## Desenvolvimento de metodologia analítica para análise de cipermetrina em leite bovino

Adriana Nori Macedo; Silvia H G Brondi; UFSCar, São Carlos, SP

Os acaricidas, entre eles a cipermetrina, desempenham uma função indispensável no controle de pragas transmissoras de doenças para o gado leiteiro. Entretanto, a presença de resíduos de acaricidas nos alimentos pode comprometer a segurança alimentar, principalmente se os níveis estiverem acima dos limites máximos permitidos pela legislação, podendo provocar sérios problemas comerciais e de saúde ambiental e pública. Portanto, a análise de traços de acaricidas no leite, destacando a cipermetrina, torna-se necessária, requerendo o desenvolvimento de metodologias analíticas, as quais sejam rápidas, sensitivas e seletivas (Nakagawa, 2001). Este trabalho tem por objetivo desenvolver, otimizar e validar a técnica de extração dispersão da matriz em fase sólida (DMFS), seguida por cromatografia gasosa de alta resolução com detector de massas (HRGC/MS), na análise de traços do acaricida cipermetrina, na matriz leite.

A técnica dispersão da matriz em fase sólida apresenta vantagens quando comparada com as técnicas clássicas de extração de pesticidas, uma vez que utiliza pequena quantidade de amostra, pouco consumo de solventes orgânicos, poucas etapas envolvidas e é rápida (Baker, 2000).

No método proposto para a extração de cipermetrina na matriz leite, dispersão da matriz em fase sólida, 0,25g de leite liofilizado foi pesado, adicionando-se solução padrão do acaricida e 1g de sulfato de sódio anidro. A mistura foi homogeneizada em almofariz, e o conteúdo transferido para uma coluna de polietileno (20mL) contendo 1g de florisil ativado com 5mL de acetonitrila. O acaricida foi eluído com 10mL de acetonitrila contendo 1% de ácido acético, e o eluato rota-evaporado até a secura. reconstituído em acetato de etila e injetado no GC/MS. As análises foram realizadas em cromatógrafo a gás, marca Shimadzu, equipado com detector de massas, coluna capilar de sílica fundida, temperaturas do injetor, fonte de íons e interface de 250ºC. temperatura da coluna: 190ºC - 10ºC/min - 270ºC (2min), sendo monitorados os íons 163,165 e 181, modo SIM.

Aplicando a técnica de extração DMFS na análise de cipermetrina em leite, obteve-se valor de recuperação de 111,5%, resultado este dentro do intervalo proposto pelo EPA, que é de 70 a 130% (Tolosa et al., 1996). Os valores dos limites de detecção e quantificação foram de 0,010mg/L e 0,033mg/L, os quais foram inferiores ao limite máximo de resíduo (LMR) estabelecido pela legislação.

PROCI-2006.00258

MAC

2006

SP-2006.00258

Desenvolvimento de metodologia 2006

SP-2006.00258

FAPESP E EMBRAPA

SIMCRO 2006