

Sviluppo di una metodologia analitica per la determinazione dei residui di insetticidi piretroidi in alimenti di origine animale

D. Attard Barbini, F. Vanni, S. Girolimetti, P. Stefanelli, R. Dommarco
Istituto Superiore di Sanità - Viale Regina Elena, 299 - 00161 Roma

I piretroidi sono una classe di insetticidi largamente utilizzati a causa della loro efficacia già a basse dosi di impiego, la loro elevata velocità di degradazione e per una generale bassa tossicità nei confronti di organismi non bersaglio. Queste caratteristiche hanno fatto sì che abbiano trovato impiego in tutto il mondo in agricoltura (trattamenti in campo, in serra ed in post raccolta). Inoltre alcuni piretroidi sono utilizzati in medicina veterinaria per la lotta contro alcuni comuni parassiti degli animali domestici e di allevamento. Il presente lavoro mostra lo sviluppo di un metodo analitico per la determinazione dei residui di alcuni insetticidi appartenenti alla famiglia dei piretroidi in carne bovina. I pesticidi scelti, bifentrin, λ -cialotrina, permetrina e cipermetrina, sono normati a livello europeo e mostrano dei limiti massimi di residuo (LMR) tollerati dello stesso ordine di grandezza (0.1 - 0.5 mg/kg).

Il metodo proposto consiste in una estrazione con acetone seguita da una ripartizione liquido-liquido in etere di petrolio. La purificazione dell'estratto lipidico viene condotta in due step successivi utilizzando cartucce monouso. Il primo step prevede l'uso di un sistema di cartucce di Extrelut NT3 e C₁₈ poste in serie eluito con acetonitrile saturo di esano:metanolo 4:1, in grado di rimuovere circa il 97% del residuo grasso. Il secondo step, risultato necessario per ottenere un estratto finale sufficientemente pulito da risultare idoneo per la determinazione analitica condotta mediante GC-ECD e conferma in GC-MS, consiste nell'utilizzo di cartucce monouso di florisil utilizzando come eluente una miscela di esano:toluene:etil acetato 176:19:5. Questa purificazione permette di abbattere il tenore di materiale lipidico a valori estremamente contenuti (0.5 mg).

Attualmente il metodo è stato testato con risultati soddisfacenti riguardo recuperi (99.6 - 106.7%) e ripetibilità (CV% nel range 1.3 - 9.7%). Sono state condotte inoltre prove di linearità nel range 0.004-0.49 μ g (bifentrin), 0.008-0.98 μ g (cipermetrina), 0.02-2.33 μ g (λ -cialotrina) e 0.02-2.46 μ g (permetrina) le quali mostrano soddisfacenti parametri di linearità. L'analisi dei bianchi rivela assenza di picchi interferenti nella zona del cromatogramma di interesse, garantendo la specificità del metodo.

Viene proposto di utilizzare come limite di quantizzazione (LOQ) del metodo il livello di calibrazione più basso impiegato negli studi di linearità come indicato in tabella.

Composto	LOQ mg/kg
Bifentrin	0.004
λ -Cialotrina	0.020
Permetrina	0.020
Cipermetrina	0.008

E' in studio la possibilità di estendere l'applicabilità del metodo ad altri composti sia appartenenti alla classe dei piretroidi che ad altre classi chimiche, nonché a differenti matrici alimentari.

*nella nota:
non presente
n. pag su articolo*