

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

Jhessica Nayara Martins

**AGROTÓXICOS EM FEIJÃO: OTIMIZAÇÃO, VALIDAÇÃO E APLICAÇÃO DE
MÉTODO ANALÍTICO MULTIRRESÍDUO**

Rio de Janeiro

2020

Jhessica Nayara Martins

AGROTÓXICOS EM FEIJÃO: OTIMIZAÇÃO, VALIDAÇÃO E APLICAÇÃO DE
MÉTODO ANALÍTICO MULTIRRESÍDUO

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

2020

Catálogo na Fonte

Instituto Nacional de Controle de Qualidade em Saúde

Biblioteca

Martins, Jhessica Nayara

Agrotóxicos em feijão: otimização, validação e aplicação de método analítico multirresíduo. / Jhessica Nayara Martins. - Rio de Janeiro: INCQS/FIOCRUZ, 2020.

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

Monografia (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, 2020.

Tutora: Lucia Helena Pinto Bastos.

Preceptora: Maria Helena Wohlers Morelli Cardoso.

Preceptora: Angélica Castanheira de Oliveira.

Bibliografia: Inclui Bibliografias.

1. Fabaceae. 2. Agroquímicos. 3. Estudos de Validação. I. Título.

Pesticides in beans: optimization, validation and application of multiresidue analytical method.

Jhessica Nayara Martins

AGROTÓXICOS EM FEIJÃO: OTIMIZAÇÃO, VALIDAÇÃO E APLICAÇÃO DE
MÉTODO ANALÍTICO MULTIRRESÍDUO

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: ____/____/____

BANCA EXAMINADORA

Armi Wanderley da Nóbrega (Doutor)

Instituto Nacional de Controle de Qualidade em Saúde

Bernardete Ferraz Spisso (Doutora)

Instituto Nacional de Controle de Qualidade em Saúde

Lucia Helena Pinto Bastos (Doutora) - Tutora

Instituto Nacional de Controle de Qualidade em Saúde

Angélica Castanheira de Oliveira (Mestre) - Preceptora

Instituto Nacional de Controle de Qualidade em Saúde

Maria Helena Wohlers Morelli Cardoso (Doutora) - Preceptora

Instituto Nacional de Controle de Qualidade em Saúde

AGRADECIMENTOS

Gostaria de agradecer primeiramente a Deus por me dar força e sabedoria para fazer minhas escolhas e seguir em frente;

Aos meus pais, Sergio Martins e Ivanilde Martins, por terem financiado meus estudos quando criança e sempre me incentivar;

Ao meu marido, Alexei Rocha, pelo apoio, incentivo e companheirismo nos momentos mais difíceis;

À minha irmã, Layza Martins, por me inspirar a buscar ser um bom exemplo;

À minha tutora e preceptoras, Lucia Helena P. Bastos, Maria Helena W. M. Cardoso e Angélica C. Oliveira. Obrigada por me escolher para fazer parte da equipe, pela amizade, paciência, confiança e pelas orientações profissionais;

Às minhas amigas do Setor de Resíduos de Agrotóxicos que foram essenciais na minha adaptação ao trabalho: Rafaela Mendonça, Thaiz Santana, Nathália Soares, Luisa Quintão, Mariana Bezerra e Thaiany Silva. Agradeço pela colaboração e pela amizade;

À pós-graduação do INCQS pela oportunidade e por me receber muito bem;

Ao Ministério da Saúde pela bolsa concedida;

A todos os amigos que conheci na residência por confiar em mim como representante, por compartilhar seus conhecimentos e tornar essa jornada mais divertida;

Ao corpo docente do curso por todo conhecimento compartilhado dentro e fora de sala de aula;

Aos funcionários do INCQS que me acolheram, desde a direção aos funcionários da limpeza;

Ao INCQS como um todo por promover um ambiente de trabalho leve e receptivo ao passo em que investe em capacitação profissional e se mantém como uma instituição de excelência.

Muito obrigada!

RESUMO

O feijão compõe a base do cardápio brasileiro sendo fonte de proteínas, vitaminas, minerais e outros nutrientes, podendo contribuir na redução da incidência de doenças como anemia e desnutrição. O Brasil é o segundo maior produtor mundial de feijão, sendo cerca de 90 % dessa produção destinada ao consumo interno. Durante o cultivo de feijão, agrotóxicos podem ser utilizados em qualquer etapa de desenvolvimento e parte da planta, sendo autorizados cerca de 130 ingredientes ativos (IA) pela Agência Nacional de Vigilância Sanitária (ANVISA) para essa cultura. A preocupação com a exposição aos agrotóxicos é crescente devido a estudos que relacionam a exposição crônica a esses resíduos com possíveis efeitos adversos à saúde. Há ainda relatos do uso de agrotóxicos em desacordo com a legislação, seja pelo uso de quantidades acima do permitido, em culturas não autorizadas, ou até mesmo, de substâncias proibidas. Esses dados enfatizam a importância de programas de monitoramento efetivo e métodos analíticos abrangentes. Para assegurar que uma metodologia está adequada deve-se validar a mesma. Sendo assim, o presente trabalho propôs otimizar e validar um método quantitativo para análise de resíduos de agrotóxicos em feijão baseado na extração QuEChERS (sigla em inglês para rápido, fácil, barato, eficaz, robusto e seguro) e análise por cromatografia líquida de ultra eficiência acoplada à espectrometria de massas sequencial (CLUE-EM/EM). Os parâmetros avaliados na validação seguiram os critérios Documento de Orientação SANTE/11813/2017, sendo possível validar 201 agrotóxicos dos 295 avaliados. Após a validação foram analisadas amostras de feijão disponíveis no mercado varejista a fim de implementar o método estudado e verificar se as amostras estavam de acordo com o preconizado pela legislação. Ao todo, foram analisadas 16 amostras de feijão das variedades preto, carioca, fradinho e mulatinho. Dessas amostras, 3 foram insatisfatórias por apresentar resíduos de substâncias não autorizadas (Piperonil Butóxido e Pirimifós Metílico), 75 % das amostras apresentaram resíduos de Carbendazim e um quarto do total de amostras analisadas apresentaram resíduos de mais de um tipo de agrotóxico diferente. Apenas 2 amostras não apresentaram nenhum resíduo das substâncias analisadas.

Palavras-Chave: Feijão. Agrotóxico. Validação. QuEChERS. CLUE-EM/EM.

ABSTRACT

Beans are part of Brazilian menu basis. They are source of proteins, vitamins, minerals and other nutrients, which can reduce the incidence of diseases such as anemia and malnutrition. Brazil is the second largest beans producer in the world and around 90 % of this production is destined for internal consumption. During beans cultivation, pesticides can be used at any stage of development and part of the plant. There are about 130 active ingredients (IA) authorized by the 'Agência Nacional de Vigilância Sanitária' (ANVISA) for use in beans cultures. The concern about pesticides exposure is growing due to studies that relate chronic exposure to these chemicals with possible adverse health effects. In addition, there are reports of pesticides use in disagreement with the legislation, whether due to the use of amounts higher than authorized by legislation, the use in unauthorized crops, or even to the use of prohibited substances. These data emphasize the importance of effective monitoring programs and wide analytical methodologies. To ensure that a methodology is adequate, it must be validated. Thus, the present work proposed to optimize and validate a quantitative method for pesticides residues analysis in beans based on QuEChERS extraction (quick, easy, cheap, effective, rugged and safe) and analysis by ultra performance liquid chromatography - tandem mass spectrometer (UPLC-MS/MS). The parameters evaluated in the validation followed the criteria established by the Guidance Document SANTE/11813/2017 and it was possible to validate 201 pesticides from the 295 evaluated. After the validation, beans samples available at retail markets were analyzed in order to implement the method studied and verify if the samples were in accordance with the legislation recommendations. Altogether were analysed 16 beans samples of the variations: black, 'carioca', 'fradinho' and 'mulatinho'. Of these samples, 3 were unsatisfactory because they presented residues of unauthorized substances (Piperonyl Butoxide and Pirimiphos Methyl), 75% of the samples had residues of Carbendazim and a quarter of the total of analyzed samples had residues of more than one different type of pesticide. Only 2 samples did not show any residue of the analyzed substances.

Keywords: Beans. Pesticide. Validation. QuEChERS. UPLC-MS/MS.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1- Consumo mundial de agrotóxicos (1990 a 2017).....	12
Figura 2- Gráfico de Consumo de Agrotóxicos no Brasil (2000 a 2018)	12
Figura 3- Mapa de Casos de Intoxicação, no Brasil, por Agrotóxicos de Uso Agrícola (2007 a 2014).....	15
Figura 4- Esquema representativo das condições de processamento testadas	22
Figura 5- Esquema representativo da extração pelo QuEChERS adaptado.....	22
Figura 6- Espinosade A e D	23
Figura 7- 1ª Etapa do processo de validação – Definição dos parâmetros de desempenho.....	24
Figura 8- 2ª Etapa do processo de validação – Análise dos parâmetros definidos..	24
Figura 9- Gráfico de satisfatoriedade das amostras.....	37
Figura 10- Gráfico de número de resíduos por amostra.....	37
Figura 9- Cromatogramas do Pirimifós Metílico	40

LISTA DE QUADROS

Quadro 1 – Solventes e reagentes utilizados nos processos de extração e análise das amostras.....	21
Quadro 2 – Concentração das soluções usadas nos pontos da curva.....	25
Quadro 3 – Concentrações de fortificação.....	27
Quadro 4 – Características das amostras de feijão analisadas.....	28
Quadro 5 – Substâncias validadas na matriz feijão (201 agrotóxicos).....	32
Quadro 6 – Resumo dos resultados das amostras analisadas.....	34
Quadro 7 – Informações sobre os IAs detectados.....	35

LISTA DE SIGLAS

ACN	Acetonitrila
ANOVA	Análise de Variância
ANVISA	Agência Nacional de Vigilância Sanitária
AOAC	<i>Association of Official Analytical Chemists</i>
CL	Cromatografia Líquida
CLUE-EM/EM	Cromatografia Líquida de Ultra Eficiência Acoplada à Espectrometria de Massas Sequencial
CV	Coeficiente de Variação
EM	Espectrometria de Massas
EMBRAPA	Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária
EM/EM	Espectrometria de Massas Sequencial
ESI	Ionização por <i>Electrospray</i>
EUA	Estados Unidos da América
FAO	<i>Food and Agriculture Organization of the United Nations</i>
GHS	<i>Globally Harmonized System of Classification and Labeling of Chemicals</i>
IA	Ingrediente Ativo
IBAMA	Instituto Brasileiro de Meio Ambiente e dos Recursos Naturais Renováveis
INMETRO	Instituto Nacional de Metrologia, Qualidade e Tecnologia
LDM	Limite de Detecção do Método
LMR	Limite Máximo de Resíduos
LQM	Limite de Quantificação do Método
MAPA	Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento
MMQO	Método dos Mínimos Quadrados Ordinários
MRM	Monitoramento de Reações Múltiplas
NA	Não Autorizado para a cultura
NR	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 ²	Coefficiente de Determinação
SR	Sem Resposta
UE	União Europeia
UF	Unidade Federativa

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	11
1.1 O feijão no Brasil	11
1.2 Panorama brasileiro de consumo de agrotóxicos	12
1.3 Riscos de exposição aos agrotóxicos.....	14
1.4 O método QuEChERS	16
1.5 CLUE-EM/EM.....	17
1.6 Validação.....	17
1.7 Justificativa.....	19
2 OBJETIVOS	19
2.1 Objetivo geral	19
2.2 Objetivos específicos.....	20
3 METODOLOGIA	20
3.1 Condições gerais de trabalho	20
3.1.1 Equipamentos	20
3.1.2 Solventes e reagentes.....	21
3.2 Otimização do processamento	22
3.3 Otimização da extração	22
3.4 Análise por CLUE-EM/EM	23
3.5 Validação.....	23
3.5.1 Seletividade.....	25
3.5.2 Efeito matriz	25
3.5.3 Intervalo de trabalho e linearidade	25
3.5.4 Precisão / Repetibilidade e Exatidão / Taxa de recuperação	26
3.5.4.1 <u>Precisão / Repetibilidade</u>	27
3.5.4.2 <u>Exatidão / Taxa de recuperação</u>	28
3.5.5 LQM e LDM	28
3.6 Análise das amostras.....	28
4 RESULTADOS E DISCUSSÃO	29
4.1 Otimização do processamento	29
4.2 Otimização da extração	30
4.3 Análise por CLUE-EM/EM	30
4.4 Validação.....	30

4.4.1 Seletividade.....	30
4.4.2 Intervalo de trabalho e linearidade	30
4.4.3 Precisão / Repetibilidade.....	31
4.4.4 Taxa de recuperação.....	32
4.4.5 LQM e LDM	32
4.4.6 Ingredientes ativos validados	32
4.5 Análise das amostras.....	34
5 CONCLUSÃO	42
REFERÊNCIAS.....	43
APÊNDICE A - Lista de agrotóxicos avaliados na validação e sua situação legal no país	49
APÊNDICE B – Transições monitoradas	55
APÊNDICE C – Resultados da avaliação de r e R²	61
APÊNDICE D – Resultados da avaliação da precisão	66
APÊNDICE E – Resultados da avaliação da exatidão	72
APÊNDICE F – Resultados da avaliação da razão sinal/ruído.....	82
ANEXO A - “Tolerância de defeitosexpressos em % do peso e respectivo enquadramento do produto”	87
ANEXO B - Principais pragas e doenças que acometem do feijão de acordo com a fase vegetativa	88
ANEXO C - “Classes toxicológicas do GHS”	89

1 INTRODUÇÃO

1.1 O feijão no Brasil

O feijão compõe a base do cardápio brasileiro, sendo um produto de baixo custo e grande oferta. Além disso, é fonte de proteínas, vitaminas, minerais e outros nutrientes, podendo reduzir a incidência de doenças como anemia e desnutrição (LOVATO *et al.*, 2017).

O feijão é classificado em dois grupos de acordo com a espécie. O Grupo I se refere à espécie *Phaseolus vulgaris* L., denominada “feijão comum” e o Grupo II corresponde à espécie *Vigna unguiculata* (L) Walp, conhecida como “feijão-caupi” ou “feijão-de-corda”. Ambos são subdivididos em quatro classes: branco, preto, cores e misturado. A tipagem do feijão, detalhada no ANEXO A, é definida de acordo com a tolerância de defeitos dos grãos (BRASIL, 2008).

Segundo dados de 1994 a 2017, o Brasil é o segundo maior produtor mundial de feijão (FAOSTAT, 2019a). Nos últimos vinte anos foram produzidas em média cerca de 3 milhões de toneladas por ano, sendo em torno de 90% dessa produção destinada ao consumo interno (CONAB, 2019).

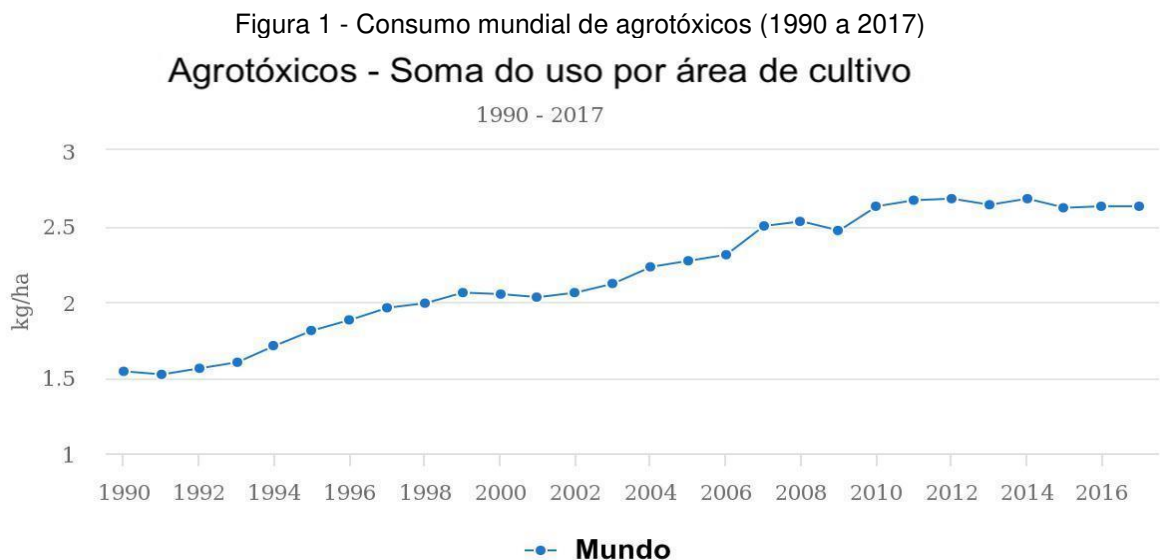
O feijoeiro é uma planta de ciclo curto e resistente a variações hídricas, podendo ser cultivado em todas as regiões do país em três safras anuais (COÊLHO, 2018). Mesmo apresentando essas vantagens, o cultivo de feijão costuma estar associado a diversas espécies de moluscos e artrópodes, uma vez que o clima brasileiro é propício para proliferação de pragas (QUINTELA, 2001). O ANEXO B apresenta um esquema ilustrativo das principais pragas e doenças que acometem o feijão de acordo com sua fase vegetativa.

A fim de proteger a plantação e acelerar o cultivo é comum o uso de agrotóxicos na agricultura (PIGNATI, *et al.*, 2017). Existem cerca de 500 ingredientes ativos (IA) registrados na Agência Nacional de Vigilância Sanitária (ANVISA), sendo em torno de 130 autorizados para uso na cultura do feijão (ANVISA, 2019c).

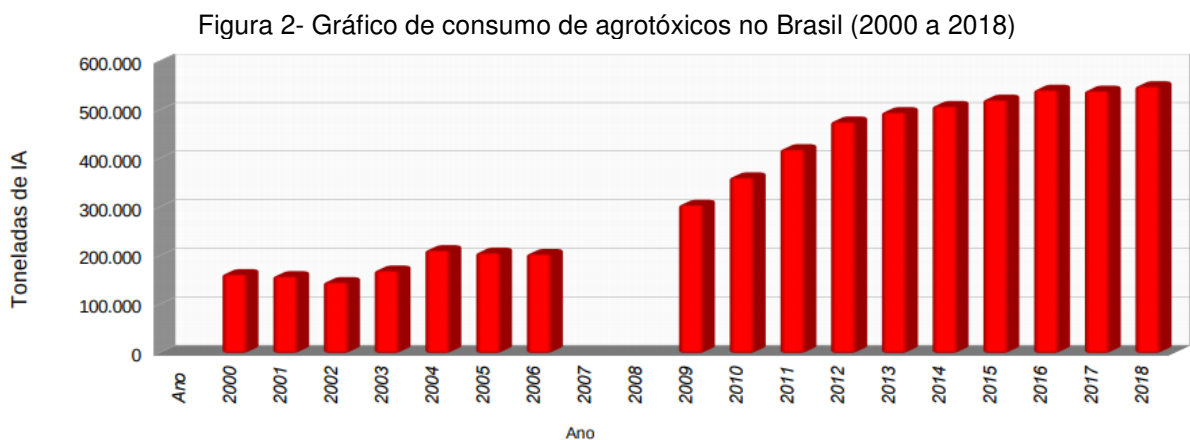
A agricultura extensiva e o uso indiscriminado de produtos químicos ocasionam a redução de organismos benéficos e a resistência de pragas, levando ao uso de produtos mais tóxicos, doses maiores e misturas de substâncias (QUINTELA, 2001).

1.2 Panorama brasileiro de consumo de agrotóxicos

O levantamento feito pela FAO (*Food and Agriculture Organization of the United Nations*) entre 1990 e 2017 aponta um aumento na quantidade de agrotóxicos consumidos mundialmente (Figura 1), sendo o Brasil um dos líderes mundiais de consumo em termos absolutos (FAOSTAT, 2019b), ultrapassando 500 mil toneladas de produtos em 2014 (Figura 2; IBAMA, 2019). O consumo em massa de agrotóxicos teve início com a chegada da Revolução Verde na década de 1960, ganhando impulso na década de 1970 com a implantação do Programa Nacional de Defensivos Agrícolas (PNDA) que incentivou a utilização dessas substâncias a fim de impulsionar a agricultura (LOPES; ALBUQUERQUE, 2018).



Fonte: Adaptado de FAOSTAT, 2019b.



Fonte: IBAMA, 2019. Nota: não há dados de 2007 e 2008.

O termo “agrotóxico” foi definido na legislação brasileira em 1989 com a Lei 7.802, conhecida como Lei dos Agrotóxicos, como:

“Produtos e agentes de processos físicos, químicos ou biológicos, (...) cuja finalidade seja alterar a composição da flora ou da fauna, a fim de preservá-las da ação danosa de seres vivos considerados nocivos, bem como as substâncias e produtos empregados como desfolhantes, dessecantes, estimuladores e inibidores de crescimento” (BRASIL, 1989).

A Lei dos Agrotóxicos é regulamentada pelo Decreto 4.074 de 2002 que define o IA como “agente químico, físico ou biológico que confere eficácia aos agrotóxicos e afins”. Cada IA possui um Limite Máximo de Resíduo (LMR) definido como “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” (BRASIL, 2002).

Os agrotóxicos são classificados de acordo com os riscos que oferece e seu potencial carcinogênico. Compete à ANVISA avaliar os riscos à saúde, bem como determinar os LMRs para cada IA. Em agosto de 2019 foi publicada uma reclassificação toxicológica (ANEXO C) dos agrotóxicos já registrados no Brasil, agora seguindo padrões GHS (*Globally Harmonized System of Classification and Labeling of Chemicals*) a fim de harmonizar as regras com países da União Europeia (UE) e Ásia. Quase 2 mil produtos foram analisados e 99% deles foram reclassificados (ANVISA, 2019d).

O uso indiscriminado de agrotóxicos oferece riscos ao trabalhador rural e aos moradores dos arredores de áreas de cultivo. Além disso, também pode causar danos à saúde dos consumidores ao ingerir cronicamente resíduos destes produtos em alimentos, o que torna importante o seu monitoramento (LOPES; ALBUQUERQUE, 2018).

No Brasil existem dois programas que monitoram resíduos de agrotóxicos em alimentos, o Programa de Análise de Resíduos de Agrotóxicos (PARA), criado em 2001 pela ANVISA e oficializado em 2003 com a RDC nº 119/03 (ANVISA, 2003) e o Plano Nacional de Controle de Resíduos e Contaminantes em Produtos de Origem Vegetal (PNCRC/VEGETAL), criado em 2006 pelo Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento (MAPA) e instituído em 2008 com a IN nº 42/08 (BRASIL, 2008).

Os resultados mais recentes de monitoramento de feijão do PARA são relativos ao período de 2013 a 2015 quando foram pesquisados 207 agrotóxicos em 764 amostras, sendo 55 insatisfatórias (ANVISA, 2016). Já o PNCRC/VEGETAL vinha obtendo 100 % de satisfatoriedade até o ano 2015 quando ampliou o número de amostras e de substâncias analisadas (BRASIL, 2016). Desde então o percentual de amostras insatisfatórias vem crescendo, chegando a cerca de 30 % em 2018 (BRASIL, 2019). Contudo, o PNCRC/VEGETAL analisa em média 40 amostras de feijão por ano desde quando começou a monitorar este alimento, em 2010 (BRASIL, 2011, 2013a, 2013b, 2015, 2016, 2019).

Sendo assim, essas análises não podem ser consideradas representativas do cenário brasileiro atual, tendo em vista a larga produção de feijão e o grande número de IAs registrados na ANVISA. Além disso, vem sendo relatado o uso de substâncias banidas e sem registro (ANVISA, 2016; BRASIL, 2019) que possivelmente são contrabandeadas.

1.3 Riscos de exposição aos agrotóxicos

A exposição aos agrotóxicos pode ocorrer por diferentes fontes: ingestão de alimentos com resíduos, ingestão de água contaminada pelo ambiente, trabalho direto com esses produtos ou residir próximo a áreas de cultivo que são pulverizadas (YE, 2017). Existem ainda substâncias capazes de atravessar a barreira placentária e as glândulas mamárias, expondo neonatos e crianças que ainda nem nasceram (SMADI; JAMMOUL; EL DARRA, 2019; YIN *et al.* 2019).

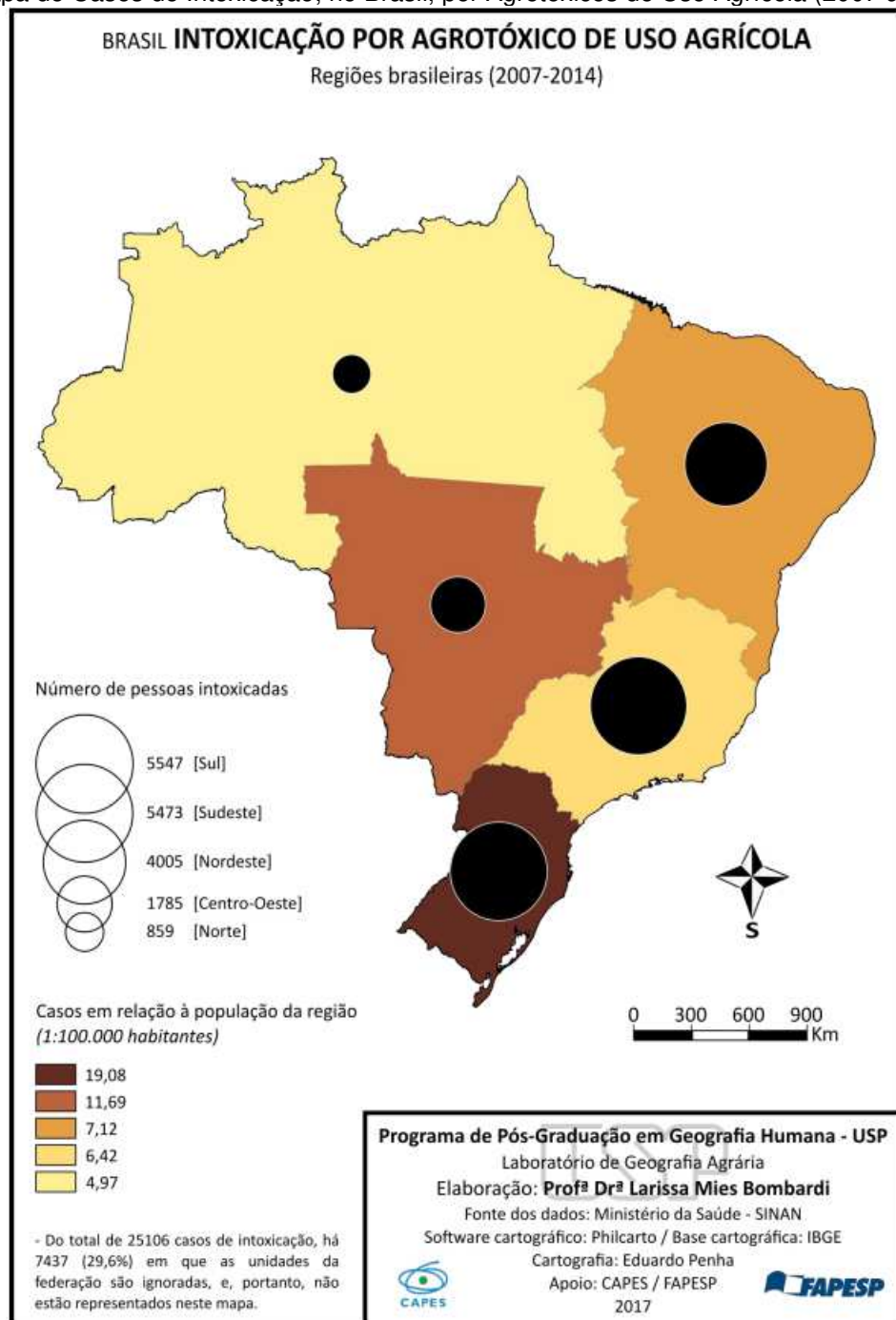
Evidências apontam que a exposição aos agrotóxicos está relacionada a diversos problemas de saúde, como câncer, teratogenia, imunodepressão, mal de Parkinson, infertilidade e distúrbios endócrinos, neurológicos e mentais (MOSTAFALOU; ABDOLLAHI, 2013; LOPES; ALBUQUERQUE, 2018).

Entretanto, muitos dos estudos avaliam a exposição a apenas uma substância. Tal situação não representa a realidade, pois um único alimento pode conter resíduos de mais de um IA (LOPES; ALBUQUERQUE, 2018). O PARA, por exemplo, já reportou a presença de até 11 IAs em uma mesma amostra (ANVISA, 2016) e ainda não está claro o impacto que essas associações podem causar.

A Figura 3 apresenta um mapa de casos relatados de intoxicação por agrotóxicos de uso agrícola no período de 2007 a 2014. Em relação ao número de

habitantes, as regiões com maior número de casos são respectivamente Sul, Centroeste e Nordeste. É importante ressaltar que a figura representa apenas os casos relatados e ainda existe muita subnotificação de dados. Na busca da redução dos casos de intoxicação é importante a orientação dos agricultores e o monitoramento nacional dos alimentos consumidos pela população com técnicas analíticas que emitam resultados de qualidade (BOMBARDI, 2017).

Figura 3 - Mapa de Casos de Intoxicação, no Brasil, por Agrotóxicos de Uso Agrícola (2007 a 2014)



Fonte: BOMBARDI, 2017.

1.4 O método QuEChERS

A complexidade da composição dos alimentos gera dificuldades na análise de resíduos de agrotóxicos. O desenvolvimento de métodos multirresíduos reduziu essas limitações permitindo analisar adequadamente um grande número de substâncias. O método QuEChERS (do inglês, *quick, easy, cheap, effective, rugged and safe* que significa, rápido, fácil, barato, eficaz, robusto e seguro), além de apresentar essas vantagens apresentadas no próprio nome, possibilita a exploração de técnicas analíticas mais modernas como a cromatografia líquida de ultra eficiência acoplada à espectrometria de massas sequencial (CLUE-EM/EM) (PRESTES; ADAIME; ZANELLA, 2011).

Este método foi introduzido por Anastassiades *et al.* (2003) e é baseado na extração com acetonitrila e partição com a adição de sais. Em 2005 Lehotay e colaboradores adaptaram a metodologia ao perceber que o tamponamento ácido com acetato de sódio melhorava a recuperação de IAs que possuíam problemas de estabilidade, desenvolvendo assim o QuEChERS-acetato adotado em 2007 como método oficial pela *Association of Official Analytical Chemists* (AOAC).

A acetonitrila proporciona a extração de uma ampla faixa de IAs com diferentes polaridades e reduz co-extrativos lipofílicos (MEIRA, 2015), além de ser mais indicada para a CLUE-EM/EM quando comparada com acetona e acetato de etila que são comumente usados em outros métodos (PRESTES; ADAIME; ZANELLA, 2011). Os sais provocam o efeito *salting out*, promovendo a extração de substâncias presentes na fase aquosa, sendo o sulfato de magnésio escolhido por sua maior capacidade de remover água e de gerar uma reação exotérmica que favorece a extração, principalmente de substâncias apolares (ANASTASSIADES, 2003).

Este método foi proposto inicialmente para realizar extração de matrizes com grande quantidade de água. Matrizes que possuem pouca ou nenhuma água, como o feijão, precisam de algumas adaptações, como a adição de água no início do processo extrativo (EUROPEAN COMMISSION, 2018). Essa adição deve ser de maneira gradual formando uma pasta homogênea levemente fluida, chamada de “*slurry*” (KOLBERG, 2011), isso porque um excesso de água pode dificultar a sua remoção ao final da extração.

1.5 CLUE-EM/EM

A cromatografia líquida (CL) é uma técnica que visa a separação das substâncias presentes na amostra entre duas fases imiscíveis de acordo com suas propriedades físico-químicas, sendo uma fase móvel líquida e outra estacionária sólida, contida em uma coluna cilíndrica (FARMACOPEIA, 2019; MEIRA, 2015).

Esta técnica é bastante utilizada, pois possui boa seletividade e separação adequada de um grande número de analitos sendo indicada para análises de multirresíduos de agrotóxicos (MATOS *et al.*, 2019). Além disso, possibilita a determinação de moléculas termolábeis e não voláteis (MEIRA, 2015).

A espectrometria de massas sequencial (MS/MS) se baseia na ionização da amostra e análise desses íons em dois estágios. Primeiro ocorre a seleção do íon de interesse e posteriormente é estabelecida uma relação com íons fragmentos gerados a partir da sua decomposição induzida (CHIARADIA, COLLINS e JARDIM, 2008).

O emprego da CL acoplada à EM/EM possibilita obter uma grande quantidade de informação estrutural, o que assegura a identificação com maior exatidão (MATOS *et al.*, 2019). Essas características fizeram da CL-EM/EM a principal técnica para análise de resíduos de agrotóxicos com maior número de substâncias (GOUVÊA, *et al.*, 2014).

A necessidade de obter análises com melhores resoluções em tempo cada vez mais curto impulsionou o aprimoramento desta técnica com o desenvolvimento de colunas com partículas cada vez menores que demandam maior pressão e detectores mais rápidos, originando a CLUE que apresenta colunas com tamanho de partículas menores que 2 µm (CHURCHWELL *et al.*, 2005; TALEUZZAMAN *et al.*, 2015). A CLUE-EM/EM tem sido amplamente validada como técnica de análises multirresíduos de agrotóxicos (GOUVÊA, *et al.*, 2014; de MATOS *et al.* 2019; LÓPEZ *et al.*, 2019)

1.6 Validação

Validação é a maneira de confirmar se os resultados de um método analítico são confiáveis e adequados ao seu propósito (INMETRO, 2018). O Instituto Nacional de Metrologia, Qualidade e Tecnologia (INMETRO) possui um Documento de Orientação sobre Validação de Métodos Analíticos (DOQ-CGCRE-008) que foi

elaborado com aplicações na acreditação na ISO/IEC ABNT 17025 e visa atender laboratórios de diferentes segmentos, mas cabe a cada laboratório definir os parâmetros e critérios mais adequados para avaliar o método em estudo de acordo com suas particularidades (INMETRO, 2018).

A União Europeia possui um guia desenvolvido exclusivamente para controle de qualidade analítica e validação de metodologias de análise de agrotóxicos em alimentos e rações. Tal documento é atualizado a cada dois anos, sendo considerado o mais adequado para este tipo de trabalho devido à sua especificidade e sua atualização periódica. Os parâmetros e critérios de análise utilizados no presente trabalho foram baseados neste documento da UE e no documento do INMETRO, são eles:

- a) Seletividade: capacidade da metodologia proposta de discriminar o analito de outros compostos (EUROPEAN COMMISSION, 2018). Se a seletividade não for assegurada, a linearidade e a precisão estarão seriamente comprometidas (INMETRO, 2018).
- b) Efeito matriz: influência de compostos coextraídos da amostra provocando aumento ou diminuição do sinal de forma a comprometer o resultado (EUROPEAN COMMISSION, 2018). A magnitude desse efeito também pode depender da concentração. Este fenômeno pode ser avaliado comparando a resposta da mesma quantidade de analito em solvente e no extrato da amostra (INMETRO, 2018).
- c) Linearidade do intervalo de trabalho: é a capacidade do método de obter resultados diretamente proporcionais à concentração do analito na amostra dentro do intervalo de trabalho determinado (INMETRO, 2018). Em métodos multirresíduos o intervalo de trabalho deve abranger o maior e menor LMR permitido às substâncias estudadas (GOUVÊA, et al., 2014).
- d) Precisão / Repetibilidade: é a proximidade de concordância entre resultados analíticos independentes. A repetibilidade pode ser expressa em termos da característica da dispersão dos resultados (EUROPEAN COMMISSION, 2018; INMETRO, 2018).
- e) Exatidão / Taxa de recuperação: é proximidade da concordância entre o resultado analítico e o valor de referência (EUROPEAN COMMISSION, 2018).

- f) Limite de quantificação do método (LQM): é a menor concentração do analito que pode ser quantificada com precisão e exatidão aceitáveis, aplicando o método analítico validado (EUROPEAN COMMISSION, 2018; INMETRO, 2018).
- g) Limite de detecção do método (LDM): é a menor quantidade de analito que pode ser detectada pelo método, mas não necessariamente quantificada. Quando são analisadas amostras com baixos níveis do analito, por exemplo, análise de traços, é importante saber qual o menor valor de concentração do analito pode ser detectado pelo método (INMETRO, 2018).

1.7 Justificativa

A segurança de alimentos é uma preocupação que vem crescendo, principalmente em relação a *commodities* (LEUNG; MISA, 2013). O desenvolvimento acelerado de novos produtos químicos para uso na agricultura leva à problemática de como analisar a ampla variedade de analitos e de matrizes existentes atendendo aos critérios de qualidade exigidos.

Dados obtidos nos programas brasileiros de monitoramento de agrotóxicos apontam o uso dessas substâncias em desacordo com a legislação, seja por concentrações acima do permitido, por culturas não autorizadas, ou até mesmo, por substâncias proibidas. Existem cerca de 500 IAs autorizados no Brasil pela ANVISA (ANVISA, 2019c) que possuem diferentes características físico-químicas. Neste desafio, métodos multirresíduos são uma alternativa adequada, pois são capazes de analisar uma grande quantidade de IAs em uma mesma corrida cromatográfica. Para garantir que um método esteja adequado ao proposto é necessário que o mesmo seja validado.

2 OBJETIVOS

2.1 Objetivo geral

Analisar amostras de feijão utilizando uma metodologia analítica multirresíduo validada capaz de quantificar uma grande quantidade de agrotóxicos.

2.2 Objetivos específicos

- a) Otimizar método de processamento de feijão para análise;
- b) Otimizar método de extração de resíduos de agrotóxicos em feijão utilizando a técnica QuEChERS;
- c) Avaliar 295 ingredientes ativos por CLUE-EM/EM;
- d) Validar método multirresíduos de análise de agrotóxicos;
- e) Determinar resíduos de agrotóxicos em amostras de feijão disponíveis no mercado varejista disponíveis em diferentes regiões do Brasil.

3 METODOLOGIA

3.1 Condições gerais de trabalho

3.1.1 Equipamentos

Para processar as amostras foram utilizados o liquidificador industrial (Underwriters Laboratories®, EUA), modelo AMATEK™, com copo de aço inox e o processador de alimentos industrial (Geiger®, Brasil), modelo UM 12™.

As amostras processadas e os sais 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 trabalho 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 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 *electrospray* (ESI) (Z-Spray[™]) e estação de trabalho MassLynx[™] Versão 4.1.

3.1.2 Solventes e reagentes

Os solventes e reagentes utilizados nos processos de extração e análise das amostras por CLUE-EM/EM estão descritos no Quadro 1.

Quadro 1 - Solventes e reagentes utilizados nos processos de extração e análise das amostras

Solvente/ Reagente	Fabricante	Indicação de uso
Ácido fórmico	MERCK	CL-EM/EM
Metanol	MERCK	CLAE
Formato de amônio	FLUKA	PA
Ácido acético glacial	MERCK	Ultra Puro
Sulfato de magnésio anidro	MERCK	PA
Acetato de sódio	MERCK	PA
Acetonitrila	MERCK	CL-EM/EM

Fonte: Próprio autor, 2019. PA: para análise

As fases utilizadas na eluição cromatográfica são soluções compostas de: A1: 0,315 g formato de amônio + 100 mL Metanol + 1 mL Ácido Fórmico para 1 L de água ultrapura; e fase móvel B1: metanol.

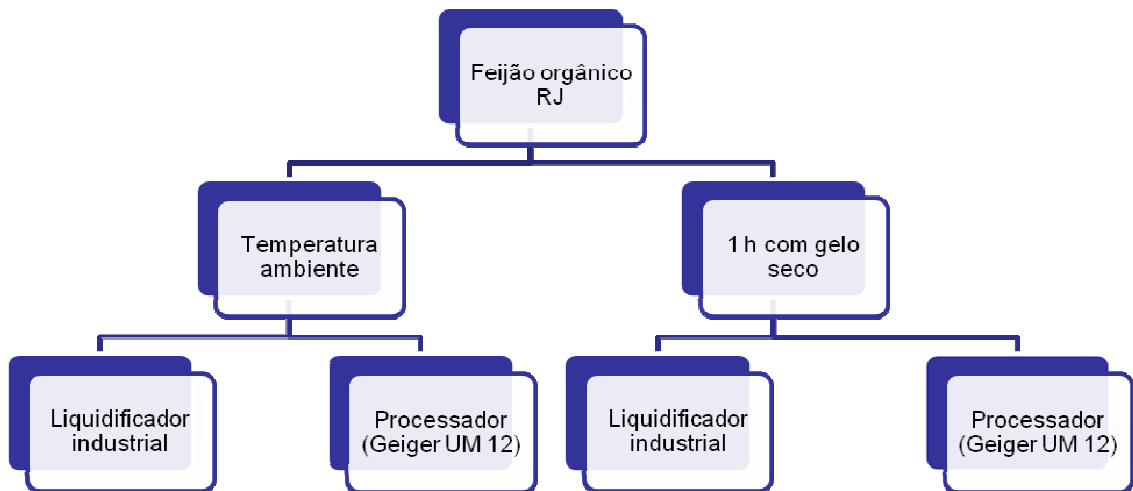
As soluções de agrotóxicos utilizadas no trabalho foram feitas com materiais de referência certificados (MRC) em metanol. O APÊNDICE A apresenta um quadro com a lista de substâncias avaliadas neste trabalho correspondente à composição das soluções utilizadas. Cada solução foi denominada com um código do laboratório e cada agrotóxico listado está presente nas seguintes concentrações:

- a) 2133-I: 0,2000 µg/mL;
- b) 2197-I: 0,0064 µg/mL;
- c) 2198-I: 0,0200 µg/mL;
- d) 2199-I: 0,0400 µg/mL;
- e) 2200-I: 0,0640 µg/mL;
- f) 2201-I: 0,1000 µg/mL.

3.2 Otimização do processamento

Para a validação foram usadas amostras de feijão comum preto orgânico provenientes do estado do Rio de Janeiro. Foram realizados testes de processamento no liquidificador industrial e no processador de alimentos, com e sem resfriamento prévio da amostra em gelo seco por cerca de 1 hora, conforme apresentado na Figura 4.

Figura 4- Esquema representativo das condições de processamento testadas.



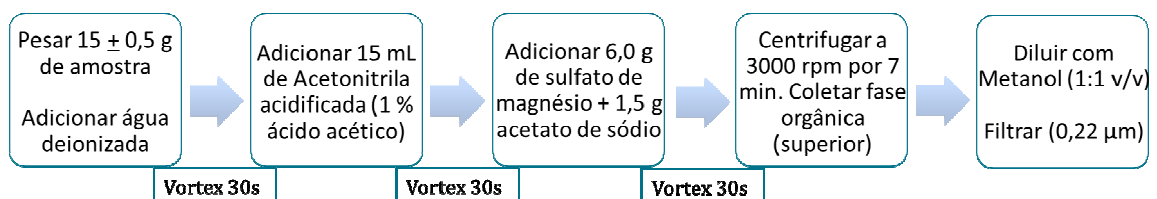
Fonte: Próprio autor, 2020.

Ao estabelecer o melhor método, 1 kg de amostra foi triturada até formar um pó homogêneo. Em seguida foram pesados 15 g desse pó em frascos de Teflon[®] e armazenados em *freezer* para posterior extração.

3.3 Otimização da extração

Para a extração dos agrotóxicos nas amostras de feijão foi usado o método QuEChERS-acetato adaptado (INCQS, 2018) conforme apresentado na Figura 5.

Figura 5- Esquema representativo da extração pelo QuEChERS adaptado



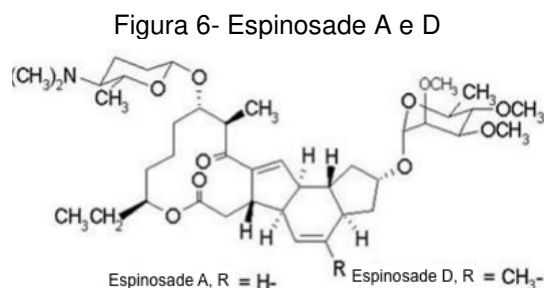
Fonte: Próprio autor, 2019.

As condições de extração foram otimizadas pela adição de gradual de água ultrapura, testando diferentes volumes até obter o “*slurry*” com menor volume possível. Foram testados 5, 10 e 15 mL.

3.4 Análise por CLUE-EM/EM

A análise dos extratos foi feita 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 em curva linear. O fluxo utilizado foi 0,3 mL/min e o tempo total de análise foi de 25 minutos. O sistema de detecção e obtenção de fragmentos de massa é o triplo quadrupolo, a ionização foi feita em modo positivo e o modo de aquisição utilizado foi o monitoramento de reações múltiplas (MRM). O método de processamento de dados utilizado foi o padronizado pelo laboratório (UPLC_Agrotóxicos_2019). As transições monitoradas estão descritas no APÊNDICE B.

A substância Espinosade possui duas variações, A e D (Figura 6), que são monitoradas em transições diferentes, mas que devem ser somadas ao expressar o resultado final, sendo importante que as duas sejam analisadas (ANVISA, 2020a).



Fonte: Adaptado de ANVISA, 2020a.

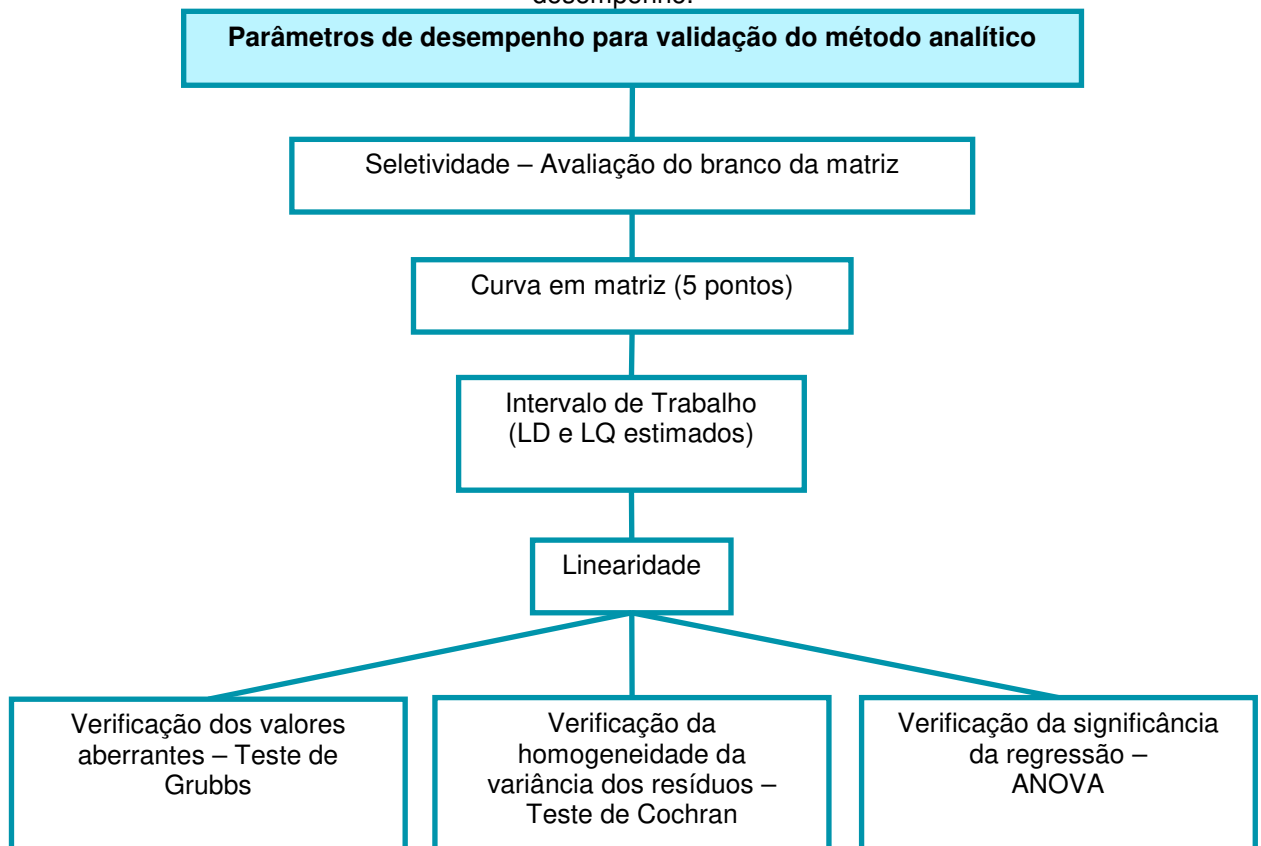
As substâncias Alacloro e Tepraloxidim possuem isômeros que são analisados monitorando as mesmas transições, entretanto são vistos em tempos de retenção diferentes, sendo identificados neste trabalho como Alacloro 1 e 2 e Tepraloxidim 1 e 2. A observação de ambos os isômeros é mais uma evidência de identificação da substância.

3.5 Validação

O método analítico utilizado no trabalho foi validado de acordo com os critérios estabelecidos pelo Documento de Orientação do INMETRO (INMETRO, 2018) e da UE que estava em vigor durante o desenvolvimento do trabalho nº

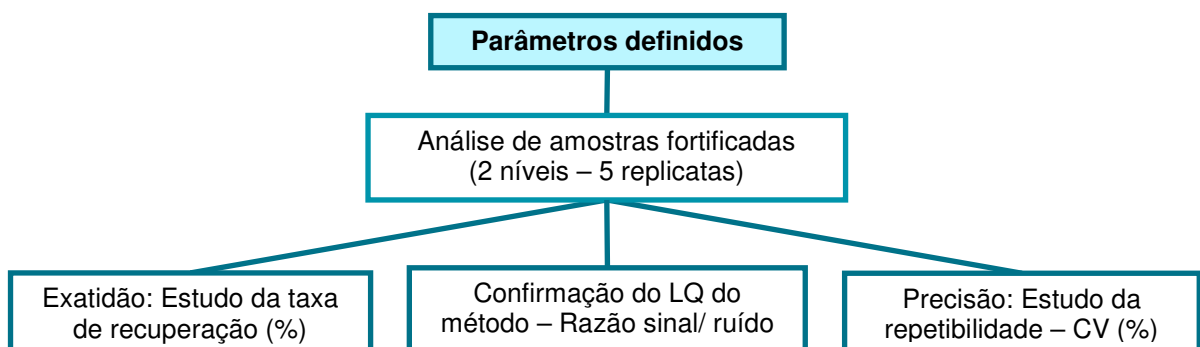
SANTE/11813/2017 (EUROPEAN COMMISSION, 2018). Entretanto, em janeiro de 2020 foi publicada uma versão atualizada, nº SANTE/12682/2019 (EUROPEAN COMMISSION, 2020), com pequenas alterações, mas que não impactaram nos procedimentos necessários e nem nos critérios de aceitação para a validação. As Figuras 7 e 8 apresentam um desenho esquemático resumindo as etapas realizadas.

Figura 7- 1ª Etapa do processo de validação – Definição dos parâmetros de desempenho.



Fonte: Adaptado de: INCQS, 2018.

Figura 8- 2ª Etapa do processo de validação – Análise dos parâmetros definidos.



Fonte: Adaptado de: INCQS, 2018.

3.5.1 Seletividade

A seletividade foi avaliada ao analisar o extrato do feijão orgânico usado como matriz do estudo quanto à ausência de resíduos de agrotóxicos e outros interferentes que pudessem representar um resultado falso positivo ou negativo. Essa análise também é chamada de avaliação do branco.

3.5.2 Efeito matriz

Como este trabalho engloba muitas substâncias das mais diversas classes químicas foi considerado que pelo menos uma sofreria tal efeito. Partindo deste princípio, a curva analítica foi feita em matriz para que o ambiente químico seja semelhante ao das amostras. Desta maneira é possível evitar ou reduzir os impactos do efeito matriz.

3.5.3 Intervalo de trabalho e linearidade

O intervalo de trabalho para todas as substâncias, respeitando as devidas exigências, foi definido de 0,0064 a 0,1000 mg/kg. A linearidade desse intervalo foi verificada analisando soluções de padrões de agrotóxicos em cinco diferentes concentrações, cada concentração foi injetada em duplicata. Essas concentrações compõe a curva analítica preparada na matriz. A Quadro 2 apresenta a concentração final dos cinco pontos da curva (composição indicada no APÊNDICE A) após as soluções serem diluídas 1:1 (v/v) com o extrato branco de feijão (curva em matriz):

Quadro 2 – Concentrações das soluções usadas nos pontos da curva.

Ponto (P)	Solução	Concentração após diluição ($\mu\text{g/mL}$)	Concentração (mg/kg)
P1	2197-I	0,0032	0,0064
P2	2198-I	0,0100	0,0200
P3	2199-I	0,0200	0,0400
P4	2200-I	0,0320	0,0640
P5	2201-I	0,0500	0,1000

Fonte: Próprio autor, 2019

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 (homocedasticidade) dos resíduos na regressão foi avaliada pelo método de Cochran. A presença de valores aberrantes no conjunto de injeções da curva analítica foi avaliada pelo Teste de Grubbs para valores suspeitos. 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. Todos os testes estatísticos citados foram realizados em planilhas do Excel[®] desenvolvidas pelo laboratório exclusivamente para a validação de métodos analíticos.

3.5.4 Precisão / Repetibilidade e Exatidão / Taxa de recuperação

Para a análise da repetibilidade (ou precisão) e da taxa de recuperação (ou exatidão) a amostra de feijão foi fortificada com a solução 2133-I (0,2000 µg/mL) em dois níveis; cada nível com cinco replicatas e cada replicata foi injetada duas vezes, totalizando vinte injeções. Os procedimentos de extração e análise foram os mesmos descritos anteriormente.

A taxa de recuperação foi calculada com base no valor teórico do LQ de 0,0067 mg da substância por kg de amostra. Este valor é referente à concentração teórica final do extrato no primeiro nível de fortificação. O Quadro 3 apresenta as concentrações teóricas de fortificação:

Quadro 3 - Concentrações de fortificação

Nível (N)	Volume (mL) adicionado da solução 2133-I	Concentração no extrato injetado ($\mu\text{g/mL}$)	Concentração correspondente na amostra (mg/kg)
N1	0,5	0,0032	0,0067
N2	1,0	0,0063	0,0133

Fonte: Próprio autor, 2019.

A concentração no extrato em $\mu\text{g/mL}$ foi calculada de acordo com a seguinte fórmula:

$$[\text{extrato}] = [2133\text{-I}] * V_{2133\text{-I}} / (V_{\text{final}} * 2)$$

Onde,

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

[2133-I]: Concentração da solução 2133-I ($\mu\text{g/mL}$)

$V_{2133\text{-I}}$: Volume adicionado da solução 2133-I no extrato (mL)

V_{final} : Volume final do extrato orgânico (15 mL de ACN + $V_{2133\text{-I}}$)

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

A concentração correspondente na amostra em mg/kg foi calculada de acordo com a seguinte fórmula:

$$[\text{amostra}] = [2133\text{-I}] * V_{2133\text{-I}} / m$$

Onde,

[amostra]: Concentração na amostra ($\mu\text{g/mL}$)

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

3.5.4.1 Precisão / Repetibilidade

A precisão foi calculada avaliando o coeficiente de variação (CV (%)) entre os resultados obtidos nas cinco replicatas em cada nível de concentração da amostra fortificada. É preconizado que CV (%) seja menor ou igual a 20 %.

3.5.4.2 Exatidão / Taxa de recuperação

A exatidão foi analisada pela média das recuperações obtidas nas cinco replicatas em cada nível das amostras fortificadas. A faixa de recuperação aceitável é de 70 a 120 %.

3.5.5 LQM e LDM

O valor teórico do LQM foi definido como primeiro ponto da curva, 0,0067 mg/kg. Seu valor real foi confirmado através dos resultados de análise obtidos do menor nível com razão sinal/ruído maior ou igual a 10. De acordo com os documentos de orientação utilizados (EUROPEAN COMMISSION, 2018; INMETRO, 2018) o LDM pode ser estimado utilizando a seguinte fórmula:

$$\text{LDM} = \text{LQM} / 3$$

Não houve necessidade de confirmar o valor real do LDM, pois sua estimativa atende às necessidades analíticas deste método.

3.6 Análise de amostras

A análise das amostras foi realizada seguindo o procedimento validado. Foram analisadas um total de 16 amostras de diferentes marcas comerciais. O Quadro 4 apresenta as características dessas amostras.

Quadro 4- Características das amostras de feijão analisadas – Continua

Código	Classe	Grupo	Tipo	UF da coleta
Feijão A	Preto	I	1	Rio de Janeiro
Feijão B	Preto	I	1	Rio de Janeiro
Feijão C	Preto	I	1	Rio de Janeiro
Feijão D	Preto	I	1	Rio de Janeiro
Feijão E	Preto	I	1	Rio Grande do Sul
Feijão F	Preto	I	1	Rio Grande do Sul
Feijão G	Cores (Carioca)	I	1	Pernambuco
Feijão H	Cores (Carioca)	I	1	Pernambuco

Quadro 4- Características das amostras de feijão analisadas – Conclusão

Código	Classe	Grupo	Tipo	UF da coleta
Feijão I	Cores (Carioca)	I	1	Pernambuco
Feijão J	Cores (Carioca)	I	2	Pernambuco
Feijão K	Cores (Carioca)	I	1	Pernambuco
Feijão L	Branco (Fradinho)	II	3	Rio de Janeiro
Feijão M	Branco (Fradinho)	II	1	Rio de Janeiro
Feijão N	Cores (Mulatinho)	I	2	Rio de Janeiro
Feijão O	Branco (Fradinho)	II	3	Rio de Janeiro
Feijão P	Branco (Fradinho)	II	1	Rio de Janeiro

Fonte: Próprio autor, 2019.

Para as análises foram feitos cinco pontos de curva em matriz e uma amostra branco fortificada no nível 1 com as mesmas soluções usadas no estudo de validação. As amostras analisadas foram fortificadas com uma solução de Propoxur (0,9999 µg/mL) que foi usada como controle do processo extrativo, também chamado de *surrogate*.

4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1 Otimização do processamento

O contato prévio da amostra com gelo seco se mostrou eficaz para acelerar o processamento, reduzir a granulação do pó e evitar que haja aquecimento durante o processo, o que poderia levar a uma degradação de possíveis agrotóxicos presentes na amostra.

Tanto o liquidificador industrial quanto o processador de alimentos mostraram-se eficazes para o processamento da amostra. Entretanto apenas o processador industrial comporta 1 kg de amostra, o que garante uma melhor homogeneidade amostral. Ficou estabelecida a trituração em processador industrial após o resfriamento da amostra com gelo seco por cerca de 1 hora.

4.2 Otimização da extração

Dentre os volumes de água testados foi observado que as adições de 5 e 10 mL não foram suficientes para hidratar toda a quantidade de amostra. Foi constatado que 15 mL é o volume mínimo suficiente para formar o “slurry”, sendo este volume usado em todas as extrações.

Ao realizar a extração pelo método descrito foi possível obter um sistema trifásico, onde a fase superior orgânica contém o extrato com os possíveis resíduos de agrotóxicos, a fase intermediária corresponde aos sais e a fase inferior aquosa possui componentes polares da matriz.

4.3 Análise por CLUE-EM/EM

Ao analisar a amostra de feijão orgânico, ela não apresentou nenhum dos resíduos analisados de agrotóxico podendo ser utilizada como “matriz branca” para a validação.

4.4 Validação

Apesar dos resultados terem sido analisados de acordo com os critérios do SANTE/11813/2017, a atualização deste documento não impactou nos resultados obtidos.

4.4.1 Seletividade

Ao analisar o extrato do feijão orgânico de acordo com a metodologia proposta foi constatado que ele não possuía resíduos de agrotóxicos ou interferentes que pudessem afetar o estudo. Esta amostra foi então utilizada como matriz para realizar as análises da validação.

4.4.2 Intervalo de trabalho e linearidade

Ao realizar todas as análises da curva e de ambos os níveis de fortificação não foram detectados valores aberrantes pelo teste de Grubbs. Todas as substâncias apresentaram um comportamento homocedástico no intervalo de trabalho de 0,0064 a 0,1000 mg/kg. A regressão linear da curva foi significativa para todas as substâncias, exceto Carbossulfano. O APÊNDICE C apresenta um resumo dos resultados da avaliação dos parâmetros r e R^2 .

4.4.3 Precisão / Repetibilidade

Os resultados do parâmetro repetibilidade dos níveis de fortificação encontram-se resumidos no APÊNDICE D. As seguintes substâncias não apresentaram resultados satisfatórios ($CV \leq 20 \%$) em pelo menos um dos níveis: 2,6-Diclorobenzamida, Abamectina, Acibenzolar-s-metílico, Aldicarbe, Azinfós Etílico, Benfuracarbe, Bifenazete, Bromuconazol, Butocarboxim, Carbossulfano, Carbutilato, Cihexatina, Ciromazina, Cletodim, Clofentezina, Clorantraniprole, Clorimurom Etílico, Clorpirifós Metílico, Diafentiurom, Diclofluanida, Diclorvós, Dinotefuram, Dodina, Doramectina, Espinosade A, Espiromesifeno, Etobenzanida, Fenarimol, Fentiona, Flonicamida, Flubendiamida, Fluquiconazol, Flusulfamida, Flutiacetato Metílico, Foxim, Imazapir, Imazaquim, Ioxinil, Isofenofós, Isoxaflutol, Metamidofós, Moxidectina, Novalurom, Oxadiargil, Pencicurom, Pimetrozina, Profam, Propanil, Proquinazide, Protioconazol, Sulfentrazona, Tebuconazol, Teflubenzurom, Tepraloxidim 2, Tiobencarbe, Tiodicarbe, Tiofanato Metílico, Tiofanoxi, Tolclofós Metílico e Tolifluanida

4.4.3 Precisão / Repetibilidade

Os resultados do parâmetro repetibilidade dos níveis de fortificação encontram-se resumidos no APÊNDICE D. As seguintes substâncias não obtiveram resultados satisfatórios ($CV \leq 20 \%$) em pelo menos um dos níveis: 2,6-Diclorobenzamida, Abamectina, Acibenzolar-s-metílico, Aldicarbe, Azinfós Etílico, Benfuracarbe, Bifenazete, Bromuconazol, Butocarboxim, Carbossulfano, Carbutilato, Cihexatina, Ciromazina, Cletodim, Clofentezina, Clorantraniprole, Clorimurom Etílico, Clorpirifós Metílico, Diafentiurom, Diclofluanida, Diclorvós, Dinotefuram, Dodina, Doramectina, Espinosade A, Espiromesifeno, Etobenzanida, Fenarimol, Fentiona, Flonicamida, Flubendiamida, Fluquiconazol, Flusulfamida, Flutiacetato Metílico, Foxim, Imazapir, Imazaquim, Ioxinil, Isofenofós, Isoxaflutol, Metamidofós, Moxidectina, Novalurom, Oxadiargil, Pencicurom, Pimetrozina, Profam, Propanil, Proquinazide, Protioconazol, Sulfentrazona, Tebuconazol, Teflubenzurom, Tepraloxidim 2, Tiobencarbe, Tiodicarbe, Tiofanato Metílico, Tiofanoxi, Tolclofós Metílico e Tolifluanida.

4.4.4 Taxa de recuperação

O APÊNDICE E apresenta o resumo da taxa de recuperação obtida em cada nível de fortificação. Os agrotóxicos que não atenderam ao critério de aceitação para a taxa de recuperação foram: Benfuracarbe, Bifenazete, Bitertanol, Carbossulfano, Cihexatina, Ciromazina, Cletodim, Cumiluro, Diafentiuro, Diclofluanida, Diclorvós, Dinotefuram, DMSA, Eprinomectina, Fentiona, Flubendiamida, Flusulfamida, Imazapir, Ioxinil, Metamidofós, Metomil, Moxidectina, Novalurom, Pimetrozina, Profam, Protioconazol, Tebuconazol, Teflubenzurom, Tiodicarbe, Tiofanato Metílico, Tiofanoxi e Tolifluanida.

4.4.5 LQM e LDM

A estimativa do LDM foi suficiente para atender as necessidades analíticas deste método uma vez que a faixa de trabalho não foi moldada por este parâmetro.

Foi possível estabelecer o LQM para a maioria das substâncias no 1º nível de fortificação exceto: Benfuracarbe, Cihexatina, Ciromazina, Cletodim, Clorpirifós Metílico, Diafentiuro, Diclofluanida, Diclorvós, Dinotefuram, Doramectina, Flubendiamida, Flusulfamida, Ioxinil, Moxidectina, Novalurom, Profam, Protioconazol, Teflubenzurom e Tolifluanida.

O APÊNDICE F apresenta o resumo dos resultados da razão sinal/ruído no nível 1 de cada substância. Algumas delas apresentaram valores acima do critério (sinal/ruído = 10), isso significa que poderiam ser analisadas com um LQM menor. Entretanto, devido ao método ser multirresíduo, foi adotado o mesmo nível a ser avaliado para facilitar a rotina de análises.

4.4.6 Ingredientes ativos validados

O Quadro 5 lista todos os ingredientes ativos validados de acordo com todos os parâmetros avaliados, totalizando de 201 substâncias, sendo 41 destas autorizadas para uso na cultura de feijão (ANVISA, 2019c).

Quadro 5- Substâncias validadas na matriz feijão (201 agrotóxicos) – Continua.

3-Hidroxicarbofurano	Clotianidina	Fenpiroximato	Metalaxil M	Profenofós
Acetamiprido	Coumafós	Fenpropidina	Metidationa	Prometom

Quadro 5- Substâncias validadas na matriz feijão (201 agrotóxicos) – Continuação.

Acetocloro	Cresoxim metílico	Fenpropimorfe	Metiocarbe	Prometrina
Alacloro	Daimurom	Fentiona sulfóxido	Metiocarbe sulfona	Propargito
Cadusafós	Espiroxamina	Hexatiazoxi	Oxadixil	Tiacloprido
Alanicarbe	Demeton-S-metílico	Fentoato	Metiocarbe sulfóxido	Propazina
Aldicarbe sulfona	Desmedifam	Fenurom	Metobromurom	Propiconazol
Aldicarbe sulfóxido	Diazinona	Fluazifope-p-butílico	Metoxifenosida	Propoxur
Ametrina	Dietofencarbe	Flufenacete	Metoxurom	Quinalfós
Aminocarbe	Diflubenzurom	Flufenoxurom	Metrafenona	Quinoxifem
Atrazina	Dimetenamida	Fluoxastrabina	Metribuzim	Sebutilazina
Azaconazol	Dimetoato	Flusilazol	Metroprotrina	Sidurom
Azametifós	Dimetomorfe	Flutolanil	Metsulfurom metílico	Simazina
Azinfós metílico	Dimoxistrobina	Flutriafol	Miclobutanil	Simetrina
Azoxistrobina	Diniconazol	Fluxapiroxade	Miclobutanil	Tebufenosida
Benalaxil	Dioxacarbe	Forclorfenurom	Molinato	Tebufenpirade
Bendiocarbe	Dissulfotom	Fosalona	Monalida	Tebutiuro
Benzoato de emamectina	Dodemorfe	Fosfamidona	Monocrotofós	Temefós
Boscalida	Epoxiconazol	Fosmete	Monolinurom	Terbufós
Bupirimato	EPTC	Furalaxil	Neburom	Terbumetom
Buprofezina	Espinetoram	Furaticarbe	Nitenpiram	Terbutrina
Butacloro	Espirodiclofeno	Halofenosídeo	Norflurazom	Tetraconazol
Butocarboxim sulfóxido	Espirotetramato	Hexaconazol	Nuarimol	Tiabendazol
Carbaril	Esprocarbe	Imazalil	Oxamil	Tiametoxam
Carbendazim	Etiofencarbe	Imazosulfurom	Oxamil oxima	Tiofanoxi sulfona
Carbetamida	Etiofencarbe sulfona	Imibenconazol	Oxicarboxina	Tiofanoxi sulfóxido
Carbofurano	Etiofencarbe sulfóxido	Imidacloprido	Paclobutrazol	Triadimefom
Carboxina	Etiona	Indoxacarbe	Penconazol	Triadimenol
Carfentrazona etílica	Etirimol	Iprovalicarbe	Pendimetalina	Triazofós
Carpropamida	Etofenproxi	Isocarbamida	Picoxistrobina	Triciclazol

Quadro 5- Substâncias validadas na matriz feijão (201 agrotóxicos) – Conclusão.

Ciazofamida	Etofumesato	Isocarbofós	Piperonil butóxido	Tridemorfe
Cicloxidine	Etoprofós	Isoprocarbe	Pirazofós	Trifloxistrobina
Ciflufenamida	Etoxazol	Isoprotiolona	Piridabem	Triflumizol
Cimoxanil	Etrinós	Isoproturom	Piridafentiona	Triflusufluom metílico
Ciproconazol	Famoxadona	Isoxationa	Pirifenoxi	Triticonazol
Ciprodinil	Fenamidona	Lactofem	Pirimetanil	Vamidotiona
Clorbromurom	Fenamifós	Malationa	Pirimicarbe	Zoxamida
Clorfenvinfós	Fenazaquina	Mandipropamida	Pirimicarbe desmetil	-
Clorfluazurom	Fenbuconazol	Mefenacete	Pirimifós etílico	-
Cloroxurom	Fenmedifam	Mefosfolam	Piriproxifem	-
Clorpirifós	Fenobucarbe	Mepanipirim	Procloraz	-

Fonte: Próprio autor, 2020. Dados: ANVISA, 2019c. Nota: Substâncias em negrito são autorizadas para uso na cultura de feijão.

Apenas uma variação do Espinosade foi satisfatória em todos os critérios. O Espinosade A apresentou uma recuperação abaixo do esperado e um coeficiente de variação superior a 20 %. Uma vez que a avaliação de ambos é necessária para compor o laudo, este IA não foi considerado validado.

4.5 Análise das amostras

As amostras de feijão coletadas foram analisadas de acordo com o método validado e seus resultados estão descritos no Quadro 6. O Quadro 7 apresenta um quadro com informações resumidas sobre todos os IAs detectados.

Quadro 6 - Resumo dos resultados das amostras analisadas – Continua.

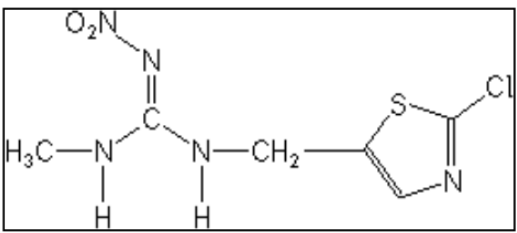
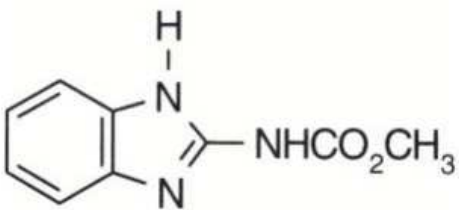
Amostra	Agrotóxico	LQM (mg/kg)	Concentração (mg/kg)	LMR (mg/kg) ANVISA	Resultado Final
Feijão A	Carbendazim	0,0046	0,0085	2,0000	Satisfatório
Feijão B	Não detectado	-	-	-	Satisfatório
Feijão C	Carbendazim	0,0046	0,0235	2,0000	Satisfatório
Feijão D	Carbendazim	0,0046	0,0110	2,0000	Satisfatório
Feijão E	Carbendazim	0,0046	0,0275	2,0000	Satisfatório
Feijão F	Carbendazim	0,0046	0,0145	2,0000	Satisfatório

Quadro 6 - Resumo dos resultados das amostras analisadas – Continua.

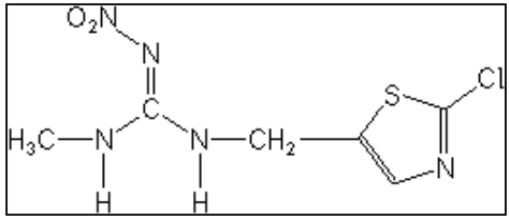
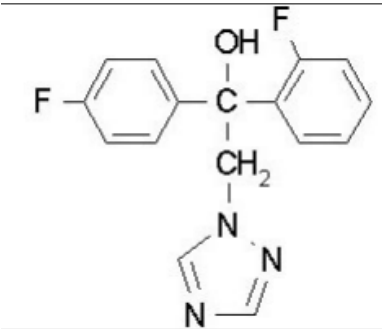
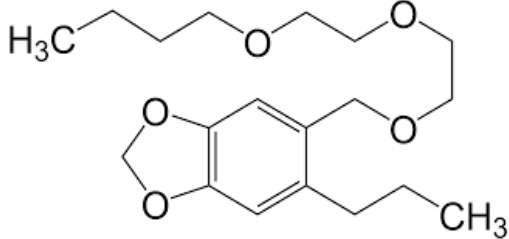
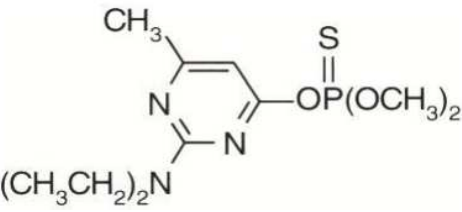
Amostra	Agrotóxico	LQM (mg/kg)	Concentração (mg/kg)	LMR (mg/kg) ANVISA	Resultado Final
Feijão G	Carbendazim	0,0046	<LQM	2,0000	Satisfatório
Feijão H	Carbendazim	0,0046	0,0505	2,0000	Satisfatório
	Flutriafol	0,0067	0,0115	0,1000	
Feijão I	Não detectado	-	-	-	Satisfatório
Feijão J	Carbendazim	0,0046	0,0645	2,0000	Satisfatório
Feijão K	Flutriafol	0,0067	0,0070	0,1000	Satisfatório
Feijão L	Acetamiprido	0,0051	0,007	0,1000	Insatisfatório
	Carbendazim	0,0046	0,004	2,0000	
	Clotianidina	0,0062	<LQM	0,0200	
	Pirimifós Metílico	0,0046	0,005	NA	
	Tiametoxam	0,0057	<LQM	0,0200	
Feijão M	Carbendazim	0,0046	0,005	2,0000	Satisfatório
Feijão N	Carbendazim	0,0046	0,007	2,0000	Insatisfatório
	Pirimifós-metílico	0,0046	0,007	NA	
Feijão O	Tiametoxam	0,0057	0,006	0,0200	Satisfatório
Feijão P	Carbendazim	0,0046	0,005	2,0000	Insatisfatório
	Piperonil Butóxido	0,0062	<LQM	NR	

Fonte: Próprio autor, 2019. NA: Não autorizado para a cultura. NR: Não registrado no Brasil.

Quadro 7 – Informações sobre os IAs detectados - Continua

Nome do ativo	Estrutura molecular	Função	Classe química
Acetamiprido		Inseticida	Neonicotinóide
Carbendazim		Fungicida	Benzimidazol

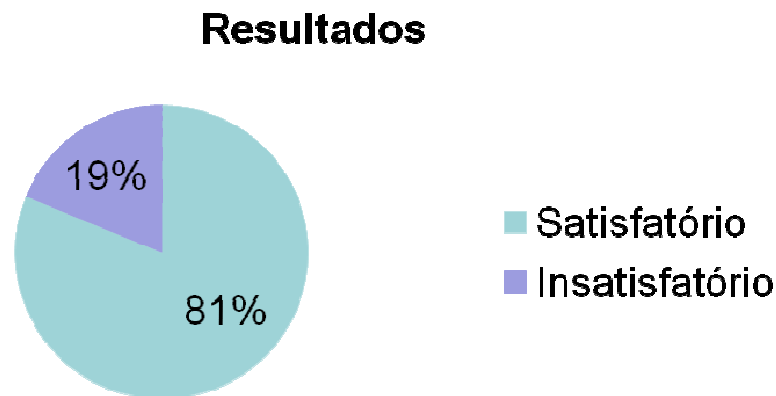
Quadro 7 – Informações sobre os IAs detectados - Continua

Nome do ativo	Estrutura molecular	Função	Classe química
Clotianidina		Inseticida	Neonicotinóide
Flutriafol		Fungicida	Triazol
Piperonil Butóxido		Sinergista (inseticida indireto)	Piretróide
Pirimifós-metílico		Inseticida e acaricida	Organofosforado

Fonte: do Autor, 2019. Dados: ANVISA, 2019c;

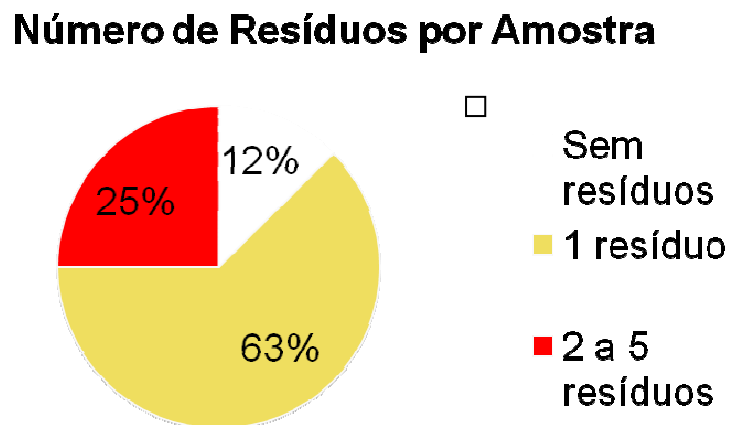
Foram analisadas um total de 16 amostras de feijões das variedades preto, carioca, fradinho e mulatinho. As Figuras 9 e 10 apresentam gráficos com um resumo dos resultados.

Figura 9- Gráfico de satisfatoriedade das amostras.



Fonte: Próprio autor, 2020.

Figura 10- Gráfico de número de resíduos por amostra



Fonte: Próprio autor, 2020.

Apesar de mais de 80 % das amostras serem consideradas satisfatórias apenas duas amostras, um feijão preto e um carioca, não apresentaram resíduos de agrotóxicos. Vale ressaltar que este resultado significa apenas que não foram encontrados resíduos das substâncias pesquisadas e não elimina a possibilidade da presença de outras substâncias não analisadas.

Um quarto dessas amostras apresentaram resíduos de mais de um IA, chegando até 5 substâncias no Feijão L (fradinho), o que é crítico tendo em vista que essas associações de substâncias não são consideradas no cálculo do LMR (ANVISA, 2016).

Quatro das amostras analisadas apresentaram mais de um resíduo de agrotóxico, chegando a 5 substâncias em uma mesma amostra, sendo que uma

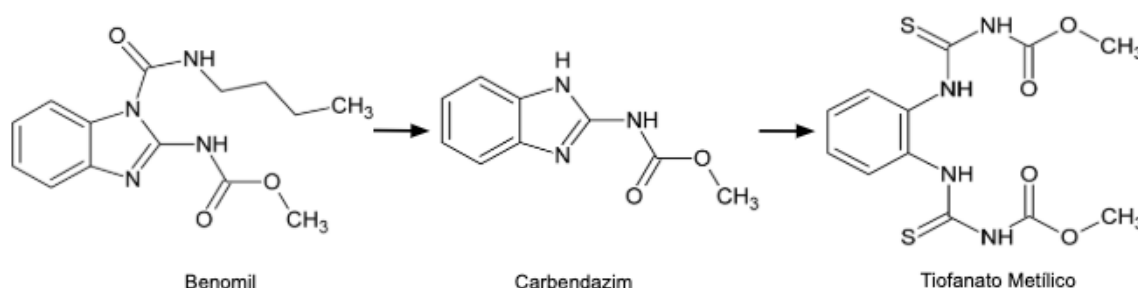
dessas amostras apresentou laudo satisfatório, pois os resultados encontrados estavam abaixo do LMR. Isso alerta para o problema da ingestão de misturas de agrotóxicos que não é considerada no cálculo do LMR nem nos ensaios de toxicidade (LOPES; ALBUQUERQUE, 2018).

Resíduos de Carbendazim foram encontrados em 75 % das amostras analisadas. Isso condiz com o que vem sendo observado no monitoramento do PARA que ao longo dos anos vem relatando resíduos dessa substância em mais de 60 % das amostras de feijão.

O Carbendazim é um fungicida sistêmico de amplo espectro, pertencente ao grupo químico benzimidazol (ANVISA, 2019a; NORTOX S/A, 2019). Este IA está na lista de reavaliação da ANVISA, bem como seu metabólito Tiofanato Metílico por evidências de mutagenicidade, desregulação endócrina e toxicidade para o desenvolvimento e reprodutiva (ANVISA, 2019d).

O Carbendazim é metabólito do Benomil que possui uma estrutura molecular instável, sendo gradualmente convertido em Carbendazim que é convertido em Tiofanato Metílico (NAKAMURA *et al.*, 2011), como ilustra a Figura 11. Apesar de o Benomil ter sido banido do Brasil em 2002 (ANVISA, 2002) o Carbendazim e seu metabólito ainda são autorizados em diversas culturas, dentre elas o feijão (ANVISA, 2019c). As três substâncias são proibidas nos Estados Unidos (NPIC, 2018) e na União Europeia (EUROPEN COMMISSION, 2016).

Figura 11- Esquema de conversão do Benomil em Carbendazim que é degradado em Tiofanato Metílico



Fonte: Próprio autor, 2019.

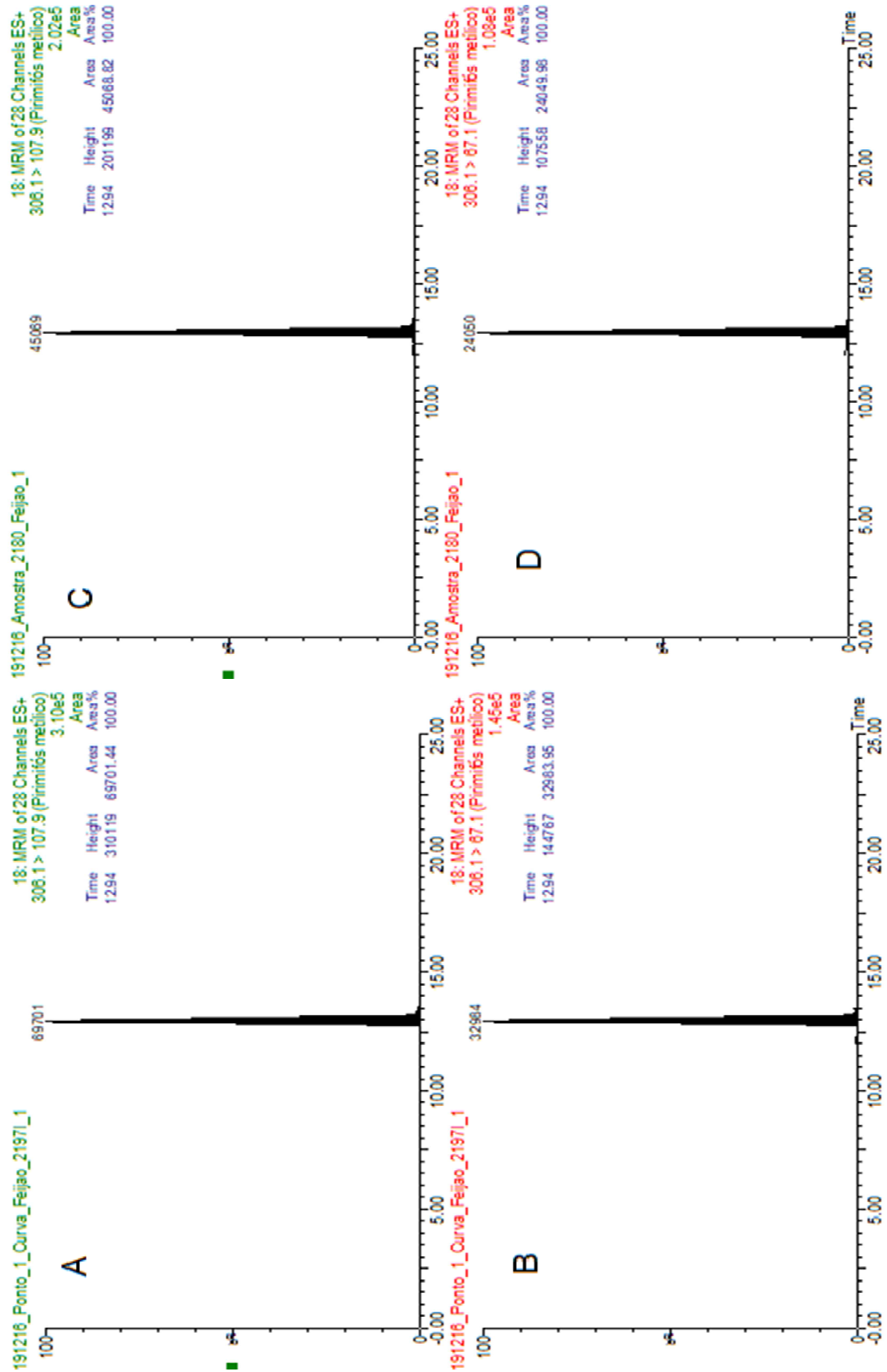
Resíduos de Pirimifós-metílico foram encontrados em duas amostras, uma de feijão fradinho e outra de mulatinho. Apesar desta substância não ter sido considerada validada, o único parâmetro insatisfatório foi a recuperação do primeiro nível com resultados um pouco abaixo do critério. Além disso, a amostra controle

utilizada no dia desta análise apresentou uma recuperação de 97 %. Ou seja, a detecção dessa substância não deve ser desconsiderada, pois o método analítico não apresentaria um resultado falso-positivo. A Figura 12 apresenta os cromatogramas das duas transições monitoradas para análise desta substância. As Figuras 12A e 12B apresentamos transições de quantificação e confirmação, respectivamente, do primeiro ponto da curva analítica com concentração de 0,005 mg/kg e as Figuras 12C e 12D correspondem aos sinais de quantificação e confirmação (respectivamente) detectados na amostra Feijão L.

O Pirimifós-metílico é inseticida e acaricida pertencente à classe química dos organofosforados. Substâncias dessa classe atuam fosforilando a enzima acetil colinesterase nas terminações nervosas provocando uma superestimulação colinérgica que causa, entre outros efeitos, paralisia respiratória. Essas substâncias provocam o envenenamento não apenas de insetos como de aves, anfíbios e mamíferos (NPIC, 2013).

O uso do Pirimifós-metílico na cultura do feijão foi excluído em agosto de 2013 pela Resolução RE nº 2.838, sendo ainda permitido para as culturas de arroz, milho e trigo (ANVISA, 2016, 2020b). Seu uso indevido em culturas de feijão vem sendo detectado tanto pelo PARA quanto pelo PNCRC/VEGETAL, sendo identificado tanto no feijão fradinho quanto no preto e no carioca (ANVISA, 2016; BRASIL, 2019).

Figura 12- Cromatogramas do Pirimifós Metílico.



Fonte: Próprio autor, 2019. Nota: Figura 12A: Sinal da transição de quantificação do Pirimifós Metílico no ponto 1; Figura 12B: Sinal da transição de confirmação do Pirimifós Metílico no ponto 1; Figura 12C: Sinal da transição de quantificação do Pirimifós Metílico na amostra Feijão L; Figura 12D: Sinal da transição de confirmação do Pirimifós Metílico na amostra Feijão L.

O Piperonil Butóxido foi detectado em uma amostra de feijão fradinho juntamente com resíduos de Carbendazim. Essa substância é usada em associação com outros IAs, pois atua potencializando o efeito de inseticidas. O Piperonil Butóxido inibe enzimas presentes no corpo de alguns insetos que são capazes de degradar alguns agrotóxicos (NPIC, 2017) e possui baixa toxicidade de ingestão por mamíferos (DRUGBANK, 2019).

Este IA não está registrado para uso em agrotóxicos (ANVISA, 2019c), sendo então um produto de uso não autorizado. Entretanto, seu uso é autorizado como componente complementar de formulações de saneantes desinfestantes, como inseticidas e repelentes (ANVISA, 2010). Nos EUA o Piperonil Butóxido é usado não apenas em formulações de agrotóxicos, como também medicamentos para tratamento de piolhos (NPIC, 2018; DRUGBANK, 2019).

Encontrar resíduos de substâncias não registradas é crítico, pois o não há informações oficiais para o uso seguro do produto. Como o Piperonil Butóxido é autorizado para uso em saneantes é possível que tenha ocorrido uma contaminação cruzada pelo uso da substância em ambientes de armazenamento de feijão. Encontrar este tipo de resíduo é um alerta para a necessidade de avaliação dos saneantes por parte das agências reguladoras a fim de estabelecer um LMR para estes produtos, ou proibir sua utilização em locais de armazenamento de alimentos.

Todo o processo de validação, bem como a análise das amostras, foi realizado com feijões sem passar por processo de cozimento. Sabe-se que este alimento não é consumido desta maneira e que os processamentos comumente realizados em casa, como lavar, deixar de molho e cozinhar podem reduzir a concentração de alguns agrotóxicos (YANG *et al.*, 2012). Entretanto, existem estudos como o de Souza (2006) que analisou alimentos prontos para o consumo no restaurante universitário de Brasília e observou a presença de agrotóxicos da classe dos ditiocarbamatos em feijões, ou seja, os processamentos não garantem a eliminação total dessas substâncias.

5 CONCLUSÃO

Foi possível analisar 16 amostras de feijão utilizando um método multirresíduo quantitativo que foi devidamente validado para 201 agrotóxicos em feijão. Este método, além de abranger um grande número de substâncias de diferentes classes químicas, também se mostrou eficaz na análise de feijões de diferentes classes, espécies e variedades. Apesar dos resultados terem sido analisados de acordo com os critérios do SANTE/11813/2017, a atualização deste documento em janeiro de 2020 não impactou nos resultados obtidos.

Das 16 amostras analisadas, 3 foram consideradas insatisfatórias por conterem resíduos de substâncias não autorizadas, sendo uma delas uma substância utilizada em saneantes (Pirimifós Metílico). No grupo de amostras satisfatórias apenas 2 apresentaram ausência dos resíduos pesquisados e 75 % do total de amostras apresentaram resíduos de Carbendazim, uma substância que ainda é autorizada no Brasil para uso em feijão e outras culturas mesmo sendo proibida nos Estados Unidos e na União Europeia. Além disso, um quarto das amostras analisadas apresentaram resíduos de mais de uma substância, uma situação que não é considerada no cálculo do LMR.

Estes resultados servem como um alerta para a necessidade de melhorias na regulamentação do uso de agrotóxicos. O feijão é consumido diariamente pela população brasileira de todas as classes sociais e monitorar um alimento tão consumido é fundamental para a saúde pública. Por isso é importante investir cada vez mais em pesquisas que ampliem e melhorem as metodologias de análise.

REFERÊNCIAS

AGÊNCIA NACIONAL DE VIGILÂNCIA SANITÁRIA (ANVISA). **Memória de Reunião – Reavaliação Toxicológica do Ingrediente Ativo Benomil**. Brasília - DF. 09 jun. 2002.

AGÊNCIA NACIONAL DE VIGILÂNCIA SANITÁRIA (ANVISA). Ministério da Saúde. Resolução RDC 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, p. 39, 22 mai. 2003.

AGÊNCIA NACIONAL DE VIGILÂNCIA SANITÁRIA (ANVISA). Ministério da Saúde. RDC nº 34, de 16 de agosto de 2010. **Diário Oficial da União**: nº 158, Brasília, DF 18 ago. 2010.

AGÊNCIA NACIONAL DE VIGILÂNCIA SANITÁRIA (ANVISA). Programa de Análise de Resíduos de Agrotóxicos em Alimentos - PARA. **Relatório das Análises de Amostras Monitoradas no Período de 2013 a 2015**. 246 p. Brasília, 2016.

AGÊNCIA NACIONAL DE VIGILÂNCIA SANITÁRIA (ANVISA). **Monografia Carbendazim - C24**. Disponível em: <<http://portal.anvisa.gov.br/documents/111215/117782/c24.pdf/a019eb91-b52d-492d-8140-ae82f54d5698>> Acesso em: 01 dez. 2019a.

AGÊNCIA NACIONAL DE VIGILÂNCIA SANITÁRIA (ANVISA). **Nova metodologia define reavaliação de agrotóxicos**. 26 ago. 2019b. Disponível em: <http://portal.anvisa.gov.br/noticias/-/asset_publisher/FXrpx9qY7FbU/content/nova-metodologia-define-reavaliacao-de-agrotoxicos/219201/pop_up?inheritRedirect=false> Acesso em: 12 dez. 2019.

AGÊNCIA NACIONAL DE VIGILÂNCIA SANITÁRIA (ANVISA). **Painel De Monografias De Agrotóxicos**. Disponível em: <<https://app.powerbi.com/view?r=eyJrIjojNTU0Y2FhYmItYjM1MC00ODgyLThlYmItMzFkMjl1YWU4MGNkIiwidCI6ImI2N2FmMjNmLWZjZjMtNGQzNS04MGM3LWI3MDg1ZjVIZGQ4MSJ9>>. Acesso em: 14 dez. 2019c.

AGÊNCIA NACIONAL DE VIGILÂNCIA SANITÁRIA (ANVISA). **Publicada reclassificação toxicológica de agrotóxicos**. 30 dez. 2019d. Disponível em: <http://portal.anvisa.gov.br/noticias/-/asset_publisher/FXrpx9qY7FbU/content/publicada-reclassificacao-toxicologica-de-agrotoxicos-/219201?p_p_auth=DepDKOBJ&inheritRedirect=false> Acesso em: 18 dez. 2019.

AGÊNCIA NACIONAL DE VIGILÂNCIA SANITÁRIA (ANVISA). **Monografia Espinosade - E24**. Disponível em: <http://portal.anvisa.gov.br/documents/111215/117782/E24%2B%2BEspinosade_no vo.pdf/00739bf6-b23f-4f9c-864c-b51a25ef0972> Acesso em: 17 jan. 2020a.

AGÊNCIA NACIONAL DE VIGILÂNCIA SANITÁRIA (ANVISA). **Monografia Pirimifós-metílico - P12**. Disponível em:

<<http://portal.anvisa.gov.br/documents/111215/117782/P12%2B%25E2%2580%2593%2BPirimif%25C3%25B3s-met%25C3%25ADlico.pdf/1da018f6-81fa-4697-8358-a0a3d97cda44>> Acesso em: 26 jan. 2020b.

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.

BOMBARDI, L. **Geografia do Uso de Agrotóxicos no Brasil e Conexões com a União Europeia**: São Paulo. FFLCH – USP. 296 p. 1 ed. nov. 2017.

BRASIL. Lei Nº 7.802, de 11 de julho de 1989. **Diário Oficial da União**: Brasília, DF, 12 jul. 1989. Disponível em: <http://www.planalto.gov.br/ccivil_03/LEIS/L7802.htm> Acesso em: 18 dez. 2019.

BRASIL. Decreto Nº 4.074, de 4 de janeiro de 2002. **Diário Oficial da União**: Brasília, DF, 4 jan. 2002. Disponível em: <http://www.planalto.gov.br/ccivil_03/decreto/2002/d4074.htm> Acesso em: 19 dez. 2019.

BRASIL. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. Instrução Normativa nº 12, de 28 de março 2008. **Diário Oficial da União**: seção 1, Brasília, DF, p.16, 31 mar. 2008.

BRASIL. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. Instrução Normativa nº 42, de 31 de dezembro de 2008. Institui o Plano Nacional de Controle de Resíduos e Contaminantes em Produtos de Origem Vegetal - PNCRC/Vegetal. **Diário Oficial da União**: seção 1, Brasília, DF, p. 2. 05 jan. 2009.

BRASIL. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. Instrução Normativa nº 40, de 11 de novembro de 2011. **Diário Oficial da União**: seção 1, Brasília, DF, nº 219, p. 5, 16 nov. 2011.

BRASIL. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. Instrução Normativa nº 1, de 4 de janeiro de 2013. **Diário Oficial da União**: seção 1, Brasília, DF, nº 4, p. 5, 07 jan. 2013a.

BRASIL. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. Instrução Normativa nº 115, de 30 de agosto de 2013. **Diário Oficial da União**: seção 1. Brasília, DF, nº 169, p. 6, 02 set. 2013b.

BRASIL. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. Instrução Normativa nº 17, de 31 de julho de 2014. **Diário Oficial da União**: seção 1, Brasília, DF, p. 4, 04 ago. 2014.

BRASIL. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. Portaria nº 44, de 8 de maio de 2015. **Diário Oficial da União**: seção 1, Brasília, DF, nº 88, p. 4, 12 mai. 2015.

BRASIL. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. Portaria nº 52, de 16 de junho de 2016. **Diário Oficial da União**: seção 1, Brasília, DF, nº 115, 13 p. 17 jun. 2016.

BRASIL. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. Portaria nº 267, de 11 de dezembro de 2019. **Diário Oficial da União**: seção 1, Brasília, DF 13 p. 17 dez. 2019.

CHIARADIA, M. C.; COLLINS, C. H.; JARDIM, I. C. S. F. O estado da arte da cromatografia associada à espectrometria de massas acoplada à espectrometria de massas na análise de compostos tóxicos em alimentos. **Química Nova**, v. 31, n. 3, p. 623–636, 2008.

CHURCHWELL, M. *et al.* Improving LC–MS sensitivity through increases in chromatographic performance: Comparisons of UPLC–ES/MS/MS to HPLC–ES/MS/MS. **Journal of Chromatography B**, v. 825, n. 2, p. 134–143, 25 out. 2005.

COÊLHO, J. D. PRODUÇÃO DE GRÃOS – FEIJÃO, MILHO E SOJA. **Caderno Setorial Escritório Técnico de Estudos Econômicos do Nordeste - ETENE**, n. 33, p. 12, jun. 2018.

COMPANHIA NACIONAL DE ABASTECIMENTO (CONAB). ISSN 2318-6852. **Acompanhamento da safra brasileira de grãos**, v. 6, Brasília, p. 1-69 mai 2019.

DRUGBANK. **Piperonyl Butoxide**. 02 dez. 2019. Disponível em: <<https://www.drugbank.ca/drugs/DB09350>> Acesso em: 18 jan. 2020.

EUROPEAN COMMISSION. EU Pesticides Database. **Search Active Substances**. 04 jul 2016. Disponível em: <<https://ec.europa.eu/food/plant/pesticides/eu-pesticides-database/public/?event=activesubstance.selection&language=EN>> Acesso em: 18 jan 2020.

EUROPEAN COMMISSION. Directorate General for Health and Food Safety. **Guidance document on analytical quality control and method validation procedures for pesticide residues and analysis in food and feed**. Europe, 01 jan. 2018. 46 f. rev. 0. Document nº SANTE/11813/2017.

EUROPEAN COMMISSION. Directorate General For Health And Food Safety. **Analytical quality control and method validation procedures for pesticide residues analysis in food and feed**. Europe, 01 jan. 2020 53 f. rev. 0. Document nº SANTE/12682/2019.

FARMACOPEIA Brasileira. 6. ed. Brasília: ANVISA, 2019. 1 v.

FOOD AND AGRICULTURE ORGANIZATION OF THE UNITED NATIONS STATISTICS (FAOSTAT). **Crops**. 19 dez 2019a. Disponível em: <<http://www.fao.org/faostat/en/#data/QC/visualize>> Acesso em: 20/12/2019.

FOOD AND AGRICULTURE ORGANIZATION OF THE UNITED NATIONS STATISTICS (FAOSTAT). **Pesticides Use**. 2 set. 2019b. Disponível em: <<http://www.fao.org/faostat/en/#data/RP/visualize>> Acesso em: 07 dez. 2019.

GOUVÊA, A. V. *et al.* Validação de metodologia QuEChERS-acetato para a análise de multirresíduo de agrotóxicos em amostras de soja e de extrato solúvel de soja utilizando cromatografia líquida de alta eficiência acoplada à espectrometria de massas sequencial. **Revista do Instituto Adolfo Lutz**, 2014.

INSTITUTO BRASILEIRO DO MEIO AMBIENTE E DOS RECURSOS NATURAIS RENOVÁVEIS (IBAMA). **Gráfico do histórico de comercialização 2000 - 2018**. Disponível em: <<https://www.ibama.gov.br/agrotoxicos/relatorios-de-comercializacao-de-agrotoxicos#historicodecomercializacao>>. Acesso em: 17 dez. 2019.

INSTITUTO NACIONAL DE METROLOGIA, QUALIDADE E TECNOLOGIA (INMETRO). **DOQ-CGCRE-008**. Orientação sobre Validação de Métodos Analíticos. rev. 7 [S. l.], jul. 2018.

INSTITUTO NACIONAL DE CONTROLE DE QUALIDADE EM SAÚDE. POP **65.3120.082**: parâmetros estatísticos para validação de resíduos de agrotóxicos em alimentos. Rev. 8. Rio de Janeiro: INCQS, 2018. 26 p. (Manual da Qualidade. Seção 4.3).

KOLBERG, D. I. *et al.* Development of a fast multiresidue method for the determination of pesticides in dry samples (wheat grains, flour and bran) using QuEChERS based method and GC–MS. **Food Chemistry**, v. 125, n. 4, p. 1436–1442, abr. 2011.

LEHOTAY, S. J.; MA, I.; LIGHTFIELD, A. R. Use of Buffering and Other Means to Improve Results of Problematic Pesticides in a Fast and Easy Method for Residue Analysis of Fruits and Vegetables. **JOURNAL OF AOAC INTERNATIONAL**, v. 88, n. 2, p. 15, 2005.

LEUNG, S.; MISA, A. Sample Preparation Selection. **Food Quality**, p. 7, 6 ago. 2013.

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.

LÓPEZ, S.H. Method validation and application of a selective multiresidue analysis of highly polar pesticides in food matrices using hydrophilic interaction liquid chromatography and mass spectrometry. **Journal of Chromatography A**, v. 1594, n. 0, 11 fev. 2019.

LOVATO, F. *et al.* Composição centesimal e conteúdo mineral de diferentes cultivares de feijão biorfortificado (*Phaseolus vulgaris* L.). **Brazilian Journal of Food Technology**, v. 21, n. 0, 27 nov. 2017.

de MATOS, E. M. C. *et al.* Multiclass Method for the Determination of Pesticide Residues in Oat Using Modified QuEChERS with Alternative Sorbent and Liquid Chromatography with Tandem Mass Spectrometry. **Food Analytical Methods**, v. 12, n. 12, p. 2835–2844, dez. 2019.

MEIRA, A. P. G. Técnicas de análise de resíduos de agrotóxicos em alimentos de origem vegetal: uma revisão. **Segurança Alimentar e Nutricional**, v. 22, n. 2, p. 766, 28 dez. 2015.

MOSTAFALOU, S.; ABDOLLAHI, M. Pesticides and human chronic diseases: Evidences, mechanisms, and perspectives. **Toxicology and Applied Pharmacology**, v. 268, n. 2, p. 157–177, abr. 2013.

NATIONAL PESTICIDE INFORMATION CERTER (NPIC). **Recognition and Management of Pesticide Poisonings**. 6 ed. 2013: Disponível em: <https://www.epa.gov/sites/production/files/2015-01/documents/rmpp_6thed_final_lowresopt.pdf> Acesso em: 17 jan. 2020.

NATIONAL PESTICIDE INFORMATION CERTER (NPIC). **Piperonyl Butoxide**. 10 fev. 2017 Disponível em: <<http://npic.orst.edu/ingred/pbo.html>> Acesso em: 17 jan. 2020.

NATIONAL PESTICIDE INFORMATION CERTER (NPIC). **Food and Drinking Water Limits for Pesticides**. 02 mai. 2018 Disponível em: <<http://npic.orst.edu/reg/tolerance.html>> Acesso em: 18 jan. 2020.

NAKAMURA, M. *et al.* Determination of Carbendazim, Thiophanate, Thiophanate-methyl and Benomyl Residues in Agricultural Products by Liquid Chromatography-Tandem Mass Spectrometry. **Food Hygiene and Safety Science (Shokuhin Eiseigaku Zasshi)**, v. 52, n. 3, p. 148–155, 2011.

NORTOX S/A. **Carbendazim Nortox®**. R. MAPA nº 12911. Disponível em: <<http://www.adapar.pr.gov.br/arquivos/File/defis/DFI/Bulas/Fungicidas/carbendazimnortox.pdf>> Acesso em: 14 dez. 2019.

PIGNATI, W. A. *et al.* Distribuição espacial do uso de agrotóxicos no Brasil: uma ferramenta para a Vigilância em Saúde. **Ciência & Saúde Coletiva**, v. 22, n. 10, p. 3281–3293, out. 2017.

PRESTES, O. D.; ADAIME, M. B.; ZANELLA, R. QuEChERS: possibilidades e tendências no preparo de amostra para determinação multirresíduo de pesticidas em alimentos. **Scientia Chromatographica**, v. 3, n. 1, p. 51–64, jan. 2011.

QUINTELA, E. D: Manejo Integrado de Pragas do Feijoeiro. **Circular Técnica 46**. ISSN 1678-9636. EMBRAPA Arroz e Feijão. Santo Antônio de Goiás, GO. dez. 2001.

SMADI; JAMMOUL; EL DARRA. Assessment of Antibiotic and Pesticides Residues in Breast Milk of Syrian Refugee Lactating Mothers. **Toxics**, v. 7, n. 3, p. 39, 31 jul. 2019.

de SOUZA, M. V. **Resíduos de Agrotóxicos Ditiocarbamatos e Organofosforados em Alimentos Consumidos no Restaurante Universitário-UnB: Avaliação da Exposição Humana**. 2006. 110 f. Tese (Mestrado em Ciências da Saúde) - Faculdade de Ciências da Saúde, Universidade de Brasília, Brasília, 2006.

TALEUZZAMAN, M. *et al.* Ultra Performance Liquid Chromatography (UPLC) - A Review. **Austin Journal of Analytical and Pharmaceutical Chemistry**, v. 2, n. 6, p. 1056, dez. 2015.

YANG, A. *et al.* Synergistic effect of washing and cooking on the removal of multi-classes of pesticides from various food samples. **Food Control**, v. 28, n. 1, p. 99–105, nov. 2012.

YE, M. *et al.* Pesticide exposures and respiratory health in general populations. **Journal of Environmental Sciences**, v. 51, p. 361–370, jan. 2017.

YIN, S. *et al.* Transplacental transfer of organochlorine pesticides: Concentration ratio and chiral properties. **Environment International**, v. 130, p. 104939, set. 2019.

**APÊNDICE A - Lista de agrotóxicos avaliados na validação e sua situação legal
no país – Continua**

Substância	LMR (mg/kg)	Substância	LMR (mg/kg)
	Feijão		Feijão
2,6-Diclorobenzamida	Excluído ou NR	Foxim	Excluído ou NR
3-Hidroxicarbofurano	Excluído ou NR	Fuberidazol	Excluído ou NR
Abamectina	0,01	Furalaxil	Excluído ou NR
Acefato	0,02	Furatiocarbe	Excluído ou NR
Acetamiprido	0,10	Halofenosídeo	Excluído ou NR
Acetocloro	NA	Heptenofós	Excluído ou NR
Acibenzolar-s-metílico	1,00	Hexaconazol	Excluído ou NR
Alacloro	NA	Hexitiazoxi	NA
Alanicarbe	NA	Imazalil	NA
Aldicarbe	Excluído ou NR	Imazapique	NA
Aldicarbe sulfona	Excluído ou NR	Imazapir	0,02
Aldicarbe sulfóxido	Excluído ou NR	Imazaquim	NA
Ametrina	NA	Imazetapir	0,05
Amicarbazona	NA	Imazosulfurom	Excluído ou NR
Aminocarbe	Excluído ou NR	Imibenconazol	0,30
Atrazina	NA	Imidacloprido	0,07
Azaconazol	Excluído ou NR	Indoxacarbe	0,07
Azametifós	NA	Ioxinil	Excluído ou NR
Azinfós etílico	Excluído ou NR	Iprovalicarbe	NA
Azinfós metílico	Excluído ou NR	Isocarbamida	Excluído ou NR
Azoxistrobina	0,10	Isocarbofós	Excluído ou NR
Benalaxil	NA	Isofenofós	Excluído ou NR
Bendiocarbe	Excluído ou NR	Isoprocarbe	Excluído ou NR
Benfuracarbe	NA	Isoprotiolona	Excluído ou NR
Benzoato de emamectina	0,01	Isoproturom	Excluído ou NR
Bifenazate	Excluído ou NR	Isoxaflutol	NA
Bitertanol	Excluído ou NR	Isoxationa	Excluído ou NR
Boscalida	0,10	Lactofem	NA

**APÊNDICE A - Lista de Agrotóxicos Avaliados na Validação e Sua Situação
Legal no País – Continuação**

Substância	LMR (mg/kg)	Substância	LMR (mg/kg)
	Feijão		Feijão
Bromuconazol	0,20	Linurom	NA
Bupirimato	Excluído ou NR	Malationa	8,0
Buprofezina	0,05	Mandipropamida	NA
Butacloro	Excluído ou NR	Mefenacete	Excluído ou NR
Butocarboxim	Excluído ou NR	Mefosfolam	Excluído ou NR
Butocarboxim sulfóxido	Excluído ou NR	Mepanipirim	Excluído ou NR
Cadusafós	NA	Mepronil	Excluído ou NR
Carbaril	0,50	Mesotriona	NA
Carbendazim	2,00	Metalaxil-M	0,01
Carbetamida	Excluído ou NR	Metamidofós	Excluído ou NR
Carbofurano	Excluído ou NR	Metconazol	0,05
Carbossulfano	NA	Metfuroxam	Excluído ou NR
Carboxina	0,20	Metidationa	NA
Carbutilato	Excluído ou NR	Metiocarbe	NA
Carfentrazone etílica	0,01	Metiocarbe sulfona	Excluído ou NR
Carpropamida	Excluído ou NR	Metiocarbe sulfóxido	Excluído ou NR
Ciazofamida	NA	Metobromurom	Excluído ou NR
Cicloxidine	Excluído ou NR	Metomil	0,05
Ciflufenamida	Excluído ou NR	Metopreno	NA
Cihexatina	Excluído ou NR	Metoxifenosida	0,02
Cimoxanil	NA	Metoxurom	Excluído ou NR
Ciproconazol	NA	Metrafenona	Excluído ou NR
Ciprodinil	0,30	Metribuzim	NA
Ciromazina	0,30	Metroprotrina	Excluído ou NR
Cletodim	0,50	Metsulfurom metílico	NA
Clodimeforme	Excluído ou NR	Mevinfós	Excluído ou NR
Clofentezina	Excluído ou NR	Miclobutanil	NA
Clorantraniliprole	0,05	Molinato	Excluído ou NR
Clorbromurom	Excluído ou NR	Monalida	Excluído ou NR

**APÊNDICE A - Lista de Agrotóxicos Avaliados na Validação e Sua Situação
Legal no País – Continuação**

Substância	LMR (mg/kg)	Substância	LMR (mg/kg)
	Feijão		Feijão
Clorfenvinfós	Excluído ou NR	Monocrotofós	Excluído ou NR
Clorfluazurom	0,01	Monolinurom	Excluído ou NR
Clorimuirom etílico	NA	Moxidectina	Excluído ou NR
Cloroxurom	Excluído ou NR	Neburom	Excluído ou NR
Clorpirifós	0,10	Nitenpiram	Excluído ou NR
Clorpirifós metílico	Excluído ou NR	Norflurazom	Excluído ou NR
Clotianidina	0,02	Novalurom	0,20
Coumafós	Excluído ou NR	Nuarimol	Excluído ou NR
Cresoxim Metílico	0,05	Ometoato	Excluído ou NR
Cumiluirom	Excluído ou NR	Oxadiargil	Excluído ou NR
Daimuirom	Excluído ou NR	Oxadixil	Excluído ou NR
Demeton-S-metílico	Excluído ou NR	Oxamil	Excluído ou NR
Desmedifam	Excluído ou NR	Oxamil oxima	Excluído ou NR
Diafentiurom	0,30	Oxicarboxina	0,40
Diazinona	NA	Paclobutrazol	NA
Diclofluanida	Excluído ou NR	Pencicuirom	0,05
Diclorvós	NA	Penconazol	Excluído ou NR
Dicrotofós	Excluído ou NR	Pendimetalina	0,10
Dietofencarbe	Excluído ou NR	Picoxistrobina	0,01
Difenoconazol	0,03	Pimetrozina	NA
Diflubenzurom	0,20 (feijão caupi apenas)	Piperonil butóxido	Excluído ou NR
Dimetenamida	NA	Piraclostrobina	0,10 / 0,02 (feijão caupi)
Dimetoato	NA	Pirazofós	Excluído ou NR
Dimetomorfe	NA	Piridabem	0,01
Dimoxistrobina	0,05	Piridafentiona	Excluído ou NR
Diniconazol	Excluído ou NR	Pirifenoxi	Excluído ou NR
Dinotefuram	0,09	Pirimetanil	NA
Dioxacarbe	Excluído ou NR	Pirimicarbe	0,10

APÊNDICE A - Lista de Agrotóxicos Avaliados na Validação e Sua Situação Legal no País – Continuação

Substância	LMR (mg/kg)	Substância	LMR (mg/kg)
	Feijão		Feijão
Dissulfotom	NA	Pirimicarbe desmetil	Excluído ou NR
DMSA	Excluído ou NR	Pirimifós etílico	Excluído ou NR
DMST	Excluído ou NR	Pirimifós metílico	NA
Dodemorfe	Excluído ou NR	Piriproxifem	0,01
Dodina	NA	Procloraz	Excluído ou NR
Doramectina	Excluído ou NR	Profam	Excluído ou NR
Epoconazol	0,05	Profenofós	0,10 / 0,10 (feijão vagem)
Eprinomectina	Excluído ou NR	Prometom	Excluído ou NR
EPTC	Excluído ou NR	Prometrina	NA
Espinetoram	NA	Propanil	NA
Espinosade	0,03	Propargito	NA
Espirodiclofeno	NA	Propazina	Excluído ou NR
Espiromesifeno	0,03	Propiconazol	0,05
Espirotetramato	Excluído ou NR	Propizamida (Pronamida)	Excluído ou NR
Espiroxamina	Excluído ou NR	Propoxur	NA
Esprocarbe	Excluído ou NR	Proquinazide	Excluído ou NR
Etidimuram	Excluído ou NR	Protioconazol	0,05
Etiofencarbe	Excluído ou NR	Quinalfós	Excluído ou NR
Etiofencarbe sulfona	Excluído ou NR	Quinoxifem	Excluído ou NR
Etiofencarbe sulfóxido	Excluído ou NR	Quizalofop-P-etílico	0,03 / 0,03 (feijão caupi)
Etiona	Excluído ou NR	Rotenona	Excluído ou NR
Etiprole	NA	Sebutilazina	Excluído ou NR
Etirimol	Excluído ou NR	Sidurom	Excluído ou NR
Etobenzanida	Excluído ou NR	Simazina	NA
Etofenproxi	0,50	Simetrina	Excluído ou NR
Etofumesato	Excluído ou NR	Sulfentrazone	NA
Etoprofós	NA	Tebuconazol	0,10

APÊNDICE A - Lista de Agrotóxicos Avaliados na Validação e Sua Situação Legal no País – Continuação

Substância	LMR (mg/kg)	Substância	LMR (mg/kg)
	Feijão		Feijão
Etoxazol	NA	Tebufenosida	NA
Etrinfós	Excluído ou NR	Tebufenpirade	Excluído ou NR
Famoxadona	0,30	Tebutiurum	NA
Fenamidona	NA	Teflubenzurum	0,50
Fenamifós	NA	Temefós	NA
Fenarimol	NA	Tepraloxidim	1,00
Fenazaquina	Excluído ou NR	Terbufós	0,05
Fenbuconazol	Excluído ou NR	Terbumetom	Excluído ou NR
Fenhexamida	Excluído ou NR	Terbutrina	Excluído ou NR
Fenmedifam	Excluído ou NR	Tetraconazol	0,20
Fenobucarbe	Excluído ou NR	Tiabendazol	0,01
Fenoxicarbe	Excluído ou NR	Tiacloprido	0,10
Fenpiroximato	NA	Tiametoxam	0,02
Fenpropidina	Excluído ou NR	Tiobencarbe	NA
Fenpropimorfe	NA	Tiodicarbe	0,10
Fentiona	Excluído ou NR	Tiofanato metílico	0,50 / 0,10 (feijão caupi)
Fentiona sulfóxido	Excluído ou NR	Tiofanoxi	Excluído ou NR
Fentoato	Excluído ou NR	Tiofanoxi sulfona	Excluído ou NR
Fenurom	Excluído ou NR	Tiofanoxi sulfóxido	Excluído ou NR
Fonicamida	NA	Tolclofós metílico	Excluído ou NR
Fluazifope-p-butílico	1,00	Tolifluanida	Excluído ou NR
Flubendiamida	NA	Triadimefom	NA
Flufenacete	Excluído ou NR	Triadimenol	NA
Flufenoxurum	NA	Triazofós	0,01
Fluoxastrabina	Excluído ou NR	Triciclazol	NA
Fluquinconazol	0,05	Triclorfom	Excluído ou NR
Flusilazol	Excluído ou NR	Tridemorfe	Excluído ou NR
Flusulfamida	Excluído ou NR	Trifloxistrobina	0,20

APÊNDICE A - Lista de Agrotóxicos Avaliados na Validação e Sua Situação Legal no País – Conclusão

Substância	LMR (mg/kg)	Substância	LMR (mg/kg)
	Feijão		Feijão
Flutiaceto metílico	Excluído ou NR	Triflumizol	NA
Flutolanil	NA	Triflumurom	NA
Flutriafol	0,10 / 0,10 (feijão caupi)	Triflusulfurom metílico	Excluído ou NR
Fluxaproxade	0,03 / 0,03 (feijão caupi)	Triforina	Excluído ou NR
Forclorfenurum	Excluído ou NR	Triticonazol	NA
Fosalona	Excluído ou NR	Vamidotiona	Excluído ou NR
Fosfamidona	Excluído ou NR	Zoxamida	NA
Fosmete	Excluído ou NR	-	-

Fonte: Próprio autor, 2019. Dados: ANVISA, 2019c. NA: não autorizado para cultura. NR: Não registrado no Brasil.

APÊNDICE B - Transições Monitoradas – Continua

Agrotóxico	Transições monitoradas (m/z)	Agrotóxico	Transições monitoradas (m/z)
2,6-Diclorobenzamida	190 > 109 190 > 145	Fosfamidona	300 > 174 300 > 127
3-Hidroxicarbofurano	238 > 163 238 > 181	Fosmete	318 > 160 318 > 133
Abamectina	891 > 305 891 > 567	Foxim	300 > 129 300 > 125
Acefato	184 > 143 184 > 95	Fuberidazol	185 > 157 185 > 156
Acetamiprido	223 > 126 223 > 90	Furalaxil	302 > 95 302 > 242
Acetocloro	270 > 224 270 > 148	Furatiocarbe	383 > 195 383 > 252
Acibenzolar-S-Metílico	211 > 136 211 > 140	Halofenosídeo	331 > 275 331 > 105
Alacloro	270 > 238 270 > 162	Heptenofos	251 > 127 251 > 109
Alanicarbe	400 > 238 400 > 91	Hexaconazol	314 > 70 314 > 159
Aldicarbe	191 > 116 191 > 89	Hexitiazoxi	353 > 228 353 > 168
Aldicarbe Sulfona	223 > 86 223 > 76	Imazalil	297 > 159 297 > 69
Aldicarbe Sulfóxido	207 > 132 207 > 89	Imazapique	276 > 231 276 > 163
Ametrina	228 > 186 228 > 96	Imazapir	262 > 69 262 > 86
Amicarbazona	242 > 143 242 > 85	Imazaquim	312 > 266 312 > 86
Aminocarbe	209 > 137 209 > 152	Imazetapir	290 > 245 290 > 86
Atrazina	216 > 174 216 > 96	Imazosulfurom	413 > 153 413 > 156
Azaconazol	300 > 159 300 > 231	Imibenconazol	411 > 125 411 > 171
Azametifós	325 > 112 325 > 139	Imidacloprido	256 > 175 256 > 209
Azinfós Etílico	345 > 132 > 345 > 160	Indoxacarbe	528 > 203 528 > 218
Azinfós Metílico	318 > 132 318 > 104	Ioxinil	370 > 127 370 > 243
Azoxistrobina	404 > 372 404 > 329	Iprovalicarbe	321 > 119 321 > 203
Benalaxil	326 > 148 326 > 294	Isocarbamida	186 > 87 186 > 130
Bendiocarbe	224 > 167 224 > 109	Isocarbofos	291 > 231 291 > 121
Benfuracarbe	411 > 252 411 > 158	Isofenofos	346 > 245 346 > 217
Benzoato de Emamectina	886 > 126 886 > 302	Isoprocarbe	194 > 95 194 > 137
Bifenazate	301 > 170 301 > 198	Isoprotiolona	291 > 231 291 > 189
Bitertanol	338 > 99 338 > 70	Isoproturom	207 > 72 207 > 46
Boscalida	343 > 307 343 > 271	Isoxaflutol	359 > 251 359 > 220

APÊNDICE B - Transições Monitoradas – Continuação

Agrotóxico	Transições monitoradas (m/z)	Agrotóxico	Transições monitoradas (m/z)
Bromuconazol	376 > 159 376 > 70	Isoxationa	314 > 105 314 > 286
Bupirimato	317 > 108 317 > 272	Lactofem	479 > 344 479 > 462
Buprofezina	306 > 201 306 > 116	Linurom	249 > 160 249 > 182
Butacloro	312 > 238 312 > 162	Malationa	331 > 127 331 > 99
Butocarboxim	213 > 75 213 > 116	Mandipropamida	412 > 328 412 > 125
Butocarboxim Sulfóxido	207 > 132 207 > 75	Mefenacete	299 > 148 299 > 120
Cadusafós	271 > 159 271 > 215	Mefosfolam	270 > 140 270 > 196
Carbaril	219 > 145 219 > 127	Mepanipirim	224 > 106 224 > 77
Carbendazim	192 > 160 192 > 132	Mepronil	270 > 119 270 > 91
Carbetamida	237 > 192 237 > 118	Mesotriona	340 > 228 340 > 104
Carbofurano	222 > 165 222 > 123	Metalaxil-M	280 > 220 280 > 192
Carbossulfano	381 > 118 381 > 160	Metamidofós	142 > 94 142 > 125
Carboxina	236 > 143 236 > 87	Metconazol	320 > 70 320 > 125
Carbutilato	280 > 181 280 > 209	Metfuroxam	230 > 137 230 > 111
Carfrentazona Etilica	412 > 346 412 > 266	Metidationa	303 > 145 303 > 85
Carpropamida	334 > 139 334 > 196	Metiocarbe	226 > 169 226 > 121
Ciazofamida	325 > 108 325 > 261	Metiocarbe Sulfona	275 > 122 275 > 201
Cicloxidine	326 > 280 326 > 180	Metiocarbe Sulfóxido	242 > 185 242 > 122
Ciflufenamida	413 > 203 413 > 295	Metobromurom	259 > 170 259 > 148
Cihexatina	369 > 205 369 > 287	Metomil	163 > 88 163 > 106
Cimoxanil	199 > 128 199 > 111	Metopreno	311 > 279 311 > 191
Ciproconazol	292 > 70 292 > 125	Metoxifenosida	369 > 149 369 > 313
Ciprodinil	226 > 93 226 > 108	Metoxurom	229 > 72 229 > 156
Ciromazina	167 > 60 167 > 125	Metrafenona	409 > 209 409 > 227
Cletodim	360 > 136 360 > 240	Metribuzim	215 > 131 215 > 89
Clodimeforme	197 > 46 197 > 117	Metroprotrina	272 > 198 272 > 170
Clofentezina	303 > 138 303 > 102	Metsulfurom Metilico	382 > 167 382 > 199

APÊNDICE B - Transições Monitoradas - Continuação

Agrotóxico	Transições monitoradas (m/z)	Agrotóxico	Transições monitoradas (m/z)
Clorantraniliprole	484 > 453 484 > 286	Mevinfós	225 > 127 225 > 193
Clorbromurom	294 > 206 294 > 182	Miclobutanil	289 > 70 289 > 125
Clorfenvinfós	359 > 99 359 > 127	Molinato	188 > 126 188 > 55
Clorfluazurom	540 > 383 540 > 158	Monalida	240 > 85 240 > 128
Clorimurom Etilico	415 > 186 415 > 83	Monocrotofós	224 > 127 224 > 98
Cloroxurom	291 > 72 291 > 164	Monolinurom	215 > 148 215 > 99
Clorpirifós	350 > 98 350 > 97	Moxidectina	641 > 528 641 > 498
Clorpirifós Metílico	322 > 125 322 > 290	Neburom	275 > 88 275 > 57
Clotianidina	250 > 169 250 > 132	Nitenpiram	271 > 225 271 > 126
Coumafós	363 > 307 363 > 289	Norflurazom	304 > 284 304 > 160
Cresoxim Metílico	314 > 116 314 > 267	Novalurom	493 > 158 493 > 141
Cumilurom	303 > 185 303 > 125	Nuarimol	315 > 252 315 > 81
Daimurom	269 > 151 269 > 91	Ometoato	214 > 183 214 > 125
Demeton-S-Metílico	231 > 89 231 > 61	Oxadiargil	341 > 151 341 > 230
Desmedifam	318 > 182 318 > 136	Oxadixil	279 > 219 279 > 132
Diafentiurom	385 > 329 385 > 278	Oxamil	237 > 72 237 > 90
Diazinona	305 > 169 305 > 97	Oxamil Oxima	163 > 72 163 > 90
Diclofuanida	350 > 123 350 > 224	Oxicarboxina	268 > 175 268 > 147
Diclorvós	221 > 109 221 > 127	Paclobutrazol	294 > 70 294 > 125
Dicrotofós	238 > 112 238 > 72	Pencicurom	329 > 125 329 > 218
Dietofencarbe	268 > 226 268 > 124	Penconazol	284 > 70 284 > 159
Difenoconazol	406 > 251 406 > 188	Pendimetalina	282 > 212 282 > 194
Diflubenzurom	311 > 158 311 > 113	Picoxistrobina	368 > 205 368 > 145
Dimetenamida	276 > 244 276 > 168	Pimetrozina	218 > 105 218 > 78
Dimetoato	230 > 199 230 > 125	Piperonil Butóxido	356 > 177 356 > 119
Dimetomorfe	388 > 301 388 > 165	Piraclostrobina	388 > 194 388 > 163
Dimoxistrobina	327 > 116 327 > 89	Pirazofós	374 > 222 374 > 194
Diniconazol	326 > 70 326 > 159	Piridabem	365 > 147 365 > 309
Dinotefuram	203 > 129 203 > 123	Piridafentiona	341 > 189 341 > 92

APÊNDICE B - Transições Monitoradas - Continuação

Agrotóxico	Transições monitoradas (m/z)	Agrotóxico	Transições monitoradas (m/z)
Dioxacarbe	224 > 167 224 > 123	Pirifenoxi	295 > 93 295 > 66
Dissulfotom	275 > 89 275 > 61	Pirimetanil	200 > 107 200 > 82
DMSA	201 > 92 201 > 137	Pirimicarbe	239 > 72 239 > 182
DMST	215 > 106 215 > 79	Pirimicarbe Desmetil	225 > 72 225 > 168
Dodemorfe	282 > 116 282 > 98	Pirimifós Etilico	334 > 198 334 > 182
Dodina	228 > 57 228 > 60	Pirimifós Metílico	306 > 108 306 > 67
Doramectina	917 > 331 917 > 593	Piriproxifem	322 > 96 322 > 185
Epoxiconazol	330 > 121 330 > 123	Procloraz	376 > 308 376 > 266
Eprinomectina	915 > 186 915 > 144	Profam	180 > 120 180 > 138
EPTC	190 > 128 190 > 86	Profenofós	375 > 305 375 > 347
Espinetoram	749 > 142 749 > 98	Prometom	226 > 184 226 > 86
Espinosade A	733 > 142 733 > 98	Prometrina	242 > 158 242 > 200
Espinosade D	747 > 142 747 > 98	Propanil	218 > 162 218 > 127
Espirodiclofeno	411 > 71 411 > 313	Propargito	368 > 231 368 > 175
Espiromesifeno	371 > 273 371 > 255	Propazina	230 > 146 230 > 188
Espirotetramato	374 > 330 374 > 302	Propiconazol	342 > 69 342 > 159
Espiroxamina	298 > 144 298 > 100	Propizamida (Pronamida)	256 > 190 256 > 173
Esprocarbe	266 > 91 266 > 71	Propoxur	210 > 111 210 > 93
Etidimuram	265 > 208 265 > 114	Proquinazide	373 > 289 373 > 331
Etiofencarbe	226 > 107 226 > 169	Quinalfós	299 > 163 299 > 147
Etiofencarbe Sulfona	275 > 107 275 > 201	Quinoxifem	308 > 197 308 > 162
Etiofencarbe Sulfóxido	242 > 107 242 > 185	Quizalofope-P-etilico	379 > 211 379 > 115
Etiona	385 > 199 385 > 143	Rotenona	395 > 213 395 > 192
Etiprole	414 > 351 414 > 255	Sebutilazina	230 > 174 230 > 96
Etirimol	210 > 140 210 > 98	Sidurom	233 > 94 233 > 137
Etobenzanida	340 > 179 340 > 149	Simazina	202 > 132 202 > 124
Etofenproxi	394 > 177 394 > 107	Simetrina	214 > 124 214 > 96

APÊNDICE B - Transições Monitoradas - Continuação

Agrotóxico	Transições monitoradas (m/z)	Agrotóxico	Transições monitoradas (m/z)
Etofumesato	287 > 121 287 > 259	Sulfentrazona	387 > 146 387 > 307
Etoprofós	243 > 131 243 > 97	Tebuconazol	308 > 70 308 > 125
Etoxazol	360 > 141 360 > 57	Tebufenosida	353 > 133 353 > 297
Etrinfós	293 > 125 293 > 265	Tebufenpirade	334 > 117 334 > 145
Famoxadona	392 > 331 392 > 238	Tebutiurum	229 > 172 229 > 116
Fenamidona	312 > 92 312 > 236	Temefós	467 > 419 467 > 125
Fenamifós	304 > 217 304 > 202	Tepraloxidim	342 > 250 342 > 166
Fenarimol	331 > 268 331 > 81	Terbufós	289 > 103 289 > 57
Fenazaquina	307 > 57 307 > 161	Terbumetom	226 > 170 226 > 114
Fenbuconazol	337 > 125 337 > 70	Terbutrina	242 > 186 242 > 91
Fenhexamida	302 > 97 302 > 55	Tetraconazol	372 > 159 372 > 70
Fenmedifam	301 > 168 301 > 136	Tiabendazol	202 > 175 202 > 131
Fenobucarbe	208 > 95 208 > 152	Tiacloprido	253 > 126 253 > 90
Fenoxicarbe	302 > 88 302 > 116	Tiametoxam	292 > 211 292 > 181
Fenpiroximato	422 > 366 422 > 138	Tiobencarbe	257 > 124 257 > 100
Fenpropidina	274 > 147 274 > 86	Tiodicarbe	355 > 88 355 > 108
Fenpropimorfe	304 > 147 304 > 130	Tiofanato Metílico	343 > 151 343 > 93
Fentiona	279 > 169 279 > 105	Tiofanoxi	219 > 57 219 > 76
Fentiona Sulfóxido	295 > 109 295 > 79	Tiofanoxi Sulfona	268 > 57 268 > 76
Fentoato	321 > 247 321 > 163	Tiofanoxi Sulfóxido	252 > 235 252 > 178
Fenurom	165 > 72 165 > 46	Tolclofós Metílico	301 > 269 301 > 175
Flonicamida	230 > 203 230 > 148	Tolifluanida	363 > 238 363 > 137
Fluazifope-p-butílico	384 > 282 384 > 328	Triadimefom	294 > 69 294 > 197
Flubendiamida	683 > 274 683 > 408	Triadimenol	296 > 70 296 > 99
Flufenacete	364 > 194 364 > 152	Triazofós	314 > 162 314 > 119
Flufenoxurom	489 > 158 489 > 141	Triciclozol	190 > 162 190 > 136
Fluoxastrabina	459 > 427 459 > 188	Triclorfom	257 > 109 257 > 127
Fluquinconazol	376 > 349 376 > 108	Tridemorfe	298 > 57 298 > 98
Flusilazol	316 > 247 316 > 165	Trifloxistrobina	409 > 186 409 > 145

APÊNDICE B - Transições Monitoradas - Conclusão

Agrotóxico	Transições monitoradas (m/z)	Agrotóxico	Transições monitoradas (m/z)
Flusulfamida	413 > 171 413 > 179	Triflumizol	346 > 278 346 > 73
Flutiaceto Metílico	404 > 274 404 > 215	Triflumurom	359 > 156 359 > 139
Flutolanil	324 > 262 324 > 65	Triflusulfurom Metílico	493 > 264 493 > 96
Flutriafol	302 > 70 302 > 123	Triforina	435 > 390 435 > 215
Fluxaproxade	382 > 342 382 > 314	Triticonazol	318 > 70 318 > 125
Forclorfenurom	248 > 129 248 > 93	Vamidotiona	288 > 146 288 > 118
Fosalona	368 > 182 368 > 111	Zoxamida	336 > 187 336 > 159

Fonte: Próprio autor, 2020.

APÊNDICE C – Resultados da Avaliação de r e R² - Continua

Substância	Avaliação da curva analítica		Substância	Avaliação da curva analítica	
	r	R ²		r	R ²
2,6-Diclorobenzamida	0,98	0,95	Fosmete	1,00	1,00
3-Hidroxicarbofurano	1,00	1,00	Foxim	0,98	0,95
Abamectina	0,97	0,94	Fuberidazol	1,00	1,00
Acefato	1,00	1,00	Furalaxil	1,00	1,00
Acetamiprido	1,00	1,00	Furatiocarbe	1,00	1,00
Acetocloro	1,00	0,99	Halofenosídeo	0,97	0,94
Acibenzolar-s-metílico	0,99	0,98	Heptenofós	1,00	1,00
Alacloro 1	1,00	1,00	Hexaconazol	1,00	1,00
Alacloro 2	1,00	1,00	Hexitiazoxi	0,99	0,99
Alanicarbe	0,98	0,96	Imazalil	1,00	1,00
Aldicarbe	0,98	0,96	Imazapique	1,00	1,00
Aldicarbe sulfona	1,00	1,00	Imazapir	1,00	1,00
Aldicarbe sulfóxido	1,00	1,00	Imazaquim	1,00	1,00
Ametrina	1,00	1,00	Imazetapir	1,00	1,00
Amicarbazona	0,99	0,98	Imazosulfurom	1,00	1,00
Aminocarbe	1,00	1,00	Imibenconazol	1,00	0,99
Atrazina	1,00	1,00	Imidacloprido	1,00	1,00
Azaconazol	1,00	1,00	Indoxacarbe	1,00	1,00
Azametifós	1,00	1,00	Ioxinil	0,98	0,95
Azinfós etílico	0,99	0,98	Iprovalicarbe	1,00	1,00
Azinfós metílico	0,99	0,99	Isocarbamida	1,00	1,00
Azoxistrobina	1,00	1,00	Isocarbofós	1,00	1,00
Benalaxil	1,00	1,00	Isofenofós	1,00	0,99
Bendiocarbe	1,00	1,00	Isoprocarbe	1,00	1,00
Benfuracarbe	0,92	0,85	Isoprotiolona	1,00	1,00
Benzoato de emamectina	1,00	1,00	Isoproturom	1,00	1,00
Bifenazate	1,00	0,99	Isoxaflutol	0,97	0,95
Bitertanol	0,99	0,98	Isoxationa	1,00	1,00
Boscalida	1,00	1,00	Lactofem	1,00	1,00
Bromuconazol	1,00	0,99	Linurom	1,00	0,99

APÊNDICE C – Resultados da Avaliação de r e R² - Continuação

Substância	Avaliação da curva analítica		Substância	Avaliação da curva analítica	
	r	R ²		r	R ²
Bupirinato	1,00	1,00	Malationa	1,00	1,00
Buprofezina	1,00	1,00	Mandipropamida	1,00	1,00
Butacloro	1,00	0,99	Mefenacete	1,00	1,00
Butocarboxim	1,00	1,00	Mefosfolam	1,00	1,00
Butocarboxim sulfóxido	1,00	1,00	Mepanipirim	1,00	1,00
Cadusafós	1,00	1,00	Mepronil	1,00	1,00
Carbaril	1,00	1,00	Mesotriona	1,00	1,00
Carbendazim	1,00	1,00	Metalaxil-M	1,00	1,00
Carbetamida	1,00	1,00	Metamidofós	1,00	0,99
Carbofurano	1,00	1,00	Metconazol	1,00	1,00
Carbossulfano	0,11	0,01	Metfuroxam	1,00	1,00
Carboxina	1,00	1,00	Metidationa	1,00	1,00
Carbutilato	1,00	0,99	Metiocarbe	1,00	1,00
Carfentrazona etílica	1,00	1,00	Metiocarbe sulfona	1,00	1,00
Carpropamida	1,00	0,99	Metiocarbe sulfóxido	1,00	1,00
Ciazofamida	1,00	1,00	Metobromurom	1,00	0,99
Cicloxidine	1,00	1,00	Metomil	1,00	1,00
Ciflufenamida	1,00	0,99	Metopreno	0,99	0,98
Cihexatina	0,98	0,95	Metoxifenosida	1,00	0,99
Cimoxanil	1,00	0,99	Metoxurom	1,00	1,00
Ciproconazol	1,00	1,00	Metrafenona	1,00	1,00
Ciprodinil	1,00	1,00	Metribuzim	1,00	1,00
Ciromazina	0,97	0,93	Metroprotrina	1,00	1,00
Cletodim	0,97	0,94	Metsulfurom metílico	1,00	1,00
Clodimeforme	1,00	0,99	Mevinfós	1,00	1,00
Clofentezina	0,97	0,93	Miclobutanil	1,00	1,00
Clorantraniliprole	1,00	1,00	Molinato	0,99	0,99
Clorbromurom	1,00	1,00	Monalida	1,00	1,00
Clorfenvinfós	1,00	1,00	Monocrotofós	1,00	1,00
Clorfluazurom	1,00	1,00	Monolinurom	1,00	1,00

APÊNDICE C – Resultados da Avaliação de r e R² - Continuação

Substância	Avaliação da curva analítica		Substância	Avaliação da curva analítica	
	r	R ²		r	R ²
Clorimurum etílico	1,00	0,99	Moxidectina	0,99	0,98
Cloroxurom	1,00	1,00	Neburom	1,00	1,00
Clorpirifós	1,00	0,99	Nitenpiram	1,00	1,00
Clorpirifós metílico	0,99	0,97	Norflurazom	1,00	1,00
Clotianidina	1,00	1,00	Novalurom	0,83	0,69
Coumafós	1,00	1,00	Nuarimol	1,00	1,00
Cresoxim metílico	1,00	0,99	Ometoato	1,00	1,00
Cumilurum	0,98	0,96	Oxadiargil	0,99	0,98
Daimurum	1,00	1,00	Oxadixil	1,00	1,00
Demeton-S-metílico	1,00	1,00	Oxamil	1,00	1,00
Desmedifam	1,00	1,00	Oxamil oxima	1,00	1,00
Diafentiurom	0,99	0,98	Oxicarboxina	1,00	1,00
Diazinona	1,00	1,00	Paclobutrazol	1,00	1,00
Diclofluanida	1,00	0,99	Pencicururom	1,00	0,99
Diclorvós	1,00	1,00	Penconazol	1,00	0,99
Dicrotofós	1,00	1,00	Pendimetalina	1,00	1,00
Dietofencarbe	1,00	1,00	Picoxistrobina	1,00	1,00
Difenoconazol	1,00	1,00	Pimetrozina	1,00	0,99
Diflubenzurom	1,00	1,00	Piperonil butóxido	1,00	1,00
Dimetenamida	1,00	1,00	Piraclostrobina	1,00	1,00
Dimetoato	1,00	1,00	Pirazofós	1,00	1,00
Dimetomorfe	1,00	1,00	Piridabem	1,00	1,00
Dimoxistrobina	1,00	1,00	Piridafentiona	1,00	1,00
Diniconazol	1,00	1,00	Pirifenoxi	1,00	1,00
Dinotefuram	0,94	0,89	Pirimetamil	1,00	1,00
Dioxacarbe	1,00	1,00	Pirimicarbe	1,00	1,00
Dissulfotom	0,99	0,97	Pirimicarbe desmetil	1,00	1,00
DMSA	1,00	1,00	Pirimifós etílico	1,00	1,00
DMST	1,00	1,00	Pirimifós metílico	1,00	1,00
Dodemorfe	1,00	1,00	Piriproxifem	1,00	1,00

APÊNDICE C – Resultados da Avaliação de r e R² - Continuação

Substância	Avaliação da curva analítica		Substância	Avaliação da curva analítica	
	r	R ²		r	R ²
Dodina	1,00	1,00	Procloraz	1,00	1,00
Doramectina	0,98	0,95	Profam	0,76	0,58
Epoxiconazol	1,00	1,00	Profenofós	1,00	0,99
Eprinomectina	0,96	0,92	Prometom	1,00	1,00
EPTC	1,00	1,00	Prometrina	1,00	1,00
Espineteram	1,00	1,00	Propanil	0,94	0,89
Espinosade A	1,00	1,00	Propargito	1,00	1,00
Espinosade D	1,00	1,00	Propazina	1,00	1,00
Espirodiclofeno	1,00	1,00	Propiconazol	1,00	1,00
Espiromesifeno	0,85	0,73	Propizamida (Pronamida)	0,99	0,98
Espirotetramato	1,00	1,00	Propoxur	1,00	1,00
Espiroxamina	1,00	1,00	Proquinazide	1,00	1,00
Esprocarbe	1,00	1,00	Protioconazol	0,92	0,85
Etidimurom	1,00	0,99	Quinalfós	1,00	1,00
Etiofencarbe	1,00	1,00	Quinoxifem	1,00	1,00
Etiofencarbe sulfona	1,00	1,00	Quizalofope etílico	0,99	0,98
Etiofencarbe sulfóxido	1,00	1,00	Rotenona	1,00	1,00
Etiona	1,00	1,00	Sebutilazina	1,00	1,00
Etiprole	1,00	0,99	Siduum	1,00	1,00
Etirimol	1,00	1,00	Simazina	1,00	1,00
Etobenzanida	0,99	0,97	Simetrina	1,00	1,00
Etopenproxi	1,00	1,00	Sulfentrazone	0,99	0,97
Etofumesato	1,00	1,00	Tebuconazol	1,00	1,00
Etoprofós	1,00	1,00	Tebufenosida	1,00	1,00
Etoxazol	1,00	1,00	Tebufenpirade	1,00	0,99
Etrinifós	1,00	0,99	Tebutiurum	1,00	1,00
Famoxadona	1,00	0,99	Teflubenzurom	0,79	0,63
Fenamidona	1,00	1,00	Temefós	1,00	1,00
Fenarimol	0,99	0,99	Tepraloxidim 2	1,00	0,99
Fenamifós	1,00	0,99	Tepraloxidim 1	1,00	0,99

APÊNDICE C – Resultados da Avaliação de r e R² - Conclusão

Substância	Avaliação da curva analítica		Substância	Avaliação da curva analítica	
	r	R ²		r	R ²
Fenazaquina	1,00	1,00	Terbufós	1,00	0,99
Fenbuconazol	1,00	1,00	Terbumetom	1,00	1,00
Fenhexamida	1,00	0,99	Terbutrina	1,00	1,00
Fenmedifam	1,00	1,00	Tetraconazol	1,00	1,00
Fenobucarbe	1,00	1,00	Tiabendazol	1,00	1,00
Fenoxicarbe	1,00	1,00	Tiacloprido	1,00	1,00
Fenpiroximato	1,00	1,00	Tiametoxam	1,00	1,00
Fenpropidina	1,00	1,00	Tiobencarbe	1,00	0,99
Fenpropimorfe	1,00	1,00	Tiodicarbe	1,00	1,00
Fentiona	0,95	0,90	Tiofanato metílico	1,00	0,99
Fentiona sulfóxido	1,00	1,00	Tiofanoxi	0,95	0,91
Fentoato	1,00	1,00	Tiofanoxi sulfona	1,00	1,00
Fenurom	1,00	1,00	Tiofanoxi sulfóxido	1,00	1,00
Fonicamida	0,99	0,98	Tolclofós metílico	0,86	0,74
Fluazifope-p-butílico	1,00	1,00	Tolifluanida	1,00	1,00
Flubendiamida	0,65	0,42	Triadimefom	1,00	1,00
Flufenacete	1,00	1,00	Triadimenol	1,00	0,99
Flufenoxurom	1,00	0,99	Triazofós	1,00	0,99
Fluoxastrabina	1,00	1,00	Triciclazol	1,00	1,00
Fluquinconazol	0,99	0,98	Triclorfom	1,00	1,00
Flusilazol	1,00	1,00	Tridemorfe	1,00	1,00
Flusulfamida	0,94	0,88	Trifloxistrobina	1,00	1,00
Flutiaceto metílico	0,98	0,96	Triflumizol	1,00	1,00
Flutolanil	1,00	1,00	Triflumurom	0,98	0,97
Flutriafol	1,00	1,00	Triflusulfurom metílico	1,00	1,00
Fluxapiroxade	1,00	1,00	Triforina	1,00	0,99
Forclorfenurom	1,00	1,00	Triticonazol	0,99	0,99
Fosalona	1,00	1,00	Vamidotiona	1,00	1,00
Fosfamidona	1,00	1,00	Zoxamida	1,00	1,00

Fonte: Próprio autor, 2020. Nota: agrotóxicos em negrito apresentaram $r < 0,98$ e/ou $R^2 < 0,95$.

APÊNDICE D – Resultados da Avaliação de Precisão - Continua

Substância	Precisão		Substância	Precisão	
	Critério: CV ≤ 20 %			Critério: CV ≤ 20 %	
	Nível 1	Nível 2		Nível 1	Nível 2
2,6-Diclorobenzamida	35	30	Fosmete	5	3
3-Hidroxicarbofurano	9	7	Foxim	34	21
Abamectina	25	10	Fuberidazol	9	5
Acefato	7	3	Furalaxil	5	6
Acetamiprido	4	4	Furatiocarbe	4	3
Acetocloro	13	15	<i>Halofenosídeo</i>	15	18
Acibenzolar-s-metilico	24	8	Heptenofós	10	9
Alacloro 1	7	8	Hexaconazol	9	7
Alacloro 2	4	9	Hexitiazoxi	7	8
Alanicarbe	18	15	Imazalil	7	7
Aldicarbe	16	25	Imazapique	10	6
Aldicarbe sulfona	8	7	Imazapir	143	33
Aldicarbe sulfóxido	6	6	Imazaquim	22	9
Ametrina	4	4	Imazetapir	4	7
Amicarbazona	4	8	Imazosulfurom	20	18
Aminocarbe	4	4	Imibenconazol	14	14
Atrazina	6	4	Imidacloprido	8	13
Azaconazol	5	2	Indoxacarbe	9	15
Azametifós	4	6	loxinil	SR	SR
Azinfós etílico	22	15	lprovalicarbe	5	5
Azinfós metílico	11	7	Isocarbamida	4	3
Azoxistrobina	6	5	Isocarbofós	10	14
Benalaxil	8	7	Isofenofós	26	17
Bendiocarbe	6	6	Isoprocabe	6	5
Benfuracarbe	SR	SR	Isoprotiolona	6	5
Benzoato de emamectina	10	7	Isoproturom	4	5
Bifenazate	180	83	Isoxaflutol	19	23
Bitertanol	10	12	Isoxationa	12	6
Boscalida	10	12	Lactofem	10	8

APÊNDICE D – Resultados da Avaliação de Precisão - Continuação

Substância	Precisão		Substância	Precisão	
	Critério: CV ≤ 20 %			Critério: CV ≤ 20 %	
	Nível 1	Nível 2		Nível 1	Nível 2
Bromuconazol	30	10	Linurom	9	12
Bupirimato	5	5	Malationa	7	5
Buprofezina	4	4	Mandipropamida	5	5
Butacloro	5	9	Mefenacete	4	5
Butocarboxim	29	25	Mefosfolam	5	5
Butocarboxim sulfóxido	5	4	Mepanipirim	10	5
Cadusafós	19	11	Mepronil	5	4
Carbaril	2	5	Mesotriona	15	12
Carbendazim	5	3	Metalaxil-M	5	5
Carbetamida	5	6	Metamidofós	37	10
Carbofurano	4	4	Metconazol	8	6
Carbossulfano	93	203	Metfuroxam	5	10
Carboxina	5	5	Metidationa	2	4
Carbutilato	21	13	Metiocarbe	5	5
Carfentrazona etílica	4	5	Metiocarbe sulfona	7	6
Carpropamida	6	8	Metiocarbe sulfóxido	3	5
Ciazofamida	8	4	Metobromurom	7	8
Cicloxidine	8	6	Metomil	4	3
Ciflufenamida	12	10	Metopreno	16	13
Cihexatina	SR	300	Metoxifenosida	12	7
Cimoxanil	10	8	Metoxurom	6	5
Ciproconazol	7	5	Metrafenona	10	5
Ciprodinil	11	4	Metribuzim	15	13
Ciromazina	SR	SR	Metroprotrina	4	5
Cletodim	6	42	Metsulfurom metílico	9	7
Clodimeforme	20	11	Mevinfós	9	14
Clofentezina	80	41	Miclobutanil	10	6
Clorantraniliprole	25	13	Molinato	16	13
Clorbromurom	13	7	Monalida	13	6

APÊNDICE D – Resultados da Avaliação de Precisão - Continuação

Substância	Precisão		Substância	Precisão	
	Critério: CV ≤ 20 %			Critério: CV ≤ 20 %	
	Nível 1	Nível 2		Nível 1	Nível 2
Clorfenvinfós	11	7	Monocrotofós	8	4
Clorfluazurom	12	9	Monolinurom	5	7
Clorimurom etílico	23	19	Moxidectina	27	14
Cloroxurom	6	6	Neburom	7	5
Clorpirifós	8	11	Nitenpiram	11	10
Clorpirifós metílico	106	46	Norflurazom	8	6
Clotianidina	11	9	Novalurom	SR	122
Coumafós	15	5	Nuarimol	12	18
Cresoxim metílico	17	11	Ometoato	10	5
Cumilurom	7	11	Oxadiargil	37	28
Daimurom	7	5	Oxadixil	5	4
Demeton-S-metílico	14	9	Oxamil	7	6
Desmedifam	4	4	Oxamil oxima	8	4
Diafentiurom	SR	SR	Oxicarboxina	5	5
Diazinona	5	4	Paclobutrazol	10	2
Diclofluánida	159	197	Pencicurom	25	12
Diclorvós	179	93	Penconazol	10	8
Dicrotofós	8	4	Pendimetalina	11	7
Dietofencarbe	8	7	Picoxistrobina	5	3
Difenoconazol	18	12	Pimetrozina	224	10
Diflubenzurom	10	6	Piperonil butóxido	4	4
Dimetenamida	5	4	Piraclostrobina	8	6
Dimetoato	7	5	Pirazofós	7	2
Dimetomorfe	7	4	Piridabem	8	6
Dimoxistrobina	3	4	Piridafentiona	6	8
Diniconazol	19	6	Pirifenoxi	8	3
Dinotefuram	SR	8	Pirimetanil	3	4
Dioxacarbe	4	6	Pirimicarbe	4	5
Dissulfotom	20	20	Pirimicarbe desmetil	7	6

APÊNDICE D – Resultados da Avaliação de Precisão - Continuação

Substância	Precisão		Substância	Precisão	
	Critério: CV ≤ 20 %			Critério: CV ≤ 20 %	
	Nível 1	Nível 2		Nível 1	Nível 2
DMSA	10	10	Pirimifós etílico	4	2
DMST	3	6	Pirimifós metílico	10	6
Dodemorfe	3	4	Piriproxifem	5	3
Dodina	22	12	Procloraz	5	8
Doramectina	27	12	Profam	SR	SR
Epoxiconazol	7	7	Profenofós	10	7
<i>Eprinomectina</i>	11	12	Prometom	6	5
EPTC	14	9	Prometrina	3	5
Espinetoram	4	5	Propanil	22	15
Espinosade A	24	13	Propargito	5	4
Espinosade D	4	4	Propazina	5	4
Espirodiclofeno	10	6	Propiconazol	9	10
Espiromesifeno	17	21	Propizamida (Pronamida)	19	12
Espirotetramato	12	9	Propoxur	3	7
Espiroxamina	4	4	Proquinazide	31	13
Esprocarbe	4	4	Protioconazol	175	125
Etidimuirom	15	8	Quinalfós	5	7
Etiofencarbe	4	7	Quinoxifem	5	3
Etiofencarbe sulfona	7	3	Quizalofope-P-etílico	16	10
Etiofencarbe sulfóxido	9	4	Rotenona	19	4
Etiona	7	5	Sebutilazina	4	4
Etiprole	14	12	Siduirom	5	6
Etirimol	4	5	Simazina	13	7
Etobenzanida	25	18	Simetrina	6	5
Etofenproxi	9	7	Sulfentrazona	17	22
Etofumesato	11	7	Tebuconazol	111	14
Etoprofós	4	5	Tebufenosida	7	10
Etoxazol	5	4	Tebufenpirade	9	8
Etrinifós	12	16	Tebutiuirom	5	7

APÊNDICE D – Resultados da Avaliação de Precisão - Continuação

Substância	Precisão		Substância	Precisão	
	Critério: CV ≤ 20 %			Critério: CV ≤ 20 %	
	Nível 1	Nível 2		Nível 1	Nível 2
Famoxadona	18	15	Teflubenzurom	73	42
Fenamidona	8	8	Temefós	8	7
Fenamifós	6	4	Tepraloxidim 1	15	19
Fenarimol	38	17	Tepraloxidim 2	21	15
Fenazaquina	6	4	Terbufós	13	10
Fenbuconazol	10	5	Terbumetom	3	2
Fenhexamida	15	13	Terbutrina	5	4
Fenmedifam	5	7	Tetraconazol	7	8
Fenobucarbe	4	4	Tiabendazol	6	6
Fenoxicarbe	14	5	Tiacloprido	3	5
Fenpiroximato	3	4	Tiametoxam	6	4
Fenpropidina	5	6	Tiobencarbe	13	23
Fenpropimorfe	6	4	Tiodicarbe	151	104
Fentiona	316	95	Tiofanato metílico	52	17
Fentiona sulfóxido	6	5	Tiofanoxi	13	22
Fentoato	8	5	Tiofanoxi sulfona	5	7
Fenurom	5	6	Tiofanoxi sulfóxido	8	9
Flonicamida	30	20	Tolclofós metílico	88	47
Fluazifope-p-butílico	3	3	Tolifluanida	SR	SR
Flubendiamida	200	84	Triadimefom	19	10
Flufenacete	6	4	Triadimenol	20	11
Flufenoxurom	7	6	Triazofós	6	3
Fluoxastrabina	6	6	Triciclazol	5	5
Fluquinconazol	40	20	Triclorfom	12	7
Flusilazol	7	7	Tridemorfe	6	8
Flusulfamida	SR	8	Trifloxistrobina	3	2
Flutiaceto metílico	52	28	Triflumizol	5	5
Flutolanil	4	4	Triflumuro	12	13
Flutriafol	8	4	Triflusulfurom metílico	4	6

APÊNDICE D – Resultados da Avaliação de Precisão - Conclusão

Substância	Precisão		Substância	Precisão	
	Critério: CV ≤ 20 %			Critério: CV ≤ 20 %	
	Nível 1	Nível 2		Nível 1	Nível 2
Fluxaproxade	16	7	Triforina	17	15
Forclorfenurum	6	3	Triticonazol	10	9
Fosalona	7	4	Vamidotiona	4	3
Fosfamidona	7	5	Zoxamida	10	6

Fonte: Próprio autor, 2020. Nota: agrotóxicos em negrito apresentaram CV > 20 % em pelo menos um dos níveis analisados. Agrotóxicos em itálico não atingiram o critério anterior.

APÊNDICE E – Resultados da Avaliação de Exatidão – Continua

Substância	N1		N2	
	Conc. (mg/kg)	Rec. (%)	Conc. (mg/kg)	Rec. (%)
<i>2,6-Diclorobenzamida</i>	0,0048	73	0,0101	76
3-Hidroxicarbofurano	0,0054	80	0,0116	88
<i>Abamectina</i>	0,0075	109	0,0139	104
Acefato	0,0039	55	0,0097	73
Acetamiprido	0,0051	76	0,0115	86
Acetocloro	0,0059	85	0,0125	94
<i>Acibenzolar-s-metílico</i>	0,0067	97	0,0110	82
Alacloro 1	0,0052	76	0,0129	97
Alacloro 2	0,0071	103	0,0142	107
Alanicarbe	0,0072	107	0,0128	96
<i>Aldicarbe</i>	0,0054	79	0,0125	94
Aldicarbe sulfona	0,0056	83	0,0121	90
Aldicarbe sulfóxido	0,0050	74	0,0107	81
Ametrina	0,0067	95	0,0127	95
Amicarbazona	0,0089	129	0,0148	112
Aminocarbe	0,0052	78	0,0112	85
Atrazina	0,0062	90	0,0124	93
Azaconazol	0,0067	95	0,0125	94
Azametifós	0,0051	76	0,0109	83
Azinfós etílico	0,0046	65	0,0118	89
Azinfós metílico	0,0062	90	0,0132	99
Azoxistrobina	0,0062	89	0,0130	97
Benalaxil	0,0048	70	0,0118	88
Bendiocarbe	0,0057	84	0,0119	91
Benfuracarbe	SR	SR	SR	SR
Benzoato de emamectina	0,0071	102	0,0148	111
Bifenazate	0,0007	4	0,0033	21
Bitertanol	0,0130	191	0,0180	135
Boscalida	0,0056	81	0,0127	96
Bromuconazol	0,0040	58	0,0106	80

APÊNDICE E – Resultados da Avaliação de Exatidão – Continuação

Substância	N1		N2	
	Conc. (mg/kg)	Rec. (%)	Conc. (mg/kg)	Rec. (%)
Bupirinato	0,0065	96	0,0138	104
Buprofezina	0,0069	99	0,0131	98
Butacloro	0,0080	116	0,0155	116
Butocarboxim	0,0046	67	0,0104	78
Butocarboxim sulfóxido	0,0057	83	0,0115	86
Cadusafós	0,0058	84	0,0122	92
Carbaril	0,0058	82	0,0123	97
Carbendazim	0,0055	79	0,0112	84
Carbetamida	0,0059	86	0,0121	91
Carbofurano	0,0070	100	0,0148	111
Carbossulfano	0,3269	3800	0,3373	758
Carboxina	0,0060	90	0,0116	87
Carbutilato	0,0048	68	0,0122	92
Carfentrazona etílica	0,0059	85	0,0121	92
Carpropamida	0,0070	101	0,0139	104
Ciazofamida	0,0064	93	0,0133	101
Cicloxadine	0,0060	86	0,0119	89
Ciflufenamida	0,0053	77	0,0131	99
Cihexatina	SR	SR	0,0020	2
Cimoxanil	0,0060	87	0,0117	88
Ciproconazol	0,0069	101	0,0130	98
Ciprodinil	0,0063	90	0,0128	96
Ciromazina	SR	SR	SR	SR
Cletodim	0,0118	171	0,0149	111
Clodimeforme	0,0040	57	0,0087	66
Clofentezina	0,0023	30	0,0089	67
Clorantraniliprole	0,0050	74	0,0115	86
Clorbromurom	0,0064	94	0,0142	106
Clorfenvinfós	0,0060	89	0,0133	99
Clorfluazurom	0,0072	105	0,0127	95

APÊNDICE E – Resultados da Avaliação de Exatidão – Continuação

Substância	N1		N2	
	Conc. (mg/kg)	Rec. (%)	Conc. (mg/kg)	Rec. (%)
<i>Clorimuirom etílico</i>	0,0056	81	0,0113	87
Cloroxurom	0,0051	74	0,0119	90
Clorpirifós	0,0079	118	0,0145	110
<i>Clorpirifós metílico</i>	0,0030	32	0,0076	57
Clotianidina	0,0062	91	0,0131	98
Coumafós	0,0055	79	0,0132	98
Cresoxim metílico	0,0062	90	0,0126	94
Cumiluirom	0,0133	193	0,0163	121
Daiuirom	0,0066	95	0,0132	100
Demeton-S-metílico	0,0068	99	0,0132	99
Desmedifam	0,0060	88	0,0127	96
<i>Diafentuirom</i>	SR	SR	SR	SR
Diazinona	0,0067	93	0,0132	98
<i>Diclofluaniada</i>	0,0000	1	0,0002	1
<i>Diclorvós</i>	0,0000	1	0,0010	6
Dicrotofós	0,0045	66	0,0110	81
Dietofencarbe	0,0067	99	0,0138	103
Difenoconazol	0,0036	53	0,0094	72
Diflubenzurom	0,0077	112	SR	SR
Dimetenamida	0,0059	87	0,0142	107
Dimetoato	0,0051	75	0,0127	94
Dimetomorfe	0,0065	96	0,0112	84
Dimoxistrobina	0,0060	85	0,0129	97
Diniconazol	0,0061	88	0,0127	94
<i>Dinotefuram</i>	SR	SR	0,0127	94
Dioxacarbe	0,0060	89	0,0343	257
Dissulfotom	0,0075	110	0,0120	91
DMSA	0,0247	357	SR	SR
DMST	0,0082	121	0,0455	340
Dodemorfe	0,0056	81	0,0171	129

APÊNDICE E – Resultados da Avaliação de Exatidão – Continuação

Substância	N1		N2	
	Conc. (mg/kg)	Rec. (%)	Conc. (mg/kg)	Rec. (%)
Dodina	0,0030	42	0,0114	86
<i>Doramectina</i>	0,0072	104	0,0083	61
Epoxiconazol	0,0064	93	0,0132	98
Eprinomectina	0,0106	154	0,0127	95
EPTC	0,0056	81	0,0161	120
Espinetoram	0,0067	98	0,0126	95
Espinosade A	0,0040	58	0,0136	100
Espinosade D	0,0079	117	0,0106	79
Espirodiclofeno	0,0055	79	0,0146	110
<i>Espiromesifeno</i>	0,0076	110	0,0126	96
Espirotetramato	0,0053	78	0,0159	119
Espiroxamina	0,0061	88	0,0106	80
Esprocarbe	0,0067	98	0,0126	95
Etidimurom	0,0036	53	0,0132	100
Etiofencarbe	0,0058	84	0,0112	85
Etiofencarbe sulfona	0,0058	85	0,0119	89
Etiofencarbe sulfóxido	0,0058	82	0,0119	89
Etiona	0,0063	93	0,0120	89
Etiprole	0,0084	122	0,0137	101
Etirimol	0,0052	77	0,0144	109
Etobenzanida	0,0040	60	0,0107	80
Etofenproxi	0,0049	70	0,0105	79
Etofumesato	0,0056	81	0,0106	80
Etoprofós	0,0055	79	0,0126	96
Etozazol	0,0057	83	0,0123	93
Etrinfós	0,0054	80	0,0131	96
Famoxadona	0,0059	84	0,0101	76
Fenamidona	0,0064	93	0,0132	100
Fenamifós	0,0057	82	0,0129	96
Fenarimol	0,0044	65	0,0121	91

APÊNDICE E – Resultados da Avaliação de Exatidão – Continuação

Substância	N1		N2	
	Conc. (mg/kg)	Rec. (%)	Conc. (mg/kg)	Rec. (%)
Fenazaquina	0,0053	77	0,0114	86
Fenbuconazol	0,0057	86	0,0123	92
Fenhexamida	0,0036	53	0,0111	83
Fenmedifam	0,0064	96	0,0124	93
Fenobucarbe	0,0060	85	0,0124	94
Fenoxicarbe	0,0042	62	0,0112	83
Fenpiroximato	0,0070	102	0,0141	106
Fenpropidina	0,0062	90	0,0124	92
Fenpropimorfe	0,0060	86	0,0126	93
Fentiona	0,0040	6	0,0060	32
Fentiona sulfóxido	0,0061	89	0,0128	95
Fentoato	0,0059	87	0,0128	96
Fenurom	0,0053	78	0,0118	89
Flonicamida	0,0039	58	0,0108	80
Fluazifope-p-butílico	0,0071	105	0,0139	103
Flubendiamida	0,0420	153	0,0100	59
Flufenacete	0,0056	81	0,0131	98
Flufenoxurom	0,0071	101	0,0137	102
Fluoxastrabina	0,0061	88	0,0131	98
Fluquinconazol	0,0027	40	0,0089	67
Flusilazol	0,0064	91	0,0123	94
Flusulfamida	SR	SR	0,0360	269
<i>Flutiaceto metílico</i>	0,0059	84	0,0096	71
Flutolanil	0,0062	90	0,0134	102
Flutriafol	0,0067	96	0,0130	97
Fluxapiroxade	0,0047	70	0,0130	97
Forclorfenurom	0,0065	93	0,0119	90
Fosalona	0,0068	100	0,0133	99
Fosfamidona	0,0062	89	0,0126	93
Fosmete	0,0068	97	0,0131	98

APÊNDICE E – Resultados da Avaliação de Exatidão – Continuação

Substância	N1		N2	
	Conc. (mg/kg)	Rec. (%)	Conc. (mg/kg)	Rec. (%)
Foxim	0,0042	61	0,0111	82
Fuberidazol	0,0045	65	0,0102	77
Furalaxil	0,0062	90	0,0128	95
Furatiocarbe	0,0071	103	0,0131	99
<i>Halofenosídeo</i>	0,0075	107	0,0137	103
Heptenofós	0,0044	65	0,0100	75
Hexaconazol	0,0075	109	0,0133	100
Hexitiazoxi	0,0083	120	0,0144	109
Imazalil	0,0059	86	0,0121	91
Imazapique	0,0030	42	0,0057	43
<i>Imazapir</i>	0,0000	2	0,0016	12
<i>Imazaquim</i>	0,0034	49	0,0067	51
Imzetapir	0,0049	68	0,0082	63
Imazosulfurom	0,0066	95	0,0124	93
Imibenconazol	0,0077	113	0,0146	110
Imidacloprido	0,0060	87	0,0121	90
Indoxacarbe	0,0068	99	0,0139	103
<i>loxinil</i>	SR	SR	SR	SR
Iprovalicarbe	0,0063	93	0,0130	99
Isocarbamida	0,0060	84	0,0118	88
Isocarbofós	0,0052	77	0,0116	87
<i>Isofenofós</i>	0,0074	109	0,0157	119
Isoprocarbe	0,0058	83	0,0115	87
Isoprotiolona	0,0067	96	0,0134	101
Isoproturom	0,0058	82	0,0121	91
<i>Isoxaflutol</i>	0,0074	109	0,0152	113
Isoxationa	0,0063	93	0,0132	99
Lactofem	0,0048	71	0,0129	97
Linurom	0,0043	61	0,0117	87
Malationa	0,0058	84	0,0130	98

APÊNDICE E – Resultados da Avaliação de Exatidão – Continuação

Substância	N1		N2	
	Conc. (mg/kg)	Rec. (%)	Conc. (mg/kg)	Rec. (%)
Mandipropamida	0,0069	100	0,0141	104
Mefenacete	0,0058	81	0,0127	96
Mefosfolam	0,0064	93	0,0124	93
Mepanipirim	0,0060	85	0,0128	97
Mepronil	0,0049	69	0,0126	94
Mesotriona	0,0041	61	0,0083	62
Metalaxil-M	0,0061	87	0,0124	94
Metamidofós	0,0011	15	0,0065	48
Metconazol	0,0088	126	0,0140	106
Metfuroxam	0,0039	56	0,0093	70
Metidationa	0,0060	90	0,0125	93
Metiocarbe	0,0059	85	0,0126	94
Metiocarbe sulfona	0,0058	87	0,0120	90
Metiocarbe sulfóxido	0,0060	90	0,0127	95
Metobromurom	0,0052	80	0,0121	91
Metomil	0,0099	144	0,0214	162
Metopreno	0,0088	128	0,0154	115
Metoxifenosida	0,0051	74	0,0131	98
Metoxurom	0,0055	80	0,0119	88
Metrafenona	0,0053	76	0,0121	90
Metribuzim	0,0053	78	0,0115	88
Metroprotrina	0,0063	92	0,0123	92
Metsulfurom metílico	0,0058	83	0,0113	85
Mevinfós	0,0041	58	0,0081	60
Miclobutanil	0,0050	72	0,0126	94
Molinato	0,0051	72	0,0113	85
Monalida	0,0056	79	0,0121	90
Monocrotofós	0,0053	77	0,0110	83
Monolinurom	0,0061	92	0,0127	95
Moxidectina	0,0172	250	0,0534	400

APÊNDICE E – Resultados da Avaliação de Exatidão – Continuação

Substância	N1		N2	
	Conc. (mg/kg)	Rec. (%)	Conc. (mg/kg)	Rec. (%)
Neburom	0,0049	71	0,0114	86
Nitenpiram	0,0062	91	0,0112	84
Norflurazom	0,0059	85	0,0121	90
Novalurom	SR	SR	0,0046	25
Nuarimol	0,0065	94	0,0128	97
<i>Oxadiargil</i>	0,0070	104	0,0147	110
Oxadixil	0,0062	90	0,0120	92
Oxamil	0,0055	78	0,0110	82
Oxamil oxima	0,0054	79	0,0120	90
Oxicarboxina	0,0059	84	0,0125	94
Paclobutrazol	0,0056	79	0,0121	91
Pencicurom	0,0033	46	0,0108	81
Penconazol	0,0054	77	0,0116	87
Pendimetalina	0,0056	81	0,0127	95
Picoxistrobina	0,0068	97	0,0137	102
Pimetrozina	0,0000	1	0,0056	42
Piperonil butóxido	0,0062	91	0,0127	95
Piraclostrobina	0,0042	62	0,0109	82
Pirazofós	0,0078	113	0,0141	105
Piridabem	0,0051	76	0,0115	87
Piridafentiona	0,0054	77	0,0131	98
Pirifenoxi	0,0071	103	0,0133	99
Pirimetanil	0,0063	92	0,0125	94
Pirimicarbe	0,0068	97	0,0128	96
Pirimicarbe desmetil	0,0058	81	0,0119	88
Pirimifós etílico	0,0072	105	0,0137	103
Pirimifós metílico	0,0047	69	0,0107	80
Piriproxifem	0,0058	83	0,0125	93
Procloraz	0,0063	92	0,0128	96
Profam	SR	SR	SR	SR

APÊNDICE E – Resultados da Avaliação de Exatidão – Continuação

Substância	N1		N2	
	Conc. (mg/kg)	Rec. (%)	Conc. (mg/kg)	Rec. (%)
Profenofós	0,0081	117	0,0135	101
Prometom	0,0064	93	0,0123	93
Prometrina	0,0060	90	0,0128	96
<i>Propanil</i>	0,0079	117	0,0131	97
Propargito	0,0052	79	0,0121	91
Propazina	0,0065	93	0,0126	95
Propiconazol	0,0055	80	0,0121	90
Propizamida (Pronamida)	0,0041	60	0,0121	91
Propoxur	0,0057	81	0,0121	91
<i>Proquinazide</i>	0,0052	75	0,0126	95
Protioconazol	0,0040	17	0,0112	42
Quinalfós	0,0061	90	0,0131	98
Quinoxifem	0,0059	87	0,0128	97
Quizalofope-P-etílico	0,0085	123	0,0148	111
Rotenona	0,0046	69	0,0117	89
Sebutilazina	0,0058	83	0,0123	91
Sidurom	0,0061	89	0,0128	95
Simazina	0,0053	78	0,0113	86
Simetrina	0,0059	84	0,0116	87
Sulfentrazona	0,0091	132	0,0144	108
Tebuconazol	0,0010	9	0,0073	54
Tebufenosida	0,0053	77	0,0121	90
Tebufenpirade	0,0056	83	0,0130	98
Tebutiurum	0,0051	76	0,0110	82
Teflubenzurom	0,0311	407	0,0521	392
Temefós	0,0063	91	0,0125	95
Tepraloxidim 1	0,0036	53	0,0106	79
<i>Tepraloxidim 2</i>	0,0049	71	0,0125	94
Terbufós	0,0068	99	0,0130	97
Terbumetom	0,0060	87	0,0121	91

APÊNDICE E – Resultados da Avaliação de Exatidão – Conclusão

Substância	N1		N2	
	Conc. (mg/kg)	Rec. (%)	Conc. (mg/kg)	Rec. (%)
Terbutrina	0,0064	93	0,0130	99
Tetraconazol	0,0063	91	0,0132	99
Tiabendazol	0,0051	76	0,0108	82
Tiacloprido	0,0055	80	0,0115	87
Tiametoxam	0,0057	83	0,0121	90
Tiobencarbe	0,0053	75	0,0122	92
Tiodicarbe	0,0000	1	0,0002	2
Tiofanato metílico	0,0018	23	0,0081	61
Tiofanoxi	0,0114	168	0,0170	128
Tiofanoxi sulfona	0,0063	93	0,0124	94
Tiofanoxi sulfóxido	0,0049	72	0,0114	86
Tolclofós metílico	0,0058	68	0,0176	132
Tolifluanida	SR	SR	SR	SR
Triadimefom	0,0051	74	0,0122	90
Triadimenol	0,0054	76	0,0119	91
Triazofós	0,0064	92	0,0133	101
Triciclazol	0,0050	71	0,0101	76
Triclorfom	0,0047	68	0,0111	84
Tridemorfe	0,0061	88	0,0125	95
Trifloxistrobina	0,0072	107	0,0140	107
Triflumizol	0,0073	106	0,0138	102
Triflumurom	0,0088	130	0,0161	122
Triflusuflurom metílico	0,0079	113	0,0135	102
Triforina	0,0061	85	0,0086	64
Triticonazol	0,0054	81	0,0125	94
Vamidotiona	0,0060	85	0,0122	91
Zoxamida	0,0053	78	0,0127	95

Fonte: Próprio autor, 2020. Nota: agrotóxicos em fonte em negrito não estão dentro da faixa de recuperação aceitável (70 a 120 %) em pelo menos um dos níveis analisados. Agrotóxicos em itálico não atenderam a pelo menos um dos critérios anteriores.

APÊNDICE F – Resultados da Avaliação da Razão Sinal/Ruído - Continua

Substância	LQM (mg/kg)	Razão Sinal/Ruído	Substância	LQM (mg/kg)	Razão Sinal/Ruído
<i>2,6-Diclorobenzamida</i>	0,0048	26,78	Fosmete	0,0068	14303,00
3-Hidroxicarbofurano	0,0054	27368,79	<i>Foxim</i>	0,0042	26,24
<i>Abamectina</i>	0,075	346,76	<i>Fuberidazol</i>	0,0045	136,93
<i>Acefato</i>	0,0039	812,73	Furalaxil	0,0062	1122,45
Acetamiprido	0,0051	516,94	Furatiocarbe	0,0071	1508,06
Acetocloro	0,0059	5855,14	<i>Halofenosídeo</i>	0,0075	70,24
<i>Acibenzolar-s-metílico</i>	0,0067	688,32	<i>Heptenofós</i>	0,0044	171,78
Alacloro 1	0,0052	42570,99	Hexaconazol	0,0075	172,09
Alacloro 2	0,0071	167,62	Hexitiazoxi	0,0083	464,06
Alanicarbe	0,0072	5898,83	Imazalil	0,0059	205,09
Aldicarbe	0,0054	52,42	<i>Imazapique</i>	0,0030	34,87
Aldicarbe sulfona	0,0056	369,61	<i>Imazapir</i>	0,0000	115,29
Aldicarbe sulfóxido	0,0050	803,80	<i>Imazaquim</i>	0,0034	42,69
Ametrina	0,0067	443,81	<i>Imazetapir</i>	0,0049	187,25
<i>Amicarbazona</i>	0,0089	9796,82	Imazosulfurom	0,0066	4699,87
Aminocarbe	0,0052	1399,27	Imibenconazol	0,0077	251,48
Atrazina	0,0062	1549,64	Imidacloprido	0,0060	428,93
Azaconazol	0,0067	25,88	Indoxacarbe	0,0068	2530,50
Azametifós	0,0051	13665,40	<i>loxinil</i>	SR	SR
<i>Azinfós etílico</i>	0,0046	145,92	lprovalicarbe	0,0063	1958,26
Azinfós metílico	0,0062	12058,67	Isocarbamida	0,0060	790,42
Azoxistrobina	0,0062	219,26	Isocarbofós	0,0052	301,61
Benalaxil	0,0048	616,37	<i>Isofenofós</i>	0,0074	7207,90
Bendiocarbe	0,0057	17,70	Isoprocarbe	0,0058	16238,74
Benfuracarbe	SR	SR	Isoprotiolona	0,0067	999,21
Benzoato de emamectina	0,0071	9705,20	Isoproturom	0,0058	852,76
<i>Bifenazate</i>	0,0007	108,29	<i>Isoxaflutol</i>	0,0074	27,78
<i>Bitertanol</i>	0,0130	30,27	<i>Isoxationa</i>	0,0063	78,78
Boscalida	0,0056	59,44	Lactofem	0,0048	76,73
<i>Bromuconazol</i>	0,0040	198,61	<i>Linurom</i>	0,0043	163,51

APÊNDICE F – Resultados da Avaliação da Razão Sinal/Ruído - Continuação

Substância	LQM (mg/kg)	Razão Sinal/Ruído	Substância	LQM (mg/kg)	Razão Sinal/Ruído
Bupirinato	0,0065	59416,83	Malationa	0,0058	604,50
Buprofezina	0,0069	166319,66	Mandipropamida	0,0069	264,91
Butacloro	0,0080	12254,36	Mefenacete	0,0058	10385,12
<i>Butocarboxim</i>	0,0046	494,22	Mefosfolam	0,0064	9870,53
Butocarboxim sulfóxido	0,0057	1728,98	Mepanipirim	0,0060	854,95
Cadusafós	0,0058	16365,77	<i>Mepronil</i>	0,0049	980,25
Carbaril	0,0058	1333,71	<i>Mesotriona</i>	0,0041	102,07
Carbendazim	0,0046	536,17	Metalaxil-M	0,0061	5482,41
Carbetamida	0,0059	14859,41	<i>Metamidofós</i>	0,0011	78,91
Carbofurano	0,0070	333,41	<i>Metconazol</i>	0,0088	183,03
<i>Carbossulfano</i>	0,3269	14,77	<i>Metfuroxam</i>	0,0039	65,11
Carboxina	0,0060	8513,76	Metidationa	0,0060	12299,54
<i>Carbutilato</i>	0,0048	125,30	Metiocarbe	0,0059	444,87
Carfentrazona etílica	0,0059	31724,72	Metiocarbe sulfona	0,0058	1474,44
Carpropamida	0,0070	40114,12	Metiocarbe sulfóxido	0,0060	946,00
Ciazofamida	0,0064	44775,77	Metobromurom	0,0052	2282,41
Cicloxiclina	0,0060	24597,31	<i>Metomil</i>	0,0099	416,08
Ciflufenamida	0,0053	25502,44	<i>Metopreno</i>	0,0088	16,17
Cihexatina	SR	SR	Metoxifenosida	0,0051	182,91
Cimoxanil	0,0060	3738,63	Metoxurom	0,0055	3248,78
Ciproconazol	0,0069	17062,40	Metrafenona	0,0053	1582,01
Ciprodinil	0,0063	26660,53	Metribuzim	0,0053	530,13
Ciromazina	SR	SR	Metroprotrina	0,0063	1948,66
Cletodim	0,0118	SR	Metsulfurom metílico	0,0058	1508,73
<i>Clodimeforme</i>	0,0040	467,02	<i>Mevinfós</i>	0,0041	55,69
<i>Clofentezina</i>	0,0023	9303,63	Miclobutanil	0,0050	12892,40
Clorantraniliprole	0,0050	4415,84	Molinato	0,0051	686,66
Clorbromurom	0,0064	11536,72	Monalida	0,0056	74,34
Clorfenvinfós	0,0060	31594,73	Monocrotofós	0,0053	402,81

APÊNDICE F – Resultados da Avaliação da Razão Sinal/Ruído - Continuação

Substância	LQM (mg/kg)	Razão Sinal/Ruído	Substância	LQM (mg/kg)	Razão Sinal/Ruído
Clorfluazurom	0,0072	389,43	Monolinurom	0,0061	1776,68
<i>Clorimuro</i> etílico	0,0056	2284,28	Moxidectina	0,0172	SR
Cloroxurom	0,0051	66210,67	Neburom	0,0049	310,14
Clorpirifós	0,0079	21645,92	Nitenpiram	0,0062	187,44
Clorpirifós metílico	0,0030	9,46	Norflurazom	0,0059	16194,43
Clotianidina	0,0062	363,49	Novalurom	SR	SR
Coumafós	0,0055	13948,31	Nuarimol	0,0065	304,97
Cresoxim metílico	0,0062	19090,69	<i>Ometoato</i>	0,0044	11,82
<i>Cumiluro</i>	0,0133	17,49	<i>Oxadiargil</i>	0,0070	44,14
Daimurom	0,0066	63020,07	Oxadixil	0,0062	419,28
Demeton-S-metílico	0,0068	283,48	Oxamil	0,0055	15181,01
Desmedifam	0,0060	110986,11	Oxamil oxima	0,0054	90,61
Diafentiuro	SR	SR	Oxicarboxina	0,0059	589,64
Diazinona	0,0067	94505,23	Paclobutrazol	0,0056	32,81
Diclofluanida	SR	SR	<i>Pencicuro</i>	0,0033	204,70
Diclorvós	SR	SR	Penconazol	0,0054	8575,63
<i>Dicrotofós</i>	0,0045	560,25	Pendimetalina	0,0056	1205,69
Dietofencarbe	0,0067	68906,12	Picoxistrobina	0,0068	30584,78
<i>Difenoconazol</i>	0,0036	12,21	<i>Pimetrozina</i>	0,0000	16,50
Diflubenzurom	0,0077	14089,79	Piperonil butóxido	0,0062	1771,82
Dimetenamida	0,0059	1433,46	Piraclostrobina	0,0042	48,29
Dimetoato	0,0051	13503,47	Pirazofós	0,0078	3491,80
Dimetomorfe	0,0065	18,83	Piridabem	0,0051	1004,80
Dimoxistrobina	0,0060	164,73	Piridafentiona	0,0054	383,00
Diniconazol	0,0061	148,23	Pirifenoxi	0,0071	18,82
Dinotefuram	SR	SR	Pirimetanil	0,0063	2798,01
<i>Dioxacarbe</i>	0,0060	1090,34	Pirimicarbe	0,0068	2416,46
Dissulfotom	0,0075	2189,51	Pirimicarbe desmetil	0,0058	316,41
<i>DMSA</i>	0,0247	16,07	Pirimifós etílico	0,0072	560,21
<i>DMST</i>	0,0082	539,26	<i>Pirimifós metílico</i>	0,0047	36,35

APÊNDICE F – Resultados da Avaliação da Razão Sinal/Ruído - Continuação

Substância	LQM (mg/kg)	Razão Sinal/Ruído	Substância	LQM (mg/kg)	Razão Sinal/Ruído
<i>Dodemorfe</i>	0,0056	632,83	Piriproxifem	0,0058	823,55
<i>Dodina</i>	0,0030	39,62	Procloraz	0,0063	3184,44
Doramectina	0,0072	1,01	Profam	SR	SR
Epoxiconazol	0,0064	20,77	Profenofós	0,0081	6177,74
<i>Eprinomectina</i>	0,0106	17,59	Prometom	0,0064	2933,94
EPTC	0,0056	2448,32	Prometrina	0,0060	244,72
Espinetoram	0,0067	1229,04	<i>Propanil</i>	0,0079	276,97
<i>Espinosade A</i>	0,0040	776,64	Propargito	0,0052	1180,59
Espinosade D	0,0079	7774,81	Propazina	0,0065	1030,55
Espirodiclofeno	0,0055	14,4	Propiconazol	0,0055	28,21
<i>Espiromesifeno</i>	0,0076	90,77	<i>Propizamida (Pronamida)</i>	0,0041	176,68
Espirotetramato	0,0053	25,45	Propoxur	0,0057	2101,89
Espiroxamina	0,0061	586,48	<i>Proquinazide</i>	0,0052	214,17
Esprocarbe	0,0067	448,15	Protioconazol	0,0061	0,63
<i>Etidimurom</i>	0,0036	573,19	Quinalfós	0,0059	393,26
Etiofencarbe	0,0058	749,63	Quinoxifem	0,0085	530,33
Etiofencarbe sulfona	0,0058	533,68	<i>Quizalofope-P-etílico</i>	0,0046	103,38
Etiofencarbe sulfóxido	0,0058	1019,84	<i>Rotenona</i>	0,0058	1027,49
Etiona	0,0063	641,59	Sebutilazina	0,0061	988,70
<i>Etiprole</i>	0,0084	936,32	Sidurom	0,0053	1884,39
Etirimol	0,0052	6044,86	Simazina	0,0059	3612,40
<i>Etobenzanida</i>	0,0040	138,83	Simetrina	0,0091	259,50
Etofenproxi	0,0050	91,12	<i>Sulfentrazona</i>	0,0010	39,04
Etofumesato	0,0056	1082,21	<i>Tebuconazol</i>	0,0053	15,88
Etoprofós	0,0055	1329,37	Tebufenosida	0,0056	247,77
Etoxazol	0,0057	527,94	Tebufenpirade	0,0051	411,22
Etrinfós	0,0054	10,96	Tebutirom	0,0033	249,48
Famoxadona	0,0059	18,34	Teflubenzurom	0,0311	SR
Fenamidona	0,0064	142,87	Temefós	0,0063	388,64
Fenamifós	0,0057	41653,52	<i>Tepraloxidim 1</i>	0,0036	45,73

APÊNDICE F – Resultados da Avaliação da Razão Sinal/Ruído - Continuação

Substância	LQM (mg/kg)	Razão Sinal/Ruído	Substância	LQM (mg/kg)	Razão Sinal/Ruído
<i>Fenarimol</i>	0,0044	176,60	<i>Tepraloxidim 2</i>	0,0049	55,18
Fenazaquina	0,0053	20,78	Terbufós	0,0068	632,42
Fenbuconazol	0,0057	315,55	Terbumetom	0,0060	1581,13
<i>Fenhexamida</i>	0,0036	110,06	Terbutrina	0,0064	284,35
Fenmedifam	0,0064	38638,25	Tetraconazol	0,0063	218,77
Fenobucarbe	0,0060	2949,02	Tiabendazol	0,0051	157,57
Fenoxicarbe	0,0042	38,15	Tiacloprido	0,0055	336,15
Fenpiroximato	0,0070	6213,20	Tiametoxam	0,0057	112,37
Fenpropidina	0,0062	317,81	Tiobencarbe	0,0053	82,15
Fenpropimorfe	0,0060	1027,34	<i>Tiodicarbe</i>	0,0000	430,55
<i>Fentiona</i>	0,0040	46,13	<i>Tiofanato metílico</i>	0,0018	54,16
Fentiona sulfóxido	0,0061	653,50	<i>Tiofanoxi</i>	0,0114	261,51
Fentoato	0,0059	322,05	Tiofanoxi sulfona	0,0063	326,01
Fenurom	0,0053	4964,45	Tiofanoxi sulfóxido	0,0049	92,43
<i>Flonicamida</i>	0,0039	157,98	<i>Tolclofós metílico</i>	0,0058	11,72
Fluazifope-p-butílico	0,0071	5398,52	Tolifluanida	SR	SR
<i>Flubendiamida</i>	0,0420	2,59	Triadimefom	0,0051	151,74
Flufenacete	0,0056	301,20	Triadimenol	0,0054	21,06
Flufenoxurom	0,0071	12955,65	Triazofós	0,0064	303,22
Fluoxastrabina	0,0061	86,86	Triciclazol	0,0050	151,43
<i>Fluquinconazol</i>	0,0027	547,78	<i>Triclorfom</i>	0,0047	81,55
Flusilazol	0,0064	54018,31	Tridemorfe	0,0061	17,93
<i>Flusulfamida</i>	SR	SR	Trifloxistrobina	0,0072	1530,64
<i>Flutiaceto metílico</i>	0,0059	97,79	Triflumizol	0,0073	216,70
Flutolanil	0,0062	1504,18	<i>Triflumurom</i>	0,0088	185,93
Flutriafol	0,0067	85,33	Triflusulfurom metílico	0,0079	9678,92
Fluxaproxade	0,0047	1098,44	<i>Triforina</i>	0,0061	29,71
Forclorfenurom	0,0065	21556,28	Triticonazol	0,0054	1862,12
Fosalona	0,0068	1300,68	Vamidotiona	0,0060	12294,91
Fosfamidona	0,0062	6932,58	Zoxamida	0,0053	795,37

Fonte: Próprio autor, 2020. Nota: agrotóxicos em negrito não apresentaram resposta ou esta foi insatisfatória. Agrotóxicos em itálico não atenderam a pelo menos um dos critérios anteriores.

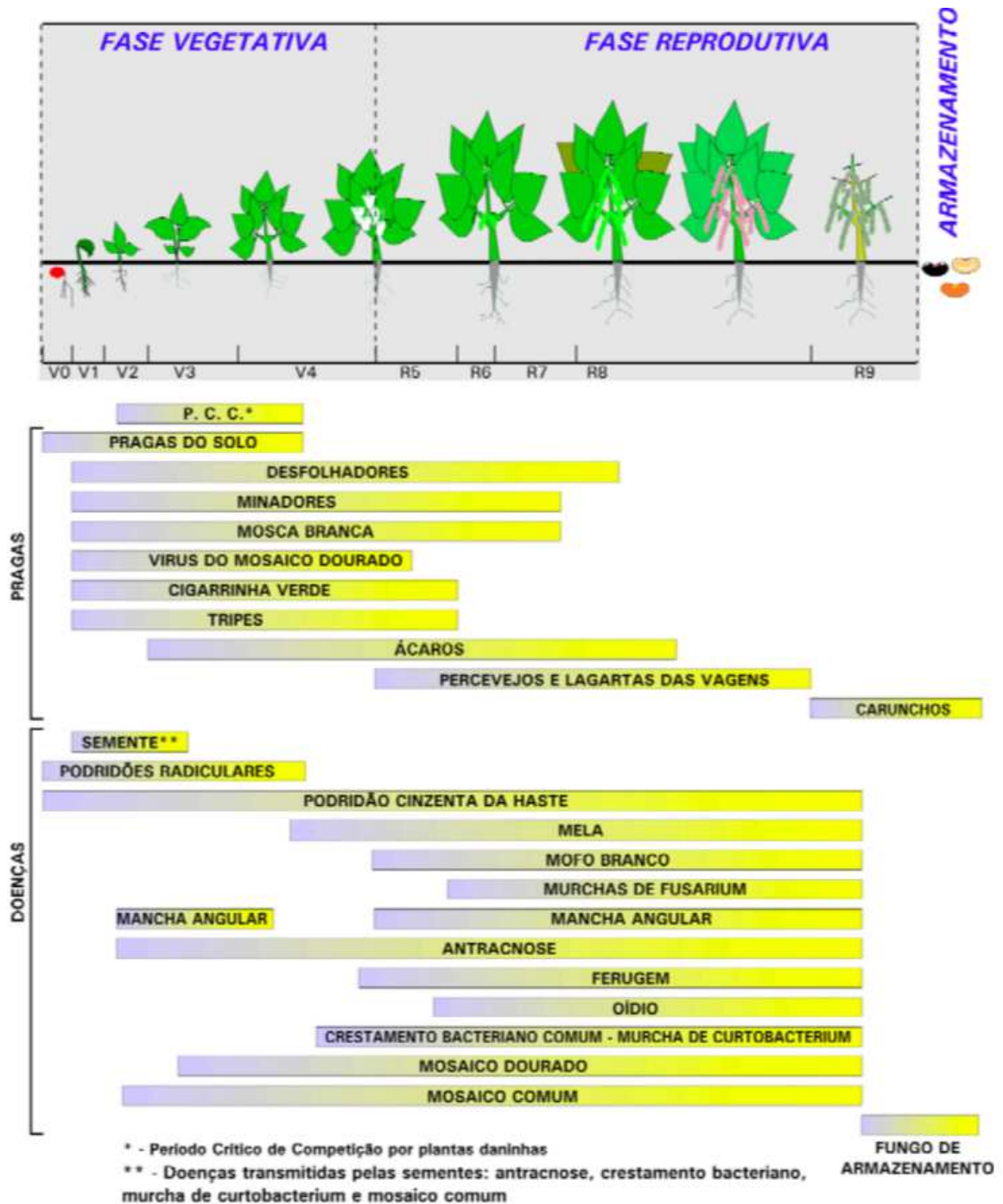
ANEXO A - “Tolerância de Defeitos Expressos em % do Peso e Respectivo Enquadramento do Produto”

Enquadramento	Defeitos Graves				Total de Defeitos Leves
	Matérias Estranhas e Impurezas		Total de Mofados, Ardidos e Germinados	Total de Carunchados e Atacados por Lagartas das Vagens	
	Total	Insetos Mortos (*)			
Tipo 1	De zero até 0,50 %	De zero até 0,10 %	De zero até 1,50 %	De zero até 1,50 %	De zero até 2,50 %
Tipo 2	Acima de 0,50 % até 1,00 %	Acima de 0,10 % até 0,20 %	Acima de 1,50 % até 3,00 %	Acima de 1,50 % até 3,00 %	Acima de 2,50 % até 6,50 %
Tipo 3	Acima de 1,00 % até 2,00 %	Acima de 0,20 % até 0,30 %	Acima de 3,00 % até 6,00 %	Acima de 3,00 % até 6,00 %	Acima de 6,50 % até 16,00 %
Fora do Tipo	Acima de 2,00 % até 4,00 %	Acima de 0,30 % até 0,60 %	Acima de 6,00 % até 12,00 %	Acima de 6,00 % até 12,00 %	Acima de 16,00 %
Desclassificado	Acima de 4,00 %	Acima de 0,60 %	Acima de 12,00 %	Acima de 12,00 %	-

(*) Máximo de insetos mortos permitidos, dentro do total de Matérias Estranhas e Impurezas.





Fonte: Adaptado de BRASIL, 2008.

ANEXO B - Principais Pragas e Doenças que Acometem do Feijão de Acordo com a Fase Vegetativa



Fonte: QUINTELA, 2001.

ANEXO C - “Classes Toxicológicas do GHS”

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

Fonte: ANVISA, 2019b.