

Extração e análise de piretróides em leite

Deyse de Brito Marthe (IC)¹, Vanessa Queiroz Fialho (IC)¹, Luciana Souza Alves (IC)¹, Antonio Augusto Neves (PQ)¹, Maria Eliana Lopes Ribeiro de Queiroz (PQ)¹, Jussara Moreira Coelho (IC)¹

¹ Laboratório de Química Analítica (LAQUA), Departamento de Química – Universidade Federal de Viçosa.

*aneves@ufv.br

Palavras Chave: *piretróides, leite, cromatografia gasosa*

Introdução

Os piretróides são inseticidas sintéticos de uso recomendado no controle de pragas na agricultura, pecuária e em ambiente doméstico. O seu uso disseminado está associado principalmente à sua eficiência no controle de pragas e à sua meia vida relativamente curta. Pelas suas propriedades lipofílicas, os processos de extração de piretróides em matrizes gordurosas, como leite e derivados, são normalmente trabalhosos, envolvendo várias etapas de “clean up” com consumo elevado de solventes e, às vezes, com rendimento de extração baixo. Recentemente Goulart e outros¹ propuseram uma técnica de extração de piretróides em leite, pelo abaixamento da temperatura da mistura extratora (ELL-PBT). Procurou-se, nesse trabalho, estabelecer novas condições de extração e análise de piretróides em leite usando volumes reduzidos da amostra e do solvente extrator. Procurou-se, além de reduzir o consumo de solventes, estabelecer alguns parâmetros de validação do método.

Resultados e Discussão

Na técnica de extração descrita por Goulart¹, 20,0 mL da amostra de leite fortificada com piretróides são tratados com 40,0 mL de solvente extrator. A mistura é resfriada a – 20 °C e nessas condições a fase aquosa e os produtos gordurosos do leite são solidificados. O sobrenadante contendo os piretróides, ainda na fase líquida, é retirado e analisado por CG/ECD. Por esse processo o rendimento de extração foi superior a 84% para os piretróides cipermetrina e deltametrina.

Com o objetivo de tornar a técnica mais adequada, econômica e ecologicamente mais recomendável, algumas modificações foram propostas. Amostras de leite (4,0 mL), foram fortificadas com piretróides, e tratadas com 8,0 mL de acetonitrila ou uma mistura extratora (acetonitrila e acetato de etila em diferentes proporções) e resfriadas a – 20 °C. Os extratos obtidos foram analisados por CG/ECD, após filtração em presença de sulfato de sódio anidro. A quantificação dos piretróides foi feita pelo método do padrão interno, sendo empregado para tal um outro piretróide, a bifentrina. Empregando acetonitrila como solvente extrator, foram obtidas as melhores taxas de recuperação.

Depois de modificada a técnica, alguns parâmetros de validação foram determinados. A linearidade de resposta do detector e os dados da curva de analítica foram avaliados pelo método de superposição da matriz e verificou-se que a resposta é linear na faixa de 50 µg/L a 1000 µg/L. Alguns parâmetros de validação avaliados estão na tabela 1.

Tabela 1 – Parâmetros de validação do método.

Piretróides	LD (µg/L)	LQ (µg/L)	Extração (%)	Repetitiv. CV(%)
Deltametrina	1,04	3,11	96,5	3,8
Cipermetrina	2,81	8,45	92,1	8,5

Os parâmetros avaliados mostraram que a técnica extração líquido-líquido e partição em baixa temperatura (ELL-PBT) é adequada para análise de piretróides em leite, apresentando CV inferior a 10%. Um outro fator que merece ser avaliado com um pouco mais de detalhe é a etapa em que a amostra e o solvente extrator são mantidos em contato. Quando a amostra fortificada com os piretróides foi submetida ao ultra-som por 2 minutos, os resultados mostraram um menor desvio padrão.

Conclusões

O método modificado de extração e análise de piretróides em leite por CG mostrou se bastante simples e rápido com uma considerável redução no volume de solvente consumido. Comparativamente houve uma redução de quase 8 vezes o volume consumido. Os parâmetros de validação avaliados são adequados e isto torna o método bastante promissor, podendo ser aplicado na extração e análise de piretróides em derivados do leite.

Agradecimentos

Os autores agradecem ao CNPq e à Fapemig pelo apoio financeiro.

¹ Goulart, S. M.; Queiroz, M. E. L. R.; Neves, A. A.; Queiroz, J. H.; Alves, I. C. Anais da 27 Reunião Anual da SBQ e 26 Congresso Latino Americano de Química, Salvador, Ba, 2004.