

Desenvolvimento e validação de metodologia para determinação de resíduos de acaricidas em leite bovino

Adriana Nori de Macedo¹; Natália Cecília Sartarelli²; Ana Rita de Araujo Nogueira³;
Sílvia Helena Govoni Brondi³

¹Aluna de mestrado em Química, Instituto de Química de São Carlos, Universidade de São Paulo, São Carlos, SP, adriana_nori@yahoo.com.br;

²Aluna de graduação em Farmácia, Centro Universitário Central Paulista, São Carlos, SP;

³Pesquisadora, Embrapa Pecuária Sudeste, São Carlos, SP.

A aplicação de acaricidas é de grande importância no controle de ectoparasitas bovinos, como o carrapato do boi (*Rhipicephalus (Boophilus) microplus*) e a mosca dos chifres (*Haematobia irritans*), que afetam a saúde dos animais e a produtividade agropecuária. Entretanto, se forem utilizados de maneira inadequada, desrespeitando as dosagens e o período de carência, é possível detectar a presença de resíduos em alimentos provenientes de animais submetidos ao tratamento. O consumo de alimentos contendo resíduos de acaricidas pode provocar diversos problemas de saúde pública e de segurança alimentar. Este estudo teve o objetivo de desenvolver e validar uma metodologia analítica para a determinação de resíduos de acaricidas (clorpirifos, clorfenvinfos, fipronil, amitraz e cipermetrina) em leite bovino, utilizando o método de extração QuEChERS (*quick, easy, cheap, effective, rugged, and safe*) na etapa de preparo da amostra, e a cromatografia gasosa com detector de espectrometria de massas (GC-MS) na separação e quantificação dos acaricidas. Transferiu-se 10 mL de leite para um tubo Falcon de volume 50 mL, adicionando-se quantidades conhecidas de padrões dos acaricidas em estudo e deixando-os em interação com a amostra durante 40 minutos. Em seguida, acrescentou-se 10 mL de acetonitrila (MeCN), 4,0 g de sulfato de magnésio (MgSO₄) e 1,0 g de cloreto de sódio (NaCl), agitando por 1 minuto em vórtex. Centrifugou-se a mistura a 3000 rpm por 1 minuto, obtendo-se a separação de fases. Transferiu-se uma alíquota de 1,0 mL da fase sobrenadante (MeCN) para um tubo eppendorf, de volume 1,5 mL, contendo 50 mg do adsorvente amina primária e secundária (PSA), 50 mg do adsorvente octadecilssilano (C18) e 150 mg de MgSO₄. Agitou-se manualmente e centrifugou-se a 6000 rpm por 1 minuto. Transferiu-se 0,5 mL da fase sobrenadante para um frasco do amostrador automático do GC-MS. Na análise cromatográfica, utilizou-se gás de arraste hélio, temperaturas do injetor, interface e fonte de íons de 250 °C e programação de temperatura do forno de 100 °C, aumentando à taxa de 12 °C min⁻¹ até 190 °C e de 32 °C min⁻¹ até 270 °C, mantendo nessa temperatura por 4 minutos. O método mostrou boa exatidão e precisão, estando de acordo com a União Européia (Doc. No. SANCO 10684/2009), apresentando valores de recuperação e desvio padrão relativo (DPR) que variaram de 62 a 108% e de 1 a 25%, respectivamente. Os coeficientes de correlação foram superiores a 0,979, demonstrando boa linearidade, e os limites de detecção foram inferiores aos Limites Máximos de Resíduos (LMRs) estabelecidos pela legislação da União Européia (Regulation (EC) No 396/2005) para leite bovino, exceto para o acaricida amitraz, que não consta na legislação. O método QuEChERS apresenta vantagens em relação aos métodos de extração convencionais, por ser simples, rápido, eficiente e de baixo custo, com reduzido consumo de solventes orgânicos.

Apoio financeiro: Embrapa, FAPESP e PIBIC/CNPq.

Área: Qualidade de Produtos Agropecuários