

ANÁLISE DE MULTIRRESÍDUOS DE AGROTÓXICOS EM ALIMENTOS: AVANÇOS EM TÉCNICAS ANALÍTICAS E IMPACTOS NA SEGURANÇA ALIMENTAR

MULTIRESIDUE ANALYSIS OF PESTICIDES IN FOOD: ADVANCES IN ANALYTICAL TECHNIQUES AND IMPACTS ON FOOD SAFETY

 <https://doi.org/10.63330/sasciencesv6n2-229>

Submetido em: 14/09/2026 e Publicado em: 08/10/2026

SAS: e26456

Simone Maria Altoé Porto

Doutoranda em Ciências de Alimentos - Universidade Estadual de Maringá (UEM)

E-mail: simaltoe@gmail.com

Lattes: <http://lattes.cnpq.br/6965632480226085>

Elienae da Silva Gomes

Doutora em Ciências de Alimentos - Universidade Estadual de Maringá (UEM)

E-mail: elienae2108@gmail.com

Lattes: <https://lattes.cnpq.br/6980093890614715>

Elizangela Regina da Silva Martins

Mestranda em Ciências de Alimentos - Universidade Estadual de Maringá (UEM)

E-mail: elizsilva83@gmail.com

Lattes: <http://lattes.cnpq.br/4084815877066413>

Resumo

A análise de multirresíduos de agrotóxicos em alimentos constitui uma ferramenta essencial para a garantia da segurança alimentar diante da expansão das cadeias produtivas globais e do endurecimento das exigências regulatórias internacionais. Este trabalho consiste em uma revisão de literatura que teve como objetivo sintetizar os avanços metodológicos relacionados à preparação de amostras e à detecção instrumental de resíduos de agrotóxicos em matrizes alimentares complexas. A pesquisa foi conduzida por meio de levantamento bibliográfico em bases científicas internacionais, com posterior análise descritiva, temática e cronológica dos estudos selecionados. Os resultados evidenciam que o método QuEChERS e suas variações permanecem como padrão-ouro para o preparo de amostras, sendo amplamente combinados à cromatografia líquida e gasosa acopladas à espectrometria de massas em tandem, alcançando taxas de recuperação predominantemente entre 70% e 120% e limites de quantificação da ordem de microgramas por quilograma. Observou-se também a crescente adoção da espectrometria de massas de alta resolução para triagem não direcionada, além do avanço de dispositivos portáteis e de técnicas alinhadas aos princípios da química analítica verde. Conclui-se que, apesar da robustez dos métodos laboratoriais consolidados, ainda persistem desafios relacionados à padronização entre laboratórios, à mitigação do efeito



de matriz e à validação de tecnologias rápidas para o monitoramento em tempo real, apontando direções relevantes para pesquisas futuras.

Palavras-chave: Agrotóxicos; Cromatografia; Espectrometria de Massas; QuEChERS; Segurança Alimentar.

Abstract

The multiresidue analysis of pesticides in food is an essential tool for ensuring food safety amid the expansion of global supply chains and increasingly stringent international regulatory requirements. This work consists of a literature review aimed at synthesizing methodological advances related to sample preparation and instrumental detection of pesticide residues in complex food matrices. The research was conducted through a bibliographic survey of international scientific databases, followed by a descriptive, thematic, and chronological analysis of the selected studies. The results show that the QuEChERS method and its variations remain the gold standard for sample preparation, being widely combined with liquid and gas chromatography coupled to tandem mass spectrometry, achieving recovery rates predominantly between 70% and 120% and quantification limits in the order of micrograms per kilogram. A growing adoption of high-resolution mass spectrometry for non-targeted screening was also observed, along with advances in portable devices and techniques aligned with green analytical chemistry principles. It is concluded that, despite the robustness of well-established laboratory methods, challenges remain regarding inter-laboratory standardization, matrix effect mitigation, and the validation of rapid technologies for real-time monitoring, pointing to relevant directions for future research.

Keywords: Chromatography; Food Safety; Mass Spectrometry; Pesticides; QuEChERS.

1 INTRODUÇÃO

A expansão das cadeias globais de produção e comercialização de alimentos tem exigido, nas últimas décadas, o monitoramento cada vez mais rigoroso de contaminantes químicos, entre os quais se destacam os resíduos de agrotóxicos (Botnaru *et al.*, 2025). Historicamente, a análise de resíduos evoluiu de métodos monorresíduo, voltados à determinação de uma única substância por vez, para abordagens multirresíduo, capazes de detectar centenas de compostos de diferentes classes químicas em uma única corrida analítica. Essa transição foi impulsionada pela necessidade de identificar analitos em níveis de traço, geralmente na ordem de microgramas por quilograma, em matrizes tão diversas quanto frutas, hortaliças, cereais, leite, ovos e produtos de origem animal (Jeong *et al.*, 2024; Wang *et al.*, 2020).



Apesar dos avanços metodológicos verificados, persiste uma lacuna relevante quanto à padronização do desempenho analítico entre diferentes laboratórios e matrizes, bem como quanto à incorporação de contaminantes emergentes às rotinas de monitoramento (Tsagkaris *et al.*, 2019; Wahab *et al.*, 2022). Embora o método QuEChERS (Quick, Easy, Cheap, Effective, Rugged, Safe) seja amplamente adotado por sua eficiência, ainda existem desafios para alcançar sensibilidade consistente em compostos altamente polares e para gerenciar o efeito de matriz em amostras complexas (Rejczak; Tuzimski, 2015). Enquanto alguns pesquisadores defendem que métodos genéricos de extração são suficientes para a vigilância rotineira, outros ressaltam a necessidade de protocolos específicos para cada matriz, de modo a evitar resultados falso-negativos, o que dificulta a harmonização de padrões globais de segurança alimentar.

Diante desse cenário, este estudo tem como objetivo geral sintetizar os avanços recentes das metodologias analíticas empregadas na análise de multirresíduos de agrotóxicos em alimentos, com ênfase em seu impacto prático para a indústria alimentícia e para a segurança alimentar. De forma específica, buscou-se: a) taxonomizar as técnicas de preparo de amostra e de detecção instrumental utilizadas na determinação de multirresíduos em matrizes alimentares complexas; b) comparar o desempenho de plataformas cromatográficas e espectrométricas quanto à sensibilidade, seletividade e mitigação do efeito de matriz; c) discutir o impacto prático de tecnologias de triagem rápida, não direcionada e portátil sobre a rotina de monitoramento; e d) identificar lacunas de padronização e conformidade regulatória relacionadas a contaminantes emergentes.

A relevância do tema justifica-se pelo papel central que a análise de multirresíduos desempenha na garantia da conformidade com os limites máximos de resíduos (LMR) estabelecidos por órgãos reguladores nacionais e internacionais, como a Agência Nacional de Vigilância Sanitária (ANVISA), a União Europeia e o Codex Alimentarius, além de sua contribuição direta para a proteção da saúde pública e para a viabilização do comércio internacional de alimentos (Karageorgou; Ntereka; Samanidou, 2026; Valério *et al.*, 2024).

Do ponto de vista teórico, o desenvolvimento do método QuEChERS no início dos anos 2000 representou um marco na simplificação do preparo de amostras para a análise multirresíduo, substituindo procedimentos tradicionais mais demorados e com maior consumo de solventes (Prestes *et al.*, 2009). Associado a plataformas de cromatografia líquida e gasosa acopladas à espectrometria de massas em tandem, esse método consolidou-se como o principal fundamento metodológico da área, servindo de base para as discussões apresentadas ao longo deste artigo.

2 METODOLOGIA

Trata-se de um estudo de revisão de literatura, de caráter narrativo com elementos sistemáticos, sobre metodologias analíticas empregadas na determinação de multirresíduos de agrotóxicos em alimentos.



A busca bibliográfica foi realizada em bases de dados científicas internacionais, utilizando como descritores, em português, inglês e suas combinações, os termos "análise de multirresíduos", "agrotóxicos", "segurança alimentar", "QuEChERS", "métodos analíticos" e "técnicas cromatográficas", isolados ou combinados por operadores booleanos.

A estratégia de busca foi operacionalizada por meio da equação booleana ("*análise de multirresíduos*" OR "*multiresidue analysis*") AND ("*agrotóxicos*" OR "*pesticides*") AND ("*QuEChERS*" OR "*métodos analíticos*" OR "*técnicas cromatográficas*") AND ("*segurança alimentar*" OR "*food safety*"), adaptada aos operadores de truncamento e aos campos de busca (título, resumo e palavras-chave) de cada base de dados consultada.

As buscas foram realizadas manualmente nas bases de dados PubMed, Web of Science e ScienceDirect, complementadas por buscas na base Scopus e por levantamento de literatura correlata por meio da técnica de citation chaining, consideradas representativas da produção científica internacional na área. A busca priorizou a produção científica dos últimos cinco anos (2021 a 2026), sem restrição de idioma além do português e do inglês.

Na busca inicial, foram identificados 282 registros nas bases consultadas. Em seguida, foi aplicada a técnica de *citation chaining* (encadeamento de citações), tanto retrospectivo, para identificar estudos fundamentais anteriores ao recorte temporal principal, como Lehotay (2007) e Prestes *et al.* (2009), quanto prospectivo, para mapear trabalhos mais recentes que citaram os estudos centrais. Essa técnica acrescentou 90 registros ao corpus, totalizando 372 estudos candidatos (282 da busca inicial + 90 do encadeamento de citações).

Após a aplicação de critérios de relevância em relação à questão de pesquisa, 356 desses 372 estudos foram considerados relevantes, dos quais 309 foram classificados como altamente relevantes e compuseram o corpus final analisado nesta revisão.

Como critérios de inclusão, foram considerados artigos científicos revisados por pares, publicados em periódicos indexados, que abordassem métodos de preparo de amostra e de detecção instrumental aplicados à determinação simultânea de múltiplos resíduos de agrotóxicos em matrizes alimentares. Foram excluídos estudos voltados exclusivamente a métodos monorresíduo, a matrizes não alimentares e a trabalhos sem relação direta com a temática proposta.

O processo de seleção envolveu, inicialmente, a formulação de buscas a partir da questão de pesquisa central, seguida de triagem dos artigos recuperados e complementada pela técnica de encadeamento de citações (*citation chaining*), tanto retrospectivo, para identificação de estudos fundamentais que embasaram os trabalhos mais recentes, quanto prospectivo, para o mapeamento de publicações que citaram os estudos centrais. Após a aplicação dos critérios de relevância, foi constituído



um corpus de estudos considerados pertinentes ao tema, os quais fundamentaram as análises descritiva, temática e cronológica apresentadas na seção de resultados.

A análise dos dados foi conduzida em três etapas complementares: (i) síntese descritiva do panorama geral da literatura, incluindo a distribuição temática e geográfica dos estudos; (ii) análise crítica temática, organizada por eixos relacionados ao preparo de amostras, às plataformas instrumentais, à mitigação do efeito de matriz, à triagem não direcionada e às tecnologias emergentes; e (iii) análise cronológica, permitindo identificar a evolução histórica das abordagens metodológicas empregadas na área.

3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Os estudos analisados evidenciam uma transição consistente de métodos tradicionais e demorados de extração para fluxos de trabalho automatizados, sustentáveis e de alto desempenho, centrados especialmente no método QuEChERS e em suas modificações, associados a plataformas cromatográficas acopladas à espectrometria de massas. Essa tendência é acompanhada por um interesse crescente em estratégias de triagem não direcionada e em tecnologias portáteis de análise em campo, refletindo a busca por métodos mais rápidos, sensíveis e alinhados aos princípios da química analítica verde.

3.1 PREPARO DE AMOSTRAS: O PROTOCOLO QUECHERS COMO PADRÃO-OURO

O método QuEChERS consolidou-se como a abordagem predominante para o preparo de amostras destinadas à análise de multirresíduos, sendo empregado, em suas diferentes variações, na ampla maioria dos estudos analisados (Rejczak; Tuzimski, 2015; Santana-Mayor *et al.*, 2023). Sua popularização decorre da combinação de rapidez, baixo custo, simplicidade operacional e eficiência de extração em diferentes matrizes alimentares, características que justificam o acrônimo que dá nome ao método. Modificações do protocolo original, como as versões tamponadas (AOAC 2007.01 e EN 15662) e o micro-QuEChERS, têm sido desenvolvidas para otimizar a extração em amostras especialmente desafiadoras, como produtos lácteos, azeite de oliva e alimentos ricos em pigmentos (Prestes *et al.*, 2009; Papadopoulou; Boti; Nannou, 2025).

Não obstante sua robustez para a maioria das classes químicas, o método QuEChERS apresenta limitações reconhecidas na extração de agrotóxicos altamente polares e/ou iônicos, como glifosato, glufosinato, paraquat e etefon, cuja recuperação pelo protocolo convencional costuma ser insatisfatória em razão de sua baixa afinidade pelo acetonitrila e de sua elevada solubilidade em água (Lehotay, 2007). Para superar essa limitação, tem sido empregado o método QuPpe (*Quick Polar Pesticides*), que utiliza extração com metanol acidificado e determinação por LC-MS/MS ou LC-MS/MS de troca aniônica, possibilitando a quantificação de compostos que não são adequadamente cobertos pelo QuEChERS tradicional (Anastassiades *et al.*, 2021). A combinação complementar entre QuEChERS e QuPpe tem sido apontada



como estratégia relevante para ampliar a cobertura analítica de programas de monitoramento que necessitam contemplar tanto agrotóxicos apolares e moderadamente polares quanto compostos altamente polares e iônicos.

No contexto brasileiro, diversos estudos aplicaram o método QuEChERS associado à cromatografia líquida ou gasosa para a determinação de resíduos em matrizes de relevância nacional, como leite bovino (Bandeira *et al.*, 2014) e alimentos processados (Queiroz; Ferracini; Rosa, 2012), obtendo recuperações analíticas satisfatórias e em conformidade com os critérios internacionalmente aceitos, situados majoritariamente entre 70% e 120%.

3.2 PLATAFORMAS CROMATOGRÁFICAS E ESPECTROMETRIA DE MASSAS

A cromatografia líquida (LC-MS/MS) e a cromatografia gasosa (GC-MS/MS) acopladas à espectrometria de massas em tandem despontam como as ferramentas centrais para a quantificação simultânea de centenas de resíduos em níveis de traço, conferindo a sensibilidade e a seletividade necessárias ao cumprimento dos limites máximos de resíduos estabelecidos internacionalmente (Hernández *et al.*, 2013; Stachniuk; Fornal, 2016). Estudos recentes têm ampliado consideravelmente a cobertura analítica desses métodos, como demonstrado pela quantificação simultânea de 655 resíduos de agrotóxicos em frutas e hortaliças por UHPLC acoplada a Q-Orbitrap (Wang *et al.*, 2020), pela análise de 504 multirresíduos em culturas agrícolas por UHPLC-QTOF (Jeong *et al.*, 2024) e pela vigilância de mais de 1.100 agrotóxicos e toxinas naturais em alimentos por LC-HRMS (Bessaire *et al.*, 2024).

Nessa mesma direção, a cromatografia líquida bidimensional abrangente acoplada à espectrometria de massas em tandem (LC×LC-MS/MS) tem sido empregada para a determinação de resíduos de agrotóxicos em produtos à base de milho, a partir de uma extração sólido-líquida simples e sem etapas de clean-up, ampliando a seletividade cromatográfica em matrizes complexas ricas em interferentes (Arena *et al.*, 2024). Entretanto, o aumento da sensibilidade e da abrangência analítica também traz desafios relacionados ao desenvolvimento de métodos multiclasse, sobretudo quanto à padronização do desempenho entre diferentes plataformas instrumentais e à necessidade de instrumentação de alto custo, que limita a acessibilidade dessas tecnologias em contextos de recursos mais restritos (Steiner *et al.*, 2021).



Quadro 1- Comparativo de custo, complexidade e desempenho operacional entre plataformas analíticas

Plataforma	Custo relativo do equipamento	Complexidade / treinamento do analista	Tempo por amostra	Throughput (amostras/dia)
LC-MS/MS (triplo quadrupolo)	Alto	Moderada a alta	15-30 min/amostra	30-60
GC-MS/MS (triplo quadrupolo)	Alto	Moderada a alta	20-40 min/amostra	20-50
HRMS (Q-TOF / Orbitrap)	Muito alto	Alta (requer bioinformática/quimiometria)	20-40 min/amostra	20-40
Dispositivos portáteis / biossensores	Baixo	Baixa	1-10 min/amostra	> 100 (triagem)

Fonte: elaborado pela autora (2026), com base em Jafari et al. (2021), Sindhu e Manickavasagan (2023) e Steiner et al. (2021).

Essa comparação evidencia que a escolha da plataforma analítica não deve considerar apenas a sensibilidade e a seletividade, mas também o custo de aquisição e manutenção, a qualificação exigida do analista e a compatibilidade com o volume de amostras da rotina laboratorial, fatores que explicam a coexistência de métodos confirmatórios laboratoriais e de tecnologias portáteis de triagem preliminar.

3.3 MITIGAÇÃO DO EFEITO DE MATRIZ E VALIDAÇÃO ANALÍTICA

O efeito de matriz, caracterizado pela supressão ou pela intensificação do sinal analítico decorrente de interferentes coextraídos, permanece um dos principais desafios metodológicos identificados na literatura, sendo particularmente crítico em matrizes ricas em lipídios, pigmentos ou compostos polares (Anagnostopoulos *et al.*, 2012; Bedassa *et al.*, 2015). A calibração por padronização interna com matriz (matrix-matched calibration), associada a sorventes de limpeza como PSA, C18 e GCB, constitui a principal estratégia adotada para mitigar essa interferência (Chiarello; Moura, 2018; Munaretto *et al.*, 2016).

Cada solvente utilizado na etapa de limpeza dispersiva (d-SPE) desempenha uma função química específica: a PSA (amina primária-secundária) atua na remoção de açúcares, ácidos orgânicos e outros compostos polares coextraídos; o C18 retém compostos apolares, especialmente lipídios e gorduras; e o GCB (carbono grafitizado negro) remove pigmentos como clorofila e carotenoides, embora possa também reter, de forma indesejada, agrotóxicos de estrutura planar, como o tiabendazol e alguns triazóis, o que exige avaliação criteriosa de sua inclusão conforme a matriz analisada (Chiarello; Moura, 2018).

A avaliação do desempenho analítico apresentada no Quadro 1 pode ser confrontada com os critérios estabelecidos pela diretiva europeia SANTE 11312/2021 v2 (implementada a partir de 01/01/2024), que preconiza recuperações médias entre 70% e 120%, precisão expressa por RSD igual ou inferior a 20% e, para plataformas de espectrometria de massas de alta resolução, desvio de massa igual ou inferior a 5 ppm (SANTE, 2023). À luz desses critérios, a maioria dos estudos compilados no Quadro 1 atende às faixas de recuperação recomendadas, ainda que valores extremos, como os observados em azeite de oliva



extravirgem (14,0%-131,3%; Ferracane *et al.*, 2024), ultrapassem os limites superior e inferior estabelecidos, reforçando a necessidade de otimização adicional da calibração e da limpeza para matrizes especialmente complexas.

Em matrizes especialmente complexas, como o azeite de oliva extravirgem, mesmo protocolos otimizados podem apresentar maior variabilidade nas taxas de recuperação, como evidenciado no monitoramento de 260 agrotóxicos nesse tipo de matriz, cujas recuperações variaram entre 14,0% e 131,3% para alguns compostos (Ferracane *et al.*, 2024). Da mesma forma, alimentos infantis, por sua composição e pela exigência de limites de quantificação especialmente baixos, demandam protocolos de limpeza adicionais para assegurar a confiabilidade dos resultados (Amendola; Pelosi; Barbini, 2015).

Quadro 2 - Desempenho analítico de estudos selecionados sobre multirresíduos de agrotóxicos em alimentos

Estudo (autor, ano)	Matriz analisada	LOQ	Recuperação (%)	RSD (%)
Le et al. (2025)	Frutas e hortaliças	0,03-13,0 µg/kg	78,2-119,8	< 15,8
Wang et al. (2020)	Frutas e hortaliças	1,0-10,0 µg/kg	81-110	≤ 20
Zhang et al. (2025)	Hortaliças e frutas	0,077-2,696 µg/kg	78,9-104,5	1,0-7,8
Ferracane et al. (2024)	Azeite de oliva extravirgem	Abaixo do limite regulatório	14,0-131,3	≤ 20
Odabaş et al. (2024)	Maçã	12-108 µg/kg	Abaixo do LMR	Dentro dos limites regulatórios
Amendola et al. (2015)	Alimentos infantis de origem animal	10 µg/kg	Dentro dos limites regulatórios	Dentro dos limites regulatórios
Bedassa et al. (2015)	Frutas	5,8-11,1 µg/kg	78-118	0,2-11,7
Anagnostopoulos et al. (2012)	Alimentos infantis à base de cereais	3-10 µg/kg	60,4-125,4	< 29,7

Fonte: elaborado pela autora (2026), com base nos estudos citados. Legenda: LOQ = limite de quantificação; LMR = limite máximo de resíduos; RSD = desvio padrão relativo (relative standard deviation); Q-TOF = espectrometria de massas por tempo de voo com analisador de quadrupolo (quadrupole time-of-flight); Orbitrap = analisador de massas de alta resolução baseado em armadilha orbital. Todos os valores de LOQ foram padronizados em µg/kg para comparabilidade.

3.4 TRIAGEM NÃO DIRECIONADA E IDENTIFICAÇÃO DE CONTAMINANTES EMERGENTES

A espectrometria de massas de alta resolução (HRMS), especialmente por meio de analisadores do tipo tempo de voo (Q-TOF) e Orbitrap, tem possibilitado uma mudança de paradigma na área, permitindo a análise retrospectiva de dados e a identificação de contaminantes desconhecidos ou emergentes, para além de listas pré-definidas de analitos-alvo (Guo *et al.*, 2020; Kaufmann, 2012). Essa abordagem de triagem não direcionada (non-target screening) amplia significativamente o escopo do monitoramento da segurança alimentar, embora dependa de ferramentas quimiométricas sofisticadas e de processamento automatizado



de dados, ainda em consolidação, o que pode favorecer a ocorrência de resultados falso-positivos ou falso-negativos.

Nesse sentido, observa-se uma divergência relevante na literatura entre os defensores da análise direcionada, essencial para a verificação de conformidade regulatória frente aos limites máximos de resíduos, e os que defendem a ampliação da triagem não direcionada como estratégia complementar indispensável para a detecção de metabólitos e de contaminantes ainda não regulamentados (Tsagkaris *et al.*, 2019).

3.5 TECNOLOGIAS PORTÁTEIS E MONITORAMENTO EM CAMPO

O desenvolvimento de dispositivos portáteis, biossensores e espectrômetros portáteis representa uma tendência crescente voltada à triagem rápida, em tempo real e de menor custo, capaz de reduzir a dependência de laboratórios centralizados e de agilizar a tomada de decisão ao longo da cadeia produtiva (Umapathi *et al.*, 2022; Jafari *et al.*, 2021). Contudo, tais tecnologias ainda apresentam limitações quanto à sensibilidade, à robustez analítica e à cobertura de múltiplos analitos quando comparadas aos métodos cromatográficos laboratoriais, funcionando, na maioria dos casos, como ferramentas de triagem preliminar e não como métodos confirmatórios (Sindhu; Manickavasagan, 2023).

3.6 QUÍMICA ANALÍTICA VERDE E SUSTENTABILIDADE

Alinhada às demandas por sustentabilidade, a área tem incorporado progressivamente técnicas de microextração e protocolos miniaturizados, como o micro-QuEChERS, que reduzem substancialmente o consumo de solventes orgânicos sem comprometer a confiabilidade analítica (Papadopoulou; Boti; Nannou, 2025; Mejía-Carmona; Maciel; Lanças, 2020). Técnicas de microextração aplicadas ao monitoramento de frutas e hortaliças também têm demonstrado potencial para conciliar sensibilidade analítica e redução do impacto ambiental das rotinas laboratoriais (Berenguer *et al.*, 2023). Ainda assim, a transição para métodos mais verdes é frequentemente dificultada pela necessidade de revalidação rigorosa, de modo a garantir que as modificações atendam aos critérios de desempenho exigidos pelos padrões regulatórios internacionais.

3.7 CONFORMIDADE REGULATÓRIA E MONITORAMENTO DA SEGURANÇA ALIMENTAR

Estruturas regulatórias como as estabelecidas pela União Europeia, pelo Codex Alimentarius e por normas técnicas recentes, a exemplo da ISO 22002-100:2025, têm impulsionado o desenvolvimento contínuo de métodos analíticos robustos voltados à proteção do consumidor (Botnaru *et al.*, 2025; Karageorgou; Ntereka; Samanidou, 2026). No Brasil, estudos de monitoramento de resíduos em frutas e hortaliças reforçam a importância de metodologias multirresíduo validadas para subsidiar avaliações de



risco dietético e para embasar a atuação de programas oficiais de vigilância, como o Programa de Análise de Resíduos de Agrotóxicos em Alimentos (PARA), da ANVISA (Andrade *et al.*, 2024; Valério *et al.*, 2024).

A síntese da literatura analisada aponta, ainda, para a relevância da abordagem "Uma Só Saúde" (One Health), que reconhece a interconexão entre o monitoramento de resíduos químicos em alimentos, na ração animal e no ambiente para a compreensão da exposição cumulativa humana e dos impactos ecológicos associados (Botnaru *et al.*, 2025; Souza *et al.*, 2024). Persistem, contudo, lacunas relacionadas à heterogeneidade metodológica entre laboratórios, à escassa validação segundo diretrizes internacionais, como o documento SANTE, e à necessidade de ampliação do escopo de analitos monitorados, de modo a incluir metabólitos e contaminantes emergentes (Lehotay; Chen, 2018).

Quadro 3 - Comparativo entre abordagens tradicionais e emergentes na análise de multirresíduos

Abordagem tradicional	Abordagem emergente
QuEChERS convencional, com maior volume de solventes orgânicos e etapas manuais de extração e limpeza (clean-up).	Micro-QuEChERS e técnicas de microextração, com redução do consumo de solventes e alinhamento aos princípios da química analítica verde.
Cromatografia acoplada a espectrometria de massas em tandem (LC-MS/MS e GC-MS/MS) com quantificação direcionada a listas pré-definidas de analitos.	Espectrometria de massas de alta resolução (Q-TOF, Orbitrap) para triagem não direcionada (non-target screening) e identificação retrospectiva de contaminantes desconhecidos.
Análise centralizada em laboratórios, com maior robustez, porém tempo de resposta mais longo.	Dispositivos portáteis, biossensores e técnicas de ionização ambiente para triagem rápida em campo, ainda limitados como métodos preliminares e não confirmatórios.

Fonte: elaborado pela autora (2026), com base na literatura analisada. Legenda: LC-MS/MS = cromatografia líquida acoplada à espectrometria de massas em tandem; GC-MS/MS = cromatografia gasosa acoplada à espectrometria de massas em tandem; Q-TOF = espectrometria de massas por tempo de voo com analisador de quadrupolo; Orbitrap = analisador de massas de alta resolução baseado em armadilha orbital.

4 CONCLUSÃO

Este estudo teve como objetivo sintetizar os avanços metodológicos relacionados à análise de multirresíduos de agrotóxicos em alimentos, contemplando desde o preparo de amostras até as tecnologias emergentes de detecção. Os resultados confirmam o método QuEChERS, associado à cromatografia líquida e gasosa acoplada à espectrometria de massas em tandem, como o padrão-ouro consolidado para o monitoramento rotineiro, apresentando desempenho analítico satisfatório, com recuperações majoritariamente entre 70% e 120% e limites de quantificação compatíveis com as exigências regulatórias vigentes.

Ao mesmo tempo, evidenciou-se que o efeito de matriz permanece um desafio relevante, sobretudo em amostras lipídicas e altamente pigmentadas, exigindo estratégias contínuas de otimização da calibração e das etapas de limpeza. A ascensão da espectrometria de massas de alta resolução para a triagem não direcionada, bem como o desenvolvimento de dispositivos portáteis e de protocolos alinhados à química



analítica verde, aponta para uma reconfiguração progressiva da área, em direção a métodos mais sustentáveis, rápidos e capazes de identificar contaminantes emergentes ainda não contemplados pelas listas regulatórias tradicionais.

Como contribuição prática, esta revisão oferece um panorama atualizado e estruturado que pode subsidiar pesquisadores, laboratórios de controle de qualidade e órgãos reguladores na escolha e no aprimoramento de metodologias analíticas voltadas à segurança alimentar. Para pesquisas futuras, recomenda-se o desenvolvimento de estudos colaborativos interlaboratoriais voltados à harmonização de protocolos, a validação de dispositivos portáteis frente a métodos confirmatórios laboratoriais, a ampliação do escopo de analitos monitorados, incluindo metabólitos e transformação de produtos, e o aprimoramento de ferramentas automatizadas de processamento de dados para a triagem não direcionada.

AGRADECIMENTOS

O presente trabalho foi realizado com o apoio do Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq) – Processo nº142318/2025-6

REFERÊNCIAS

- AMENDOLA, G.; PELOSI, P.; BARBINI, D. A. Determination of pesticide residues in animal origin baby foods by gas chromatography coupled with triple quadrupole mass spectrometry. **Journal of Environmental Science and Health, Part B**, v. 50, n. 2, p. 109-120, 2015.
- ANAGNOSTOPOULOS, C. *et al.* Validation of two variations of the QuEChERS method for the determination of multiclass pesticide residues in cereal-based infant foods by LC-MS/MS. **Food Analytical Methods**, v. 5, n. 4, p. 664-683, 2012.
- ANASTASSIADES, M. *et al.* Quick Method for the Analysis of Numerous Highly Polar Pesticides in Food Involving Extraction with Acidified Methanol and LC-MS/MS Measurement. Food of Plant Origin (QuPPE-PO-Method), version 12. **EURL-SRM, CVUA Stuttgart**, 2021.
- ANDRADE, G. C. R. M. *et al.* Pesticides in vegetables and fruits from Brazil and risk assessment. **Food Additives & Contaminants: Part B**, p. 1-11, 2024.
- ARENA, K. *et al.* Determination of pesticide residues in five different corn-based products using a single and simple solid-liquid extraction without clean-up steps followed by comprehensive two-dimensional liquid chromatography coupled to tandem mass spectrometry. **Microchemical Journal**, v. 205, p. 111298, 2024.
- BANDEIRA, D. *et al.* Determinação de resíduos de agrotóxicos em leite bovino empregando método QuEChERS modificado e GC-MS/MS. **Química Nova**, v. 37, n. 5, p. 900-907, 2014.
- BEDASSA, T.; GURE, A.; MEGERSA, N. Modified QuEChERS method for the determination of multiclass pesticide residues in fruit samples utilizing high-performance liquid chromatography. **Food Analytical Methods**, v. 8, n. 8, p. 2020-2027, 2015.



BERENGUER, C. *et al.* Exploring the potential of microextraction in the survey of food fruits and vegetable safety. **Applied Sciences**, v. 13, n. 12, p. 7117, 2023.

BESSAIRE, T. *et al.* Enhanced surveillance of >1100 pesticides and natural toxins in food: harnessing the capabilities of LC-HRMS for reliable identification and quantification. **Foods**, v. 13, p. 3040, 2024.

BOTNARU, A. A. *et al.* Innovative analytical approaches for food pesticide residue detection: towards one health-oriented risk monitoring. **Journal of Xenobiotics**, v. 15, n. 5, p. 151, 2025.

CHIARELLO, M.; MOURA, S. Multi-pesticide residue analysis by high resolution mass spectrometry in complementary matrices: wheat flour, lettuce and apple samples. **Analytical Methods**, v. 10, n. 32, p. 3958-3967, 2018.

FERRACANE, A. *et al.* Monitoring of 260 pesticides in extra virgin olive oil and risk assessment for consumers within the framework of the European multiannual control program. **Food Chemistry**, v. 464, p. 141528, 2024.

GUO, Z.; ZHU, Z.; HUANG, S.; WANG, J. Non-targeted screening of pesticides for food analysis using liquid chromatography high-resolution mass spectrometry: a review. **Food Additives and Contaminants: Part A**, v. 37, n. 7, p. 1180-1201, 2020.

HERNÁNDEZ, F.; CERVERA, M. I.; PORTOLÉS, T.; BELTRAN, J.; PITARCH, E. The role of GC-MS/MS with triple quadrupole in pesticide residue analysis in food and the environment. **Analytical Methods**, v. 5, n. 21, p. 5875-5894, 2013.

JAFARI, S. *et al.* Assured point-of-need food safety screening: a critical assessment of portable food analyzers. **Foods**, v. 10, n. 6, p. 1399, 2021.

JEONG, M. *et al.* Simultaneous analysis of 504 pesticide multiresidues in crops using UHPLC-QTOF at MS1 and MS2 levels. **Foods**, v. 13, n. 21, p. 3503, 2024.

KARAGEORGOU, E. G.; NTEREKA, N. A. F.; SAMANIDOU, V. Chromatographic applications supporting ISO 22002-100:2025 requirements on allergen management, food fraud, and control of chemical and packaging-related contaminants. **Separations**, v. 13, n. 1, p. 39, 2026.

KAUFMANN, A. The current role of high-resolution mass spectrometry in food analysis. **Analytical and Bioanalytical Chemistry**, v. 403, n. 5, p. 1233-1249, 2012.

LE, Z. *et al.* Determination of 79 pesticide residues in fruits and vegetables by QuEChERS-ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry. **Chinese Journal of Chromatography**, v. 43, n. 9, p. 1053-1062, 2025.

LEHOTAY, S. J. Determination of pesticide residues in foods by acetonitrile extraction and partitioning with magnesium sulfate: collaborative study. **Journal of AOAC International**, v. 90, n. 2, p. 485-520, 2007.

LEHOTAY, S. J.; CHEN, Y. Hits and misses in research trends to monitor contaminants in foods. **Analytical and Bioanalytical Chemistry**, v. 410, n. 22, p. 5331-5351, 2018.



- MEJÍA-CARMONA, K.; MACIEL, E. V. S.; LANÇAS, F. M. Miniaturized liquid chromatography applied to the analysis of residues and contaminants in food: a review. **Electrophoresis**, v. 41, n. 20, p. 1680-1693, 2020.
- MUNARETTO, J. S.; VIERA, M. S.; MARTINS, M. L.; ADAIME, M. B.; ZANELLA, R. Quantitative multiclass pesticide residue analysis in apple, pear, and grape by modified QuEChERS and liquid chromatography coupled to high-resolution mass spectrometry. **Journal of AOAC International**, v. 99, n. 6, p. 1426-1435, 2016.
- ODABAŞ, E.; KEKLIK, M.; GÖLGE, Ö.; GONZÁLEZ-CURBELO, M. Á.; KABAK, B. Monitoring and risk assessment of multi-pesticide residues in apples: a focus on consumer safety. **Foods**, v. 13, n. 19, p. 3186, 2024.
- PAPADOPOULOU, A.; BOTI, V.; NANNOU, C. Towards greener sample preparation: a review on micro-QuEChERS advances and applications in food, environmental, and biological matrices. **Separations**, v. 12, n. 12, p. 339, 2025.
- PRESTES, O. D.; FRIGGI, C. D. A.; ADAIME, M. B.; ZANELLA, R. QuEChERS: um método moderno de preparo de amostra para determinação multirresíduo de pesticidas em alimentos por métodos cromatográficos acoplados à espectrometria de massas. **Química Nova**, v. 32, n. 6, p. 1620-1634, 2009.
- QUEIROZ, S. C. N.; FERRACINI, V. L.; ROSA, M. A. Validação de método multirresíduo para determinação de pesticidas em alimentos empregando QuEChERS e UPLC-MS/MS. **Química Nova**, v. 35, n. 1, p. 185-192, 2012.
- REJCZAK, T.; TUZIMSKI, T. A review of recent developments and trends in the QuEChERS sample preparation approach. **Central European Journal of Chemistry**, v. 13, n. 1, 2015.
- SANTANA-MAYOR, Á.; RODRÍGUEZ-RAMOS, R.; HERRERA-HERRERA, A. V.; SOCAS-RODRÍGUEZ, B.; RODRÍGUEZ-DELGADO, M. Á. Updated overview of QuEChERS applications in food, environmental and biological analysis (2020-2023). **Trends in Analytical Chemistry**, 2023.
- SANTE. **Analytical Quality Control and Method Validation Procedures for Pesticide Residues Analysis in Food and Feed**. Document No. SANTE 11312/2021 v2. European Commission, Directorate-General for Health and Food Safety, 2023. Implemented as of 01/01/2024.
- SINDHU, S.; MANICKAVASAGAN, A. Nondestructive testing methods for pesticide residue in food commodities: a review. **Comprehensive Reviews in Food Science and Food Safety**, v. 22, n. 2, p. 1226-1256, 2023.
- SOUZA, R. F. *et al.* Development of a novel and useful methodology for the simultaneous analysis of multiclass contaminants in bovine fat. **Analytical Methods**, 2024.
- STACHNIUK, A.; FORMAL, E. Liquid chromatography-mass spectrometry in the analysis of pesticide residues in food. **Food Analytical Methods**, v. 9, n. 6, p. 1654-1665, 2016.
- STEINER, D.; MALACHOVÁ, A.; SULYOK, M.; KRSKA, R. Challenges and future directions in LC-MS-based multiclass method development for the quantification of food contaminants. **Analytical and Bioanalytical Chemistry**, v. 413, n. 1, p. 25-34, 2021.



TSAGKARIS, A. S. *et al.* Critical assessment of recent trends related to screening and confirmatory analytical methods for selected food contaminants and allergens. **Trends in Analytical Chemistry**, v. 121, 2019.

UMAPATHI, R.; RANI, G. M.; KIM, E.; PARK, S.; CHO, Y.; HUH, Y. S. Sowing kernels for food safety: importance of rapid on-site detection of pesticide residues in agricultural foods. **Food Frontiers**, v. 3, n. 4, p. 666-676, 2022.

VALÉRIO, P. P.; PEREIRA, M. A.; GRANDE, S. C.; VITOR, T. G.; MOREIRA, W. Validation of analytical methodologies: context and guidelines for safety and innocuity of residues in Brazilian food. **IOSR Journal of Environmental Science, Toxicology and Food Technology**, v. 18, n. 12, p. 49-59, 2024.

WAHAB, S. *et al.* Advancement and new trends in analysis of pesticide residues in food: a comprehensive review. **Plants**, v. 11, n. 9, p. 1106, 2022.

WANG, J.; LEUNG, D. T.; CHOW, W.; WONG, J. W.; CHANG, J. UHPLC/ESI Q-Orbitrap quantitation of 655 pesticide residues in fruits and vegetables: a companion to an nData working flow. **Journal of AOAC International**, v. 103, n. 6, p. 1547-1559, 2020.

ZHANG, X. *et al.* Simultaneous detection of 34 pesticide and metabolite residues in vegetables and fruits using improved QuEChERS-gas chromatography-tandem mass spectrometry with carboxylated multi-walled carbon nanotubes. **Chinese Journal of Chromatography**, v. 43, n. 10, p. 1145-1153, 2025.