



## DETERMINAÇÃO DE RESÍDUOS DE GLIFOSATO EM CAFÉ TORRADO POR LC-MS/MS

Ana Carolina P. Paiva<sup>1\*</sup>, Leonardo d'Antonino<sup>2</sup>, Maria Eliana L. R. de Queiroz<sup>1</sup>, Antonio A. da Silva<sup>3</sup>

<sup>1</sup> Universidade Federal de Viçosa, Departamento de Química, Viçosa, Minas Gerais, Brasil, CEP 36570-900

<sup>2</sup> Universidade Federal de Viçosa, Departamento de Solos, Viçosa, Minas Gerais, Brasil, CEP 36570-900

<sup>3</sup> Universidade Federal de Viçosa, Departamento de Agronomia, Viçosa, Minas Gerais, Brasil, CEP 36570-900

\*e-mail: ana.paiva3@ufv.br

O café é uma bebida de alto apreço social, presente no dia a dia de milhares de brasileiros<sup>1</sup>. Para se garantir a alta produtividade desta cultura é necessário o controle de pragas e plantas daninhas, sendo muito utilizado o controle químico por meio do uso de pesticidas. Dentre estes, pode-se destacar o glifosato, o herbicida mais consumido no Brasil e no mundo. Em função disso, é de extrema relevância monitorar resíduos deste herbicida, dado o risco de comprometimento da qualidade dos grãos de café. Uma vez que os métodos descritos na literatura para determinação de resíduos de glifosato em café geralmente envolvem a análise indireta do herbicida<sup>2</sup>, ou etapas de derivatização no preparo da amostra<sup>3</sup>, é necessário o desenvolvimento de novos métodos, que tornem o processo mais rápido e simples, para o monitoramento deste composto. Neste sentido, este trabalho se propôs a desenvolver um método alternativo para determinação de resíduos de glifosato em café torrado por cromatografia líquida acoplada à espectrometria de massas tandem (LC-MS/MS), sem nenhuma etapa de derivatização. Neste método, 2,0 g de amostra foram submetidos a etapas de extração (10 mL de água ultrapura), agitação (30 min – agitação rotativa), centrifugação (10 min, 10 °C, 15.000 rpm), com adição de metanol ao extrato para precipitação de proteínas, e filtração (PTFE 0,20 µm). Visando garantir uma melhor vida útil do sistema cromatográfico, 80 mg de material adsorvente (biochar de casca de café, florisil, sílica, quitosana, C18 e PSA) foi adicionado ao extrato final para remoção de pigmentos. Adições sequenciais de PSA em três etapas promoveram efetiva remoção da pigmentação. Entretanto, verificou-se perda expressiva na concentração de glifosato após a análise cromatográfica do extrato. Foram realizadas injeções de extratos fortificados, sem adição de adsorvente, para monitoramento das condições operacionais, como pressão do sistema e respostas cromatográficas. Verificou-se que, mesmo sem a remoção dos pigmentos, o sistema não sofreu alterações significativas. Dessa forma, seguiu-se com a validação do método, com quantificação do glifosato por superposição de matriz, sem uso de adsorvente para *clean-up* do extrato final. Foram utilizados guias de validação nacional (ANVISA) e internacional (SANTE), obtendo-se resultados adequados de seletividade, linearidade ( $r^2 = 0,9993$ ), precisão ( $CV < 16\%$ ) e exatidão (recuperação entre 96 e 106%), com limite de quantificação (LQ = 0,44 mg kg<sup>-1</sup>), abaixo do limite máximo de resíduo permitido para a cultura no Brasil (LMR = 1,0 mg kg<sup>-1</sup>), e com efeito de matriz significativo (35%). Foram realizadas análises de seis amostras de café torrado moído adquiridas no comércio local de Viçosa, Minas Gerais, porém, não foram detectados resíduos em nenhuma das amostras selecionadas.

**Agradecimentos:** Os autores agradecem à Capes, ao CNPq e à Fapemig pelas bolsas concedidas e o apoio financeiro, e à Universidade Federal de Viçosa e ao Departamento de Química, que permitiram a realização deste trabalho.

[1] Bressani, E. Guia do Barista: da origem ao café perfeito, São Paulo: Café Editora, 6<sup>a</sup> ed., 2023, Brasil.

[2] Schröbbers, L.C.; Valverde, B.E.; Sorensen, J.C.; Cedergreen, N. Pesticide Biochemistry and Physiology, 115, 2014, 15

[3] Vicini, J.L.; Jensen, P.; Young, B.M.; Swarthout, J.T. Comprehensive Reviews in Food Science and Food Safety, 20, 2020, 5226.