

APLICAÇÃO DA DMFS NA DETERMINAÇÃO RESIDUAL DO ACARICIDA CIPERMETRINA EM LEITE BOVINO

Adriana Nori de Macedo^{1,2}(IC)*, Ana Rita de Araújo Nogueira²(PQ), Silvia Helena Govoni Brondi²(PQ).

E-mail: adriana_nori@yahoo.com.br

1)Departamento de Química – Universidade Federal de São Carlos, Cx. Postal: 676, 13565-905, São Carlos – SP.

2)Embrapa Pecuária Sudeste, Cx. Postal: 339, 13560-970, São Carlos – SP.

Palavras Chave: cipermetrina, leite, cromatografia.

Introdução

O leite, fresco ou sob a forma de derivados, é um alimento de grande importância para que o ser humano tenha uma dieta saudável, devido ao fato de conter nutrientes como proteínas, carboidratos, gorduras, sais minerais e água. Desde a manipulação do animal até a embalagem do produto final o leite está sujeito a várias formas de contaminação, todas elas atingindo diretamente a saúde do consumidor.

A cipermetrina é um pesticida da classe dos piretróides, amplamente utilizado no Brasil como acaricida, especialmente no rebanho bovino leiteiro, sendo capaz de ultrapassar o couro do animal, atingindo a corrente sanguínea e conseqüentemente o leite¹. Trata-se portanto, de uma forma de contaminação, que pode comprometer a qualidade do leite e a segurança alimentar dos consumidores, caso não seja observado o período de carência estabelecido pelo fabricante do acaricida.

Assim, o objetivo deste trabalho consiste no desenvolvimento e validação de uma metodologia analítica, a qual seja aplicada na determinação de resíduos do acaricida cipermetrina na matriz leite, empregando a dispersão da matriz em fase sólida (DMFS) como técnica de extração e realizando as análises em cromatógrafo gasoso de alta resolução com detector de massas (HRGC/MS)

Resultados e Discussão

No método proposto para a extração do acaricida cipermetrina na matriz leite, DMFS, um volume de 2,5 mL de leite foi fortificado com uma solução do padrão analítico cipermetrina, sendo esta mistura submetida a um processo de liofilização durante 24 horas. Após liofilizada, a amostra fortificada foi homogeneizada com 1 g de sulfato de sódio durante 2 min e transferida para um cartucho de polietileno contendo 1 g de florissil pré-ativado com 5 mL de acetonitrila. A eluição foi realizada utilizando 10 mL de acetonitrila contendo 1% de ácido acético e o eluato foi rotaevaporado até a completa secagem do solvente, sendo, a seguir, reconstituído para 1mL em acetato de etila. As análises foram realizadas em HRGC/MS,

coluna capilar de sílica fundida, temperaturas do injetor, fonte de íons e interface de 250°C, temperatura da coluna: 190 °C – 10 °C/min – 270 °C (2 min).

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 rápida².

O cromatograma obtido após a aplicação da técnica de extração DMFS, na matriz leite, com fortificação na concentração de 0,1 mg/L, é apresentado na

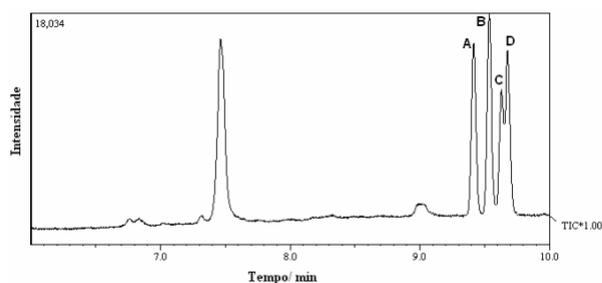


Figura 1.

Figura 1. Cromatograma do extrato contendo o acaricida cipermetrina na concentração de 0,1 mg/L (isômeros A, B, C e D).

Conclusões

A técnica proposta para analisar resíduos do acaricida cipermetrina em amostras de leite mostrou-se apropriada, com valores de recuperação dentro da faixa de aceite estabelecida pelo EPA³ (70 a 130%), apresentando repetibilidade, mesmo quando aplicada em concentrações baixas (inferiores a 0,05 mg/L). Os limites de detecção (LOD) e de quantificação (LOQ) encontrados para a técnica foram de 0,05 e 0,17 mg/L, respectivamente, estando abaixo do limite máximo de resíduos (LMR) estabelecido pela legislação.

Agradecimentos

FAPESP e Embrapa Pecuária Sudeste.

¹ Bissacot, D. Z.; I. Vassilieff. *Vet. Hum. Toxicol.* **1997**, 39, 6-8.

Sociedade Brasileira de Química (SBQ)

² Baker, S. A. *J. of Chrom. A.* **2000**, 885, 115-127.

³ Tolosa, I.; Readman, J.W.; Mee, L.D. *J. of Chromatogr. A.* **1996**, 725, 93-106.