

## DESENVOLVIMENTO DE METODOLOGIA ANALÍTICA PARA ANÁLISE DE CARRAPATICIDAS EM CARNE BOVINA

Juliana Pane de Sousa<sup>1</sup>(IC)\*, Adriana Nori de Macedo<sup>1</sup>(IC), Ana Rita de Araújo Nogueira<sup>2</sup>(PQ), Silvia Helena Govoni Brondi<sup>2</sup>(PQ). E-mail: shgb@uol.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: SPME, carrapaticida, cromatografia

### Introdução

A presença de resíduos de drogas veterinárias em alimentos, especialmente de carrapaticidas, o qual tem uma função indispensável no controle de pragas transmissoras de doenças para o rebanho bovino, destacando-se o *Boophilus microplus*, pode comprometer a segurança alimentar humana, principalmente se os níveis estiverem acima do limite máximo permitido pela legislação, além de comprometer o comércio internacional de produtos de origem bovina. O Brasil possui um dos maiores rebanhos bovinos do mundo, mas apresenta deficiências no controle de qualidade relacionado à presença de resíduos de contaminantes nos produtos de origem animal disponíveis no mercado, tornando-se necessário o controle da qualidade dos alimentos que chegam ao consumidor [1]. Portanto, a análise de traços de carrapaticidas em alimentos, destacando-se a carne, torna-se necessária, requerendo o desenvolvimento de metodologias, as quais sejam rápidas, sensíveis e seletivas. A técnica de extração por microextração em fase sólida (SPME) apresenta como vantagens a eliminação do uso de solventes orgânicos, extração analítica simplificada, melhoramento na precisão, economia de tempo e dinheiro [2]. A SPME pode ser afetada por diversos fatores experimentais: tipo de revestimento da fibra, modo de extração, velocidade de agitação da amostra, tempo e temperatura de extração, força iônica, pH do meio, tempo e temperatura de desorção dos analitos no injetor do cromatógrafo [3].

O objetivo deste trabalho é desenvolver e validar uma metodologia, empregando a SPME, seguida pela cromatografia gasosa de alta resolução, com detector de massas (HRGC/MS), na análise de traços dos carrapaticidas, clorfenvinfos, fipronil e cipermetrina, na matriz carne bovina.

### Resultados e Discussão

Mediante a aplicação da metodologia: SPME, modo headspace, e posterior análise por GC/MS, 0,5 g de carne foi fortificada com os padrões analíticos dos carrapaticidas, adicionando-se 0,5 g de cloreto de sódio e água até atingir o volume final de 3 mL. A solução foi submetida ao processo de extração por 30 minutos. Avaliou-se o tipo de

revestimento da fibra, polidimetilsiloxano (PDMS) e poliacrilato (PA), agitação ou não da amostra, adição ou não de sal (NaCl) e tempo de desorção dos analitos no injetor do cromatógrafo. Os melhores resultados foram obtidos com a fibra PA, agitação da amostra, adição de sal e tempo de desorção dos analitos de 5 min (Figura 1).

As análises cromatográficas foram realizadas em cromatógrafo a gás, com detector de massas, coluna capilar de sílica fundida (DB-5), temperaturas do injetor, fonte de íons e interface de 250°C, programação de temperatura do forno: 120°C – 4°C/min – 190°C – 32°C/min – 270°C (4min), sendo monitorados os íons com m/z 267, 351, 181, correspondentes aos analitos clorfenvinfos, fipronil e cipermetrina, respectivamente.

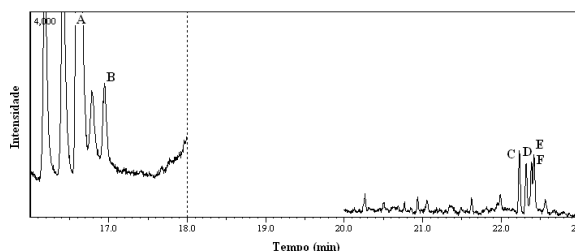


Figura 1. Cromatograma da amostra de carne, fortificada com os carrapaticidas, concentração de 0,50 mg/L, após aplicar a SPME, modo headspace, e posterior análise por GC/MS. A: clorfenvinfos; B: fipronil; C, D, E e F: cipermetrina (isômeros).

### Conclusões

A metodologia proposta mostrou-se apropriada para analisar traços de clorfenvinfos, fipronil e cipermetrina em carne bovina, a qual dispensa o uso de solventes orgânicos, além de ser rápida, sensível e seletiva.

### Agradecimentos

Embrapa Pecuária Sudeste, CNPq e FAPESP

[1] Lobato, V. Ivermectina: cinética de eliminação em bovinos, presença e estudo da sua estabilidade durante o processamento do leite. Tese de doutorado. Campinas, SP, 2001. 110p.

[2] Louch, D.; Motlagh, S.; Pawliszyn, J. *Anal. Chem.*, 1992, 64, p.1187-1199.

[3] Valente, A. L. P.; Augusto, F. *Química Nova*, 2000, 23, p.13-32.