

Análise de resíduos de acaricidas em gordura bovina aplicando o método QuEChERS-GC/MS

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

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 presença de resíduos de medicamentos veterinários nos alimentos pode comprometer a segurança alimentar, principalmente se os níveis estiverem acima dos limites máximos de resíduos (LMRs) permitidos pela legislação, podendo provocar sérios problemas comerciais, econômicos, ambientais e de saúde pública. Este estudo teve como objetivo aplicar e validar uma metodologia analítica limpa, método QuEChERS, seguido pela cromatografia gasosa acoplada à espectrometria de massas (GC/MS), a qual atende aos princípios da química verde, na determinação de resíduos dos pesticidas clorfenvinfos, fipronil e cipermetrina, os quais são utilizados como acaricidas no rebanho bovino, avaliando a matriz gordura bovina. Transferiu-se 1 g de gordura para um tubo Falcon, adicionando-se quantidades conhecidas dos padrões dos acaricidas em estudo e deixando-os em interação com a amostra por 40 minutos. Em seguida, acrescentou-se 5 mL de hexano e agitou-se por 1 minuto em vórtex; adicionando-se 10 mL de água, 10 mL de acetonitrila (MeCN), 4,0 g de sulfato de magnésio (MgSO₄) e 0,5 g de cloreto de sódio (NaCl), agitando por 1 minuto em vórtex. Centrifugou-se a mistura a 3000 rpm por 1 minuto e a fase superior, correspondente ao solvente orgânico hexano, foi coletada e descartada. Da fase seguinte, correspondente ao solvente orgânico MeCN, transferiu-se uma alíquota de 1,0 mL para um tubo eppendorf, contendo 50 mg do adsorvente amina primária e secundária (PSA) e 150 mg de MgSO₄. Agitou-se manualmente e centrifugou-se a 5000 rpm por 1 minuto (SPE dispersiva). Da fase superior formada, 0,5 mL foi transferido para um frasco do amostrador automático, para análise por 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 iniciando em 100 °C, aumentando em 12 °C min⁻¹ até 190 °C e aumentando em 32 °C min⁻¹ até 270 °C, permanecendo nessa temperatura por 4 minutos. Para assegurar a confiabilidade dos dados obtidos nas análises no GC/MS, realizou-se a validação do método, sendo considerados os parâmetros: especificidade, linearidade, exatidão (recuperação), precisão (DPR) e limites de detecção (LOD) e quantificação (LOQ). O método desenvolvido mostrou-se específico; linear, avaliando as concentrações de 0,1; 0,2; 0,5; 0,7 e 1,0 mg kg⁻¹, com coeficientes de correlação superiores a 0,95. Valores aceitáveis de recuperação foram obtidos, variando de 70 a 123%, com DPR entre 0,5 e 25%, estando dentro da faixa de aceite estabelecida pelo EPA (70 – 130% ± 30%), com limites de detecção e quantificação inferiores aos LMRs estabelecidos pela União Européia e pelo Codex Alimentarius, exceto para clorfenvinfos. O método QuEChERS mostrou-se apropriado para análise de resíduos de clorfenvinfos, fipronil e cipermetrina em gordura bovina apresentando vantagens como rapidez, baixo custo e reduzido consumo de solventes orgânicos.

Apoio financeiro: CNPq, Embrapa, FAPESP.

Área: Qualidade de Produtos Agropecuários