

# DETERMINAÇÃO DE RESÍDUOS DE CARRAPATICIDA EM LEITE BOVINO

Adriana Nori de Macedo<sup>1,2</sup>, Ana Rita de Araújo Nogueira<sup>1</sup>, Sílvia Helena Govoni Brondi<sup>1</sup>

<sup>1</sup> Grupo de Análise Instrumental Aplicada - Embrapa Pecuária Sudeste, Rod. Washington Luiz km 234, São Carlos, SP

<sup>2</sup> Universidade Federal de São Carlos, Departamento de Química, São Carlos, SP

\*adriana\_nori@yahoo.com.br

## Introdução



Os pesticidas têm sido amplamente utilizados no combate de parasitas que afetam a produtividade animal. Em consequência, considerando-se a segurança alimentar, a presença de traços de pesticidas nos alimentos representa muitas implicações, podendo provocar sérios problemas comerciais, econômicos e de saúde ambiental e pública.

Portanto, a análise de traços de pesticidas em alimentos, em especial no leite, torna-se necessária, requerendo o desenvolvimento de metodologias analíticas, as quais sejam rápidas, sensíveis e seletivas (Nakagawa, 2001).

De acordo com dados da Embrapa Gado de Leite (2004), o Brasil é o 6º maior produtor de derivados lácteos do mundo e a exportação neste setor vêm crescendo a cada ano.



## Objetivos

Desenvolver e validar metodologias analíticas, empregando 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 carrapaticida cipermetrina, na matriz leite.



## Experimental

**Técnica de extração:** dispersão da matriz em fase sólida (DMFS)

**Princípio ativo:** cipermetrina (carrapaticida)

**Matriz:** leite bovino

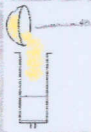
**Procedimento de Extração: DMFS**



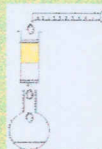
Adição do padrão cipermetrina em 0,25g de leite



Homogeneização com 1g de sulfato de sódio



Transferência do homogeneizado para cartucho contendo 1g de florissil ativado com 5mL de acetoneitrila



Eluição com 10mL de acetoneitrila contendo 1% de ácido acético



Rotaevaporação do eluato até a secatura do solvente



Reconstituição para 1mL com acetato de etila



Figura 1: Procedimento de Extração (DMFS)

## Instrumental

Análise por cromatografia gasosa com detector de espectrometria de massas (CG/MS)

**Condições cromatográficas:**

Temperatura do injetor: 250°C

Modo de injeção: Splitless

Volume de injeção: 1µL

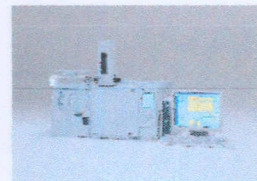
Coluna: DB-5; 30mX0,25mmX0,10µm

Temperatura do forno: 190°C - 10°C/min - 270°C(2min)

**Detector de massas:**

Temperatura da interface e fonte de íons: 250°C

Íons monitorados: 163, 165, 181



## Resultados e Discussão

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).

A metodologia de extração empregada na análise de cipermetrina (Figura 2) em leite mostrou uma resposta linear, com coeficiente de correlação de 0,998, limite de detecção de 10 µg/L e quantificação de 33 µg/L, com valores de recuperação variando de 87 a 95%. O limite de detecção foi inferior ao limite máximo de resíduo aceitável pela legislação para cipermetrina em leite, que é da ordem de 50 µg/L (Trabbold, 1998).

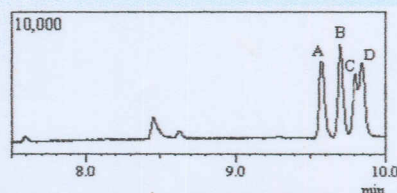


Figura 2: Cromatograma do princípio ativo cipermetrina (isômeros A, B, C e D), após aplicação da técnica de extração DMFS.

## Conclusões

A determinação de resíduos de cipermetrina em amostras de leite, empregando a DMFS-GC/MS, mostrou ser uma técnica apropriada na análise desse composto, sendo detectado na concentração de 10 µg/L, valor este inferior ao limite máximo estabelecido pela legislação (50µg/L). A técnica é rápida e simples, consumindo pequeno volume de solventes orgânicos.



## Referências Bibliográficas

- BAKER, S. A. Matriz solid-fase dispersion. *J. of Chrom. A*, 885 (2000), p.115-127.
- EMBRAPA GADO DE LEITE. Classificação mundial dos principais países produtores de leite (2004). Disponível em: <<http://onppl.embrapa.br>>. Acesso em: 15. jan 2006.
- NAKAGAWA, L. E.; LUCHINI, L. C.; BARBOSA, C. M.; TEIXEIRA, M. V. 14ª Reunião Anual do Instituto Biológico: Área Ambiental (2001). Disponível em: <[www.bilologico.sp.gov.br](http://www.bilologico.sp.gov.br)>. Acesso em: 9. jan. 2006.



Contatos: [www.cpps.eembrapa.br](http://www.cpps.eembrapa.br)

Rodovia Washington Luiz, Km 234, São Carlos, SP

Tel: (0XX16)3361-5611



PROCI-2007.00025

MAC

2007

SP-2007.00025

Determinação de resíduos de  
2007 SP-2007.00025



16951-1