

## Desenvolvimento de metodologia para análise de acaricidas em sangue de bovinos

Daniele F. Maffei<sup>1</sup> e Silvia H. G. Brondi<sup>2</sup>

<sup>1</sup> Aluna de graduação do Centro Universitário Central Paulista, São Carlos, SP; estagiária da Embrapa Pecuária Sudeste; bolsista de iniciação científica da Fapesp.

<sup>2</sup> Jovem Pesquisador, bolsista da Fapesp, na Embrapa Pecuária Sudeste.

Os acaricidas têm sido muito utilizados na agricultura e na pecuária, pois desempenham função indispensável na produção de alimentos e no combate a parasitas transmissores de doenças. Eles podem deixar resíduos nas partes comestíveis dos alimentos e em decorrência disso colocar em risco a saúde do consumidor. Portanto, torna-se necessário o desenvolvimento de técnicas analíticas para identificação desses compostos. Este estudo tem por objetivo desenvolver, otimizar e validar uma metodologia para analisar resíduos de cipermetrina, clorfenvinfós e fipronil, aplicados no rebanho bovino para combate ao carrapato-doboi [*Rhipicephalus (Boophilus) microplus*]. Utilizou-se como matriz de estudo o sangue de bovinos e empregou-se a dispersão da matriz em fase sólida (DMFS) para extração dos analitos e a cromatografia gasosa com detecção por espectrometria de massas para separação, para identificação e para quantificação dos pesticidas. Na extração dos acaricidas, 0,25 mL de plasma bovino foi acrescido de solução dos padrões analíticos. A mistura foi deixada a interagir por 30min. Foram avaliadas as concentrações de 0,5; 0,25 e 0,1 mg/L. Adicionou-se 1 g de sulfato de sódio anidro e 1 g de octadecilsilano. A mistura foi homogeneizada por 2min e em seguida o conteúdo foi transferido para um cartucho de polietileno de 10 mL, o qual continha 1 g de florisil ativado com 5 mL de acetonitrila. Os acaricidas foram eluídos com 15 mL de acetonitrila e o eluato foi submetido à rotaevaporação até a secura, sendo reconstituído para 1 mL com acetonitrila. Dessa solução, foi injetado 1 µL em cromatógrafo a gás, equipado com detector de massas, coluna capilar de sílica fundida, regulador de temperatura do injetor, fonte de íons e interface de 250°C. A programação de temperatura do forno foi estabelecida inicialmente em 120°C, com aquecimento de 4°C por minuto até 190°C e de 32°C por minuto até 270°C durante 4 min. Foram monitorados os íons com relação massa:carga de 181, 267 e 351 daltons/Coulomb, que correspondem a cipermetrina, clorfenvinfós e fipronil, respectivamente. Quando se aplicou a metodologia desenvolvida para análise de acaricidas em plasma de bovinos, valores aceitáveis de recuperação foram obtidos com clorfenvinfós e cipermetrina. Esses valores variaram de 75% a 116% e estão compreendidos no intervalo proposto pela *Environmental Protection Agency* dos Estados Unidos da América (70% a 130%). No caso do fipronil, os resultados estiveram fora da faixa de aceitação e são necessárias mais investigações com esse princípio ativo. A técnica de extração por DMFS apresenta-se apropriada para analisar resíduos de acaricidas em plasma bovino, pois utiliza pequena quantidade de amostra, envolve poucas etapas e reduz o consumo de solventes orgânicos.