

APLICAÇÃO DA DISPERSÃO DA MATRIZ EM FASE SÓLIDA (DMFS) NA DETERMINAÇÃO RESIDUAL DE ACARICIDAS EM SANGUE BOVINO

Silvia Helena Govoni Brondi¹(PQ)*, Ana Rita de Araújo Nogueira¹(PQ), Daniele Fernanda Maffei^{1,2}(IC),

E-mail: shgb@uol.com.br

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

2) Centro Universitário Central Paulista – UNICEP, Rua Miguel Petroni, 5111, São Carlos – SP.

Palavras Chave: acaricidas, GC/MS, resíduos, sangue.

Introdução

Os acaricidas têm sido muito utilizados na agricultura e na pecuária, pois desempenham função indispensável na produção de alimentos e no combate a parasitas transmissores de doenças. Porém, seu emprego inadequado pode acarretar riscos ao meio ambiente e à saúde do consumidor. Considerando-se que os brasileiros e o mercado internacional vêm se tornando cada vez mais exigentes quanto à qualidade dos produtos de consumo, destacando a presença de resíduos de acaricidas em alimentos, torna-se necessário o desenvolvimento de técnicas analíticas, as quais permitam a identificação desses compostos. A presença de resíduos de acaricidas no sangue bovino pode ser um indicativo de uma posterior contaminação do leite e da carne comercializados.

O objetivo deste trabalho foi o desenvolvimento de uma metodologia analítica, para determinação de resíduos dos acaricidas cipermetrina, clorfenvinfos e fipronil, compostos estes aplicados no rebanho bovino, no combate ao carrapato (*Boophilus microplus*), utilizando como matriz de estudo o plasma bovino. Como técnica de extração dos analitos foi empregada a dispersão da matriz em fase sólida (DMFS) e como técnica analítica a cromatografia gasosa, com detecção por espectrometria de massas (GC/MS).

Resultados e Discussão

Utilizou-se como matriz de estudo o plasma, obtido a partir da centrifugação do sangue bovino. Na extração dos acaricidas, 0,25 mL de plasma foi fortificado com solução dos padrões analíticos, deixando a solução interagir por 30 min, sendo avaliadas as concentrações de 0,5; 0,25; 0,1 e 0,05 mg/L. Adicionou-se à solução 1g de sulfato de sódio anidro e 1g de C18, homogeneizando a mistura por 2 min, sendo em seguida o conteúdo transferido para um cartucho de polietileno de volume 10 mL, contendo 1g de florisil já ativado com 5 mL de acetonitrila. Os acaricidas foram eluídos com 15 mL de acetonitrila e o eluato rota-evaporado até a secura, sendo reconstituído para 1 mL com acetonitrila e injetado 1µL no GC/MS. As análises foram realizadas

30ª Reunião Anual da Sociedade Brasileira de Química

em cromatógrafo a gás, equipado com detector seletivo de massas, coluna capilar de sílica fundida, temperaturas do injetor, fonte de íons e interface de 250°C, temperatura do forno: 120°C – 4°C/min – 270°C (4 min), sendo monitorados os íons com m/z 267, 351 e 181. A técnica de extração DMFS apresentou-se apropriada para analisar resíduos de acaricidas em plasma bovino, devido utilizar pequena quantidade de amostra, poucas etapas envolvidas e reduzido consumo de solventes orgânicos¹.

Valores aceitáveis de recuperação foram obtidos ao aplicar a metodologia analítica DMFS-GC/MS, variando de 73 a 107%, avaliando as concentrações de 0,5; 0,25; 0,1 e 0,05 mg/L, valores estes compreendidos no intervalo proposto pela EPA² (70 a 130%). A Figura 1 apresenta o cromatograma obtido após aplicar a técnica de extração DMFS e posterior análise do extrato por GC/MS, com adição dos padrões analíticos na matriz sangue, na concentração de 0,05 mg/L.

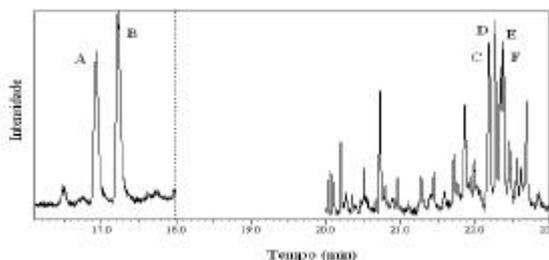


Figura 1. Cromatograma dos padrões analíticos clorfenvinfos (A), fipronil (B) e cipermetrina (isômeros C, D, E e F), injetados no GC/MS após aplicar a DMFS, na concentração de 0,05 mg/L.

Conclusões

A metodologia desenvolvida, DMFS-GC/MS, mostrou-se sensível, precisa e reprodutível, para analisar resíduos dos acaricidas cipermetrina, clorfenvinfos e fipronil em plasma bovino.

Agradecimentos

FAPESP e Embrapa Pecuária Sudeste.

¹ DÓREA E LOPES. *Química Nova*, v.27, n.6, p.892-896, 2004.

² TOLOSA et al., *J. of Chromatogr. A*, 725, p.93-106, 1996.