b>LQM (mg/kg)</b>	<b>Razão Sinal/Ruído</b>
<b>Oxamil oxima</b>	0,011	<b>7,96</b>	<b>Protioconazol</b>	0,015	<b>2,26</b>
Oxicarboxina	0,012	538,23	Quinalfós	0,012	235,40
Paclobutrazol	0,012	637,68	Quinoxifem	0,011	887,40
Pencicuirom	0,013	5342,12	Quizalofope-P- etílico	0,014	1843,21
Penconazol	0,012	3502,17	Rotenona	0,011	152,00
Pendimetalina	0,012	103,45	Sebutilazina	0,012	157,79
<b>Permetrina</b>	0,013	<b>4,03</b>	Sidurom	0,012	6486,00
Picoxistrobina	0,014	1493,90	Simazina	0,013	1136,31
Piperonil butóxido	0,013	47551,21	Simetrina	0,012	360,59
Pirazofós	0,012	249,02	Tebuconazol	0,012	827,21
Piridabem	0,011	568,21	Tebufenosida	0,012	1511,42
Piridafentona	0,012	530,71	Tebufenpirade	0,010	59,57
Pirifenoxi	0,012	210,19	Tebupirinfós	0,012	3240,22
Pirimetanil	0,013	183,89	Tebutiuirom	0,012	29,31
Pirimicarbe	0,012	163,31	Temefós	0,011	4296,34
Pirimicarbe desmetil	0,012	242,92	Tepraloxidim 1	0,012	16,24
Pirimifós etílico	0,013	318,83	Tepraloxidim 2	0,012	12,95
Pirimifós metílico	0,012	876,61	Terbufós	0,012	2726,84
Piriproxifem	0,012	51833,61	Terbumetom	0,012	487,25
Procloraz	0,013	66,85	Terbutrina	0,012	616,94
<b>Profam</b>	0,015	<b>5,20</b>	Tetraconazol	0,013	238,02
Tiabendazol	0,013	275,39	Triciclazol	0,014	398,65
Tiacloprido	0,012	1293,14	Triclorfom	0,012	218,58
Tiametoxam	0,011	810,99	Trifloxistrobina	0,012	819,10
Tiodicarbe	0,010	4369,49	Triflumizol	0,012	848,12
Tiofanoxi	0,010	512,94	Triflulsulfurom metílico	0,014	2276,94
Tiofanoxi sulfona	0,010	200,15	<b>Triforina</b>	0,013	<b>1,09</b>
Tiofanoxi sulfóxido	0,013	24,67	Triticonazol	0,012	109,21
Triadimefom	0,012	153,61	Vamidotiona	0,012	6918,36
<b>Triadimenol</b>	0,013	<b>5,86</b>	Zoxamida	0,013	209,42
Triazofós	0,012	1089,14			

Fonte: Adaptado de INCQS, 2021.

Nota: Agrotóxicos em negrito apresentaram razão sinal/ruído < 10.

## APÊNDICE H – AGROTÓXICOS VALIDADOS EM MELANCIA

Quadro 5 - IA validados na matriz melancia (continua)

2,6-Diclorobenzamida	Cicloxidine	DMST	<b>Fenpropratrina</b>	Isocarbofós	Monocrotofós
3-Hidroxicarbofurano	Ciflufenamida	Dodemorfe	Fenpropidina	Isofenofós	Monolinurom
Acefato	<b>Cimoxanil</b>	Dodina	Fenpropimorfe	Isoprocarbe	Neburom
<b>Acetamiprido</b>	<b>Ciproconazol</b>	Epoxiconazol	Fentiona	Isoprotiolona	Nitenpiram
Acetocloro	Ciprodinil	EPTC	Fentoato	Isoproturom	Norflurazom
Alanicarbe	<b>Cletodim</b>	Espinetoram	Fenurom	Isoxaflutol	Nuarimol
Aldicarbe sulfona	Clofentezina	<b>Espinosade A</b>	Fluazifope-p-butílico	Isoxationa	Oxadiargil
Aldicarbe sulfóxido	Clomazona	<b>Espinosade D</b>	Flufenacete	Ivermectina	Oxadixil
Ametrina	<b>Clorantraniliprole</b>	Espirodiclofeno	Fluoxastrabina	Lactofem	Oxamil
Amicarbazona	Clorbromurom	<b>Espiromesifeno</b>	Flusilazol	Linurom	Oxamil oxima
Aminocarbe	Clorfenvinfós	Espirotetramato	Flutiaceto metílico	Malationa	Oxicarboxina
Atrazina	Clorfluazurom	Espiroxamina	Flutolanil	<b>Mandipropamida</b>	Paclobutrazol
Azametifós	Cloroxurom	Esprocarbe	<b>Flutriafol</b>	Mefenacete	Pencicurorom
Azinfós etílico	Clorpirifós	Etidimurom	<b>Fluxaproxade</b>	Mefosfolam	Penconazol
Azinfós metílico	Clorpirifós metílico	Etiofencarbe	Forclorfenurom	Mepanipirim	Pendimetalina
<b>Azoxistrobina</b>	Clotianidina	Etiofencarbe sulfona	Fosalona	Mepronil	Permetrina
Benalaxil	Coumafós	Etiona	Fosfamidona	Mesotriona	Picoxistrobina
Bendiocarbe	<b>Cresoxim metílico</b>	Etiprole	Fosmete	<b>Metalaxil-M</b>	Piperonil butóxido
Benzoato de emamectina	Daimurom	Etirimol	Foxim	Metamidofós	<b>Piraclostrobina</b>
Bitertanol	Demeton-S-metílico	Etobenzanida	Fuberidazol	<b>Metconazol</b>	Pirazofós
<b>Boscalida</b>	Desmedifam	Etofenproxi	Furalaxil	Metidationa	<b>Piridabem</b>
Bromuconazol	Diazinona	Etofumesato	Furatiocarbe	Metiocarbe	Piridafentiona
Bupirimato	Diclorvós	Etoprofós	Halofenosídeo	Metiocarbe sulfona	Pirifenoxi
<b>Buprofezina</b>	Dicrotofós	Etoxazol	Heptenofós	Metiocarbe sulfóxido	<b>Pirimetanil</b>
Butacloro	Dietofencarbe	Etrinfós	Hexaconazol	Metobromurom	Pirimicarbe
Butocarboxim sulfóxido	<b>Difenoconazol</b>	<b>Famoxadona</b>	Hexitiazoxi	Metomil	Pirimicarbe desmetil
Cadusafós	Difenoxurom	Fenamidona	<b>Imazalil</b>	Metoxifenosida	Pirimifós etílico
Carbaril	Diflubenzurom	Fenamifós	Imazapique	Metoxurom	Pirimifós metílico
<b>Carbendazim</b>	Dimetenamida	<b>Fenarimol</b>	Imazaquim	Metrafenona	<b>Piriproxifem</b>
Carbetamida	Dimetoato	Fenazaquina	Imazetapir	Metribuzim	Procloraz
Carbofurano	Dimetomorfe	Fenbuconazol	Imazosulfurom	Metsulfurom metílico	Profam
Carboxina	Dimoxistrobina	Fenhexamida	<b>Imibenconazol</b>	Metroprotrina	<b>Profenofós</b>
Carbutilato	Diniconazol	Fenmedifam	<b>Imidacloprido</b>	Mevinfós	Prometom
Carfentrazona etílica	Dioxacarbe	Fenobucarbe	<b>Indoxacarbe</b>	Miclobutanil	Prometrina
Carpropamida	Dissulfotom	Fenoxicarbe	Iprovalicarbe	Molinato	Propargito
Ciazofamida	Diurom	Fenpiroximato	Isocarbamida	Monalida	Propazina

Fonte: A autora, 2021.

Quadro 5 - IA validados na matriz Melancia (conclusão)

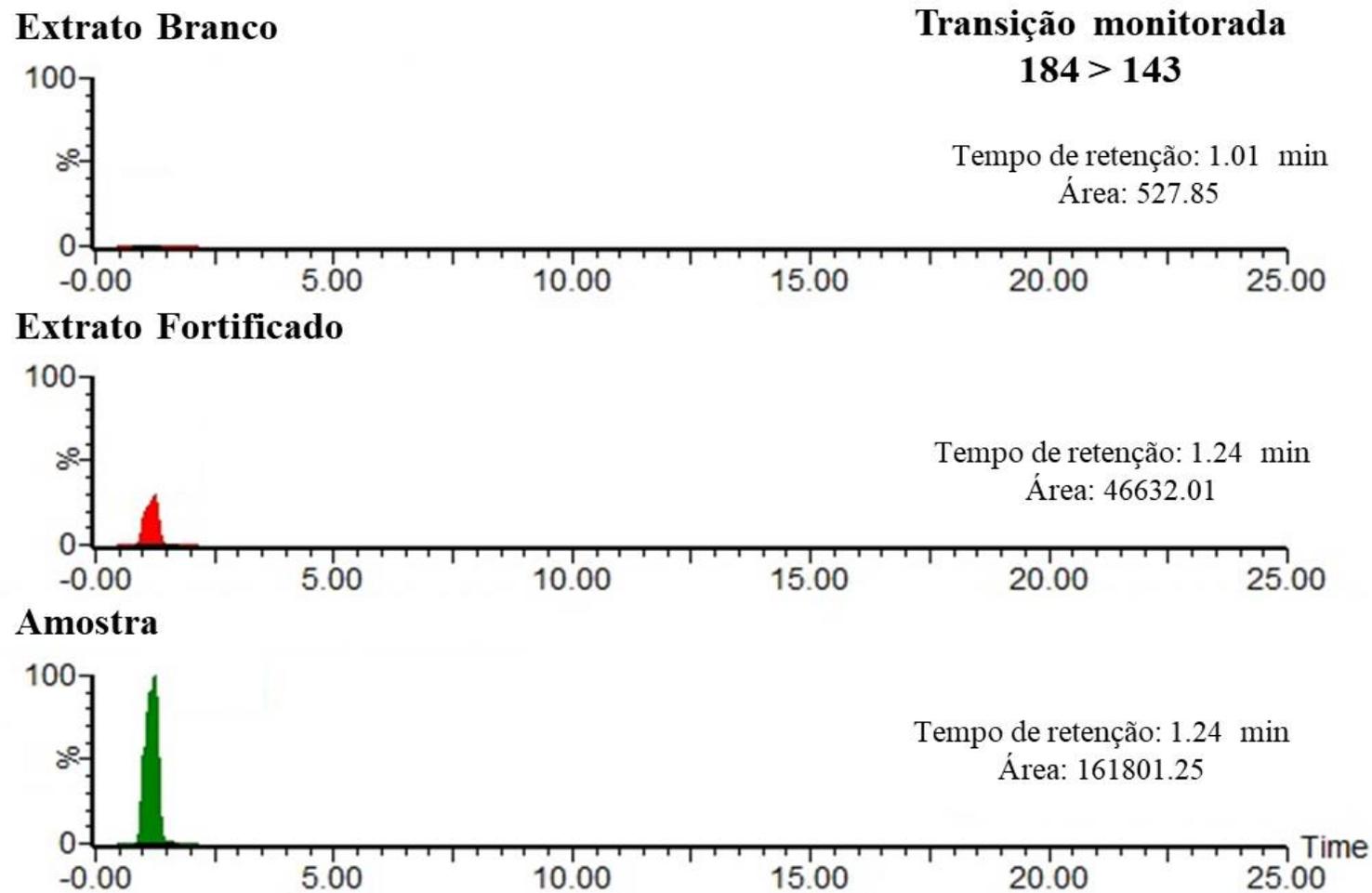
Propiconazol	Rotenona	Tebupirinfós	<b>Tetraconazol</b>	Triadimefom	Triflissulfurom metílico
Propizamida (Pronamida)	Sebutilazina	Tebutiurum	<b>Tiabendazol</b>	Triadimenol	Triforina
Proquinazide	Sidurum	Temefós	<b>Tiacloprido</b>	Triazofós	Triticonazol
Propoxur	Simazina	Tepraloxidim 1	<b>Tiametoxam</b>	Triciclazol	Vamidotiona
Protioconazol	Simetrina	Tepraloxidim 2	Tiodicarbe	Triclorfom	Zoxamida
Quinalfós	<b>Tebuconazol</b>	Terbufós	Tiofanoxi	Tridemorfe	
Quinoxifem	Tebufenosida	Terbumetom	Tiofanoxi sulfona	Trifloxistrobina	
Quizalofope-P-eflico	Tebufenpirade	Terbutrina	Tiofanoxi sulfóxido	Triflumizol	

Legenda: substâncias em negrito possuem uso autorizado no cultivo de melancia.

Fonte: Adaptado de INCQS, 2021.

**APÊNDICE I – EXEMPLO ACEFATO: COMPARAÇÃO DE SINAIS**

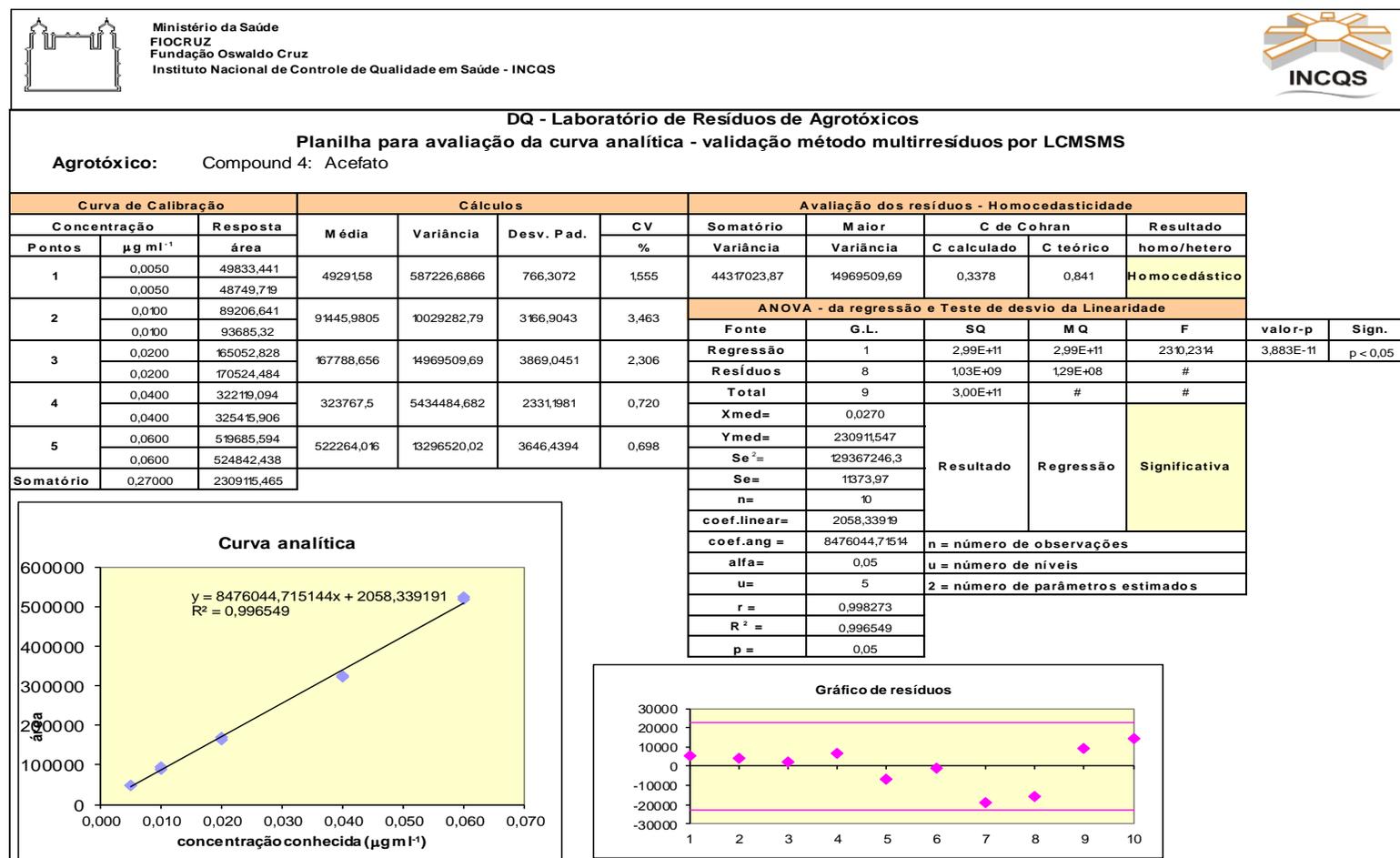
Figura 7 - Comparação do sinal observado no extrato branco, fortificado e amostra – exemplo acefato



Fonte: A autora, 2021.

## APÊNDICE J – PLANILHA DE AVALIAÇÃO DA CURVA ANALÍTICA

Figura 8 - Planilha usada na avaliação da curva analítica – Exemplo Acefato



Fonte: CARDOSO et al., 2010.