

Desenvolvimento e validação de metodologia analítica limpa para determinação de resíduos de medicamentos veterinários em leite bubalino

Lais Angelice de Camargo¹; Rafaela Ferraz Majaron¹; Silvia Helena Govoni Brondi²; Ana Rita de Araujo Nogueira³; Patricia Perondi Anção Oliveira³

¹ Aluna de graduação em Química, Universidade Federal de São Carlos, São Carlos, SP, laisangelice@hotmail.com;

² Pós-Doutorado Empresarial, CNPq – PDI, Embrapa Pecuária Sudeste, São Carlos, SP.

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

Desde a antiguidade o leite tem sido utilizado como alimento pelo homem e nos tempos atuais seu consumo apresenta taxa de crescimento constante. Atualmente o Brasil é o sexto maior produtor mundial de leite, assim o crescimento da demanda por produtos lácteos de alta qualidade é uma tendência em sua produção. A bubalinocultura é uma das atividades que mais tem crescido em termos de rebanho no Brasil, com produção por animal superior a 2.000 litros de leite por lactação. O tratamento de rebanhos leiteiros com medicamentos veterinários pode levar à contaminação do leite, assim para o oferecimento de um produto seguro à população busca-se o desenvolvimento de métodos capazes de efetuar a identificação e quantificação de resíduos desses compostos. O presente estudo teve o objetivo de desenvolver e validar uma metodologia para analisar resíduos de medicamentos veterinários, clorpirifos, clorfenvinfos, fipronil, amitraz e cipermetrina, em amostras de leite de origem bubalina. Na etapa de preparo da amostra aplicou-se o método QuEChERS, utilizando 2 mL de leite, 4 mL de acetonitrila (MeCN), 4 g de MgSO₄ e 1 g de NaCl. Após centrifugação a 3000 rpm por 5 minutos, 1 mL da fase sobrenadante (MeCN) foi transferida para um tubo eppendorf, contendo 50 mg de C18, 50 mg de amina primária e secundária (PSA) e 150 mg de MgSO₄. A mistura foi centrifugada a 6000 rpm por 1 minuto, sendo 0,60 mL da fase sobrenadante congelada por uma hora, visando reduzir interferentes através da precipitação a baixa temperatura. Em seguida 0,50 mL foi transferido para frasco do amostrador automático do cromatógrafo. Realizou-se a análise das amostras por cromatografia gasosa com detecção por espectrometria de massas utilizando coluna capilar DB-5, gás de arraste hélio, temperaturas do injetor, interface e fonte de íons de 250 °C e programação de temperatura do forno de 100 °C, com taxa de aquecimento de 12 °C/min até atingir 190 °C, com taxa de aquecimento de 32 °C/min até atingir 270 °C, permanecendo nesta temperatura por 4 minutos, com tempo total de análise de 14 minutos. As concentrações dos medicamentos analisadas foram de 0,50; 0,20; 0,10; 0,050 e 0,025 mg L⁻¹. O método desenvolvido mostrou-se apropriado para analisar resíduos de clorpirifos, clorfenvinfos, fipronil, amitraz e cipermetrina, em leite bubalino, com valores de recuperação e desvio padrão relativo dentro do intervalo proposto pelo Documento SANCO, 70 a 120% e DPR máximo de 20%, com limites de detecção inferiores a 0,007 mg L⁻¹, com exceção de clorfenvinfos cujo limite de detecção foi de 0,003 mg L⁻¹. Devido à composição do leite bubalino, proteínas, gorduras, vitaminas, sais minerais, entre outros, avaliou-se o efeito matriz, sendo utilizadas soluções padrões preparadas no extrato da própria matriz (branco). O método QuEChERS apresenta vantagens em relação aos métodos de extração convencionais, por ser uma técnica rápida e de baixo custo, o qual atende aos princípios da química verde, uma vez que reduz o consumo de solventes orgânicos, os quais são tóxicos para a saúde e ao ambiente.

Apoio financeiro: Embrapa, CNPq, FAPESP.

Área: Qualidade de Produtos Agropecuários.