

## DETERMINAÇÃO DA DISTRIBUIÇÃO DA DELTAMETRINA NAS CALDAS DE BANHOS DE IMERSÃO PARA BOVINOS \*

RENATO ZANELLA \*\*

AYRTON FIGUEIREDO MARTINS \*\*

FLÁVIO ANDRÉ PAVAN \*\*\*

ROGÉRIO MARCOS DALLAGO \*\*\*

A Deltametrina é um pesticida piretróide empregado em larga escala como acaricida, sendo o tratamento para bovinos normalmente efetuado em banhos de imersão. O controle da concentração de Deltametrina nos banheiros deve ser realizado periodicamente para garantir a eficácia do tratamento. No procedimento desenvolvido, a amostra é preparada por centrifugação, seguida de filtração e de análise por Cromatografia Líquida de Alta Eficiência com detecção no ultravioleta (HPLC-UV). Nas amostras analisadas, cerca de 10 a 20% do total de Deltametrina contida nas mesmas estava em solução. Os resultados indicaram o potencial do procedimento descrito para determinação de Deltametrina em águas de banhos de imersão para animais.

### 1 INTRODUÇÃO

O pesticida Deltametrina (3-(2,2-dibromovinil)- (1R,3R)-cis-2,2-dimetil-ciclopropano-carboxilato de (S)-(-ciano-3-fenoxibenzila), obtido por Elliott em 1974, é um piretróide fotoestável amplamente empregado na pecuária brasileira. A Deltametrina é extensamente utilizada no campo veterinário para o controle do carrapato bovino (*Boophilus microplus*) (SARTOR et al., 1992).

\* Trabalho apresentado no XI Latin American Symposium on Environmental Analytical Chemistry, março de 1998, Montevidéu, Uruguai.

\*\* Prof. Dr., Departamento de Química, Universidade Federal de Santa Maria (UFSM), Santa Maria, RS.

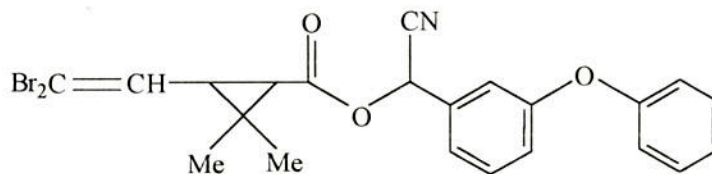
\*\*\* Aluno de Mestrado em Química da UFSM.

No Brasil, o carrapato é responsável por perdas de até 40% na produção de leite (4 bilhões de litros anuais), e pela mortalidade de 27% dos rebanhos, além de gerar prejuízos anuais estimados em 1 bilhão de dólares (ARAÚJO, 1994). O Rio Grande do Sul ocupa o terceiro lugar entre os Estados que apresentam maior índice de prejuízos. Segundo MARTINS et al. (1995), no Estado do Rio Grande do Sul, o banho de imersão é o método mais difundido para o tratamento com carrapaticidas nas áreas de bovinocultura de corte. A concentração recomendada de Deltametrina nos banhos de imersão para bovinos é de 25 mg/L e o tratamento requer controle analítico periódico para garantir a eficiência do banho e evitar possível resistência do carrapato frente ao pesticida.

MOUROT et al. (1979) observaram que a determinação direta por espectrofotometria está sujeita a interferências, pois a Deltametrina apresenta um máximo de absorção na região do ultravioleta, sendo que outras substâncias orgânicas, normalmente presentes nas formulações comerciais e nas amostras, absorvem fortemente no ultravioleta. CHEN & WANG (1996) publicaram trabalho de revisão sobre os diferentes métodos cromatográficos desenvolvidos para determinação de Deltametrina em cereais, alimentos e amostras ambientais. Entretanto, na ampla pesquisa bibliográfica realizada não se encontrou nenhuma publicação sobre a determinação por cromatografia do teor de Deltametrina em águas de banhos para animais.

Considerando que a aromaticidade da Deltametrina (Figura 1) assegura boa resposta para detecção no ultravioleta desenvolveu-se no presente trabalho, procedimento para a quantificação de Deltametrina em águas de banho, com auxílio da Cromatografia Líquida de Alta Eficiência com detecção no ultravioleta (HPLC-UV).

FIGURA 1 - ESTRUTURA QUÍMICA DA DELTAMETRINA



## 2 MATERIAL E MÉTODOS

### 2.1 SOLVENTES E PADRÕES

As soluções padrões de Deltametrina foram obtidas a partir de diluições de solução estoque de 500 mg/L do composto certificado (99,8%; Firma Dr. Ehrenstorfer, Alemanha) preparada em acetonitrila p.a. (Merck). Empregou-se água destilada purificada em sistema Milli-Q. Como fase móvel utilizou-se mistura de acetonitrila e água na proporção de 80:20 (v/v).

### 2.2 DETERMINAÇÃO POR HPLC-UV

A determinação foi efetuada em cromatógrafo Varian 9002, equipado com detector espectrofotométrico e os sinais avaliados pela integração da área.

Condições selecionadas para as análises:

- Coluna - Bondesil C-18 [(250 + 4) x 4,6 mm d.i.; 5 µm];
- Fase móvel - acetonitrila-água (80:20, v/v), 1,5 mL/min;
- Volume injetado - 35 µL;
- Detecção - 275 nm.

A Deltametrina apresentou tempo de retenção de 12,3 minutos, permitindo completa separação dos sinais de outras substâncias presentes nas amostras. O limite de quantificação obtido foi de 0,6 mg/L. A resposta foi linear do limite de quantificação até, pelo menos, 50,0 mg/L. A quantificação foi efetuada com padrões externos, usando múltiplos pontos.

### 2.3 PREPARAÇÃO DAS AMOSTRAS

A preparação das amostras por filtração tornou-se muito difícil em função das mesmas apresentarem alto teor de sedimentos na sua composição. A centrifugação das amostras mostrou-se adequada como pré-tratamento para separar o material sedimentável. Uma alíquota de 5 mL da amostra, previamente homogeneizada, foi centrifugada por 20 minutos (10000 rpm) em tubos de 10 mL de capacidade. A solução resultante foi então injetada no cromatógrafo, empregando-se seringa com ponteira filtrante de 0,45 µm.

Para determinação do teor de Deltametrina contida no sedimento adicionou-se 5 mL de acetonitrila ao resíduo da centrifugação. Agitou-se vigorosamente o tubo e repetiu-se a centrifugação.

Investigou-se a eficiência da recuperação empregando diferentes



caldas de banheiros, as quais antes da preparação das amostras foram fortificadas com 25,5 mg Deltametrina/L. As fortificações foram obtidas pela adição de volumes da solução estoque (510,7 mg Deltametrina/L) preparada, em acetonitrila, com o produto comercial Butox (Quimio). As amostras fortificadas foram então preparadas e analisadas pelo procedimento descrito.

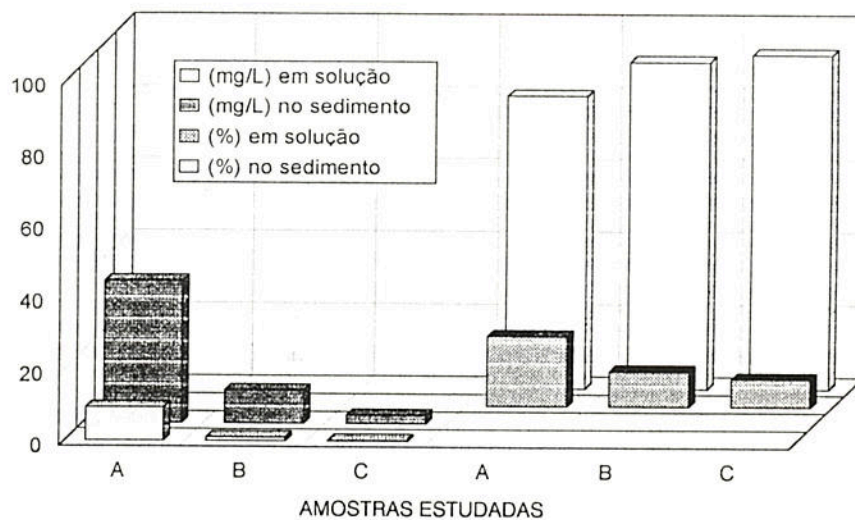
### 3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

A separação cromatográfica em coluna do tipo C-18 apresentou boa performance. A detecção em 275 nm fornece cromatogramas adequados para a quantificação de Deltametrina em amostras reais. Na preparação das amostras o material em suspensão foi previamente separado por centrifugação, sem alterar o teor de Deltametrina presente na solução. Caso fosse empregada primeiramente a extração com solvente, ocorreria também a extração do princípio ativo aderido ao material sólido da amostra, originando resultados superiores para a Deltametrina em solução.

O ensaio de recuperação indicou que o procedimento proposto fornece resultados reprodutíveis e com boa exatidão. As recuperações (n=4) para as adições em amostras reais variaram entre 96 e 97%.

Na Figura 2 pode-se observar que, a quantidade de Deltametrina contida na fração líquida das amostras estudadas mostrou-se bem inferior àquela contida no sedimento.

**FIGURA 2 - DISTRIBUIÇÃO DA DELTAMETRINA (mg/L E %) NAS FRAÇÕES LÍQUIDAS E SÓLIDAS DAS AMOSTRAS**



#### 4 CONCLUSÃO

Os resultados indicaram grande potencial da metodologia desenvolvida para a quantificação do teor de Deltametrina nas caldas de banhos de imersão para bovinos. Apenas uma simples preparação da amostra é requerida, permitindo a determinação do princípio ativo presente na solução, bem como a parcela contida no sedimento da amostra.

A análise por HPLC é rápida e fornece resultados confiáveis, permitindo a determinação do princípio ativo, livre de interferentes. O limite de quantificação obtido possibilita a detecção de Deltametrina em níveis bem inferiores aos recomendados para os banhos de imersão.

#### Abstract

Deltamethrin is a pyrethroid pesticide vastly applied as acaricide. The treatment of bovines is usually performed with the aid of dipping baths. The analytical control of the Deltamethrin concentration in the bath solution must be conducted periodically in order to guarantee the treatment efficacy. In the developed procedure, the sample is prepared by centrifugation followed by filtration and analysis by HPLC-UV. In the analyzed samples, only ca. 10 to 20% of the total Deltamethrin content was in solution. The results indicate the potential of the described procedure for the determination of Deltamethrin in dipping baths for animal treatment.

#### REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- 1 ARAÚJO, J. V. Controle estratégico experimental do carrapato de bovinos *Boophilus microplus* (Canestrini, 1987) (Acarina Ixodidae) em bezerros do município de Viçosa, zona da mata de Minas Gerais, Brasil. **Braz. J. Res. Anim. Sci.**, v. 31, n. 3/4, p. 216-220, 1994.
- 2 CHEN, Z-M., WANG, Y-H. Chromatographic methods for the determination of pyrethrin and pyrethroid pesticide residues in crops, foods and environmental samples. **J. Chromatogr.**, v. 754, p. 367-395, 1996.
- 3 MARTINS, J. R., CORREA, B. L., CERESÉR, V. H., ARTECHE, C. C. P. Ação carrapaticida do Fluzaron, formulação "pour-on", sobre o carrapato bovino *Boophilus microplus*. **Pesq. Agrop. Gaúcha**, v. 1, n. 2, p. 257-261, 1995.
- 4 MOUROT, D., DELÉPINE, B., BOISSEAU, J., GAYOT, G. High-performance liquid chromatography of decamethrin. **J. Chromatogr.**, v. 173, p. 412-414, 1979.

- 5 SARTOR, I. F., FACCINI, J. L. H., KUCHENBUCK, M. R. G., CURI, P. R. Estudo comparativo da resistência ao carrapato *Boophilus microplus* (Canestrini) (Acari) em bovinos das raças gir, holandesa e mestiços ½ gir-holandês. **Vet. e Zoot.**, v. 4, p. 25-33, 1992.

#### AGRADECIMENTOS

Ao Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq) e à Fundação de Amparo à Pesquisa do Rio Grande do Sul (FAPERGS) pelo suporte financeiro.