

AMÉLIA MITICO NISHIKAWA

PRAGUICIDAS ORGANOCLORADOS EM GORDURA BOVINA

DISSERTAÇÃO APRESENTADA À FACULDADE  
DE SAÚDE PÚBLICA DA UNIVERSIDADE DE  
SÃO PAULO, DEPARTAMENTO DE PRÁTICA  
DE SAÚDE PÚBLICA, PARA OBTENÇÃO DO  
TÍTULO DE "MESTRE EM SAÚDE PÚBLICA"

ORIENTADOR:

PROF. DR. JOÃO PESSOA DE PAULA CARVALHO.

SÃO PAULO

1985

DEDICATÓRIAS

AOS MEUS PAIS

MASSAO NISHIKAWA

TIEKO NISHIKAWA

pelo apoio, solidariedade e carinho dispensados  
em todos os momentos.

AO MEU ESPOSO

JOSÉ ROBERTO DE C. S. BARBOSA

pela compreensão, colaboração e estímulo  
presente em todos os momentos.

AO MEU FILHO

ANDERSON NORIO

o meu carinho e afeto.

AO MEU ORIENTADOR

pela dedicação, estímulo aliado a sua  
orientação segura e objetiva.

AGRADECIMENTOS

Ao Dr. José Guedes Deák a quem devemos estímulo, oportunidades e incentivo na realização do trabalho.

À Dra. Berenice Sotelo Salcedo um agradecimento especial pelo incentivo, revisão final do texto e facilidades proporcionadas no desenvolvimento da pesquisa.

Ao Dr. Schubert Aranha pelo incentivo e pela colaboração prestada durante o desenvolvimento da nossa atividade científica.

Ao Dr. Tomás de Aquino Porfírio pela importante ajuda e sugestões do presente trabalho.

Ao Dr. Ernani Ibirá Gonçalves cujo incentivo foi fundamental no desenvolvimento da nossa pesquisa.

Ao Laboratório Regional de Apoio Animal - LARA/Campinas por ter permitido a concretização do trabalho de pesquisa.

Aos Professores da Faculdade de Saúde Pública da USP pela colaboração e orientação presente em todas as fases da realização da pesquisa.

Aos Funcionários da Faculdade de Saúde Pública da USP pela amizade, colaboração dispensadas durante o período de realização do curso.

Aos Funcionários do Laboratório Regional de Apoio Animal - LARA/Campinas pela ajuda em toda fase do trabalho.

Ao Professor Waldomiro de Castro Santos Vergueiro pela pres-  
teza, além do incentivo sempre presente.

À Bibliotecária Maria Cecília Gonzaga Ferreira pela revisão  
final das referências bibliográficas.

Aos meus familiares pela solidariedade em todos os momentos.

A todos que me incentivaram e colaboraram para que este trabal  
ho se concretizasse, os nossos agradecimentos.

RESUMO

Com a finalidade de assinalar a frequência e os níveis de resíduos de praguicidas organoclorados em gordura bovina provenientes de carcaças de bovinos oriundas de frigoríficos sob Inspeção Federal, analisou-se 2.653 amostras durante o ano de 1983. Análises de resíduos de praguicidas organoclorados foram realizadas por cromatografia gasosa utilizando detector de captura de elétrons. Em 100% das amostras foram detectados resíduos de praguicidas, sem contudo ultrapassar os limites previstos e em 49 unidades amostrais apresentaram-se acima dos limites de tolerância. Resíduos de DDT, BHC e dieldrin foram os contaminantes mais frequentes e os menos mirex, HCB, aldrin e clordane. Níveis máximos de resíduos de praguicidas foram encontrados respectivamente em mirex (2,43 ppm), BHC (1,44 ppm) e dieldrin (1,00 ppm).

## SUMMARY

Bringing attention to the frequency and the levels of organochlorine pesticide residues, 2,653 samples of the bovine carcasses collected from slaughterhouses by federal government were analysed throughout 1983. Analyses for organochlorine pesticide residues were made using electron-capture gas chromatography. Pesticide residues were found in 100% of samples, without however exceeding the acceptable limits and in 49 samples were detected pesticide above the tolerance limit. DDT, BHC and dieldrin residues were the predominant contaminants detected and mirex, HCB, aldrin and chlordane the least detected. Maximum levels of these pesticides were mirex (2.43 ppm), BHC (1.44 ppm) and dieldrin (1.00 ppm) respectively.

## ÍNDICE

	PÁG.
1. INTRODUÇÃO.....	01
1.1. Considerações sobre metabolismo dos compostos organoclorados.....	06
2. OBJETIVOS.....	12
3. MATERIAIS E MÉTODOS.....	14
3.1. Reagentes.....	16
3.2. Equipamentos.....	16
3.3. Preparação da amostra.....	16
3.4. Desativação da alumina.....	17
3.5. Preparação da coluna de purificação (CLEAN-UP) ..	18
3.6. Purificação (CLEAN-UP) em coluna de alumina....	18
3.7. Cromatografia gasosa.....	19
3.8. Identificação e expressão de resultados.....	20
4. RESULTADOS E DISCUSSÃO.....	24
4.1. Aspectos gerais.....	25
4.2. Procedência das amostras.....	28
4.3. Resíduos de HCB.....	29
4.4. Resíduos de BHC ( $\alpha + \beta$ ).....	31
4.5. Resíduos de lîndane.....	33
4.6. Resíduos de aldrin.....	33
4.7. Resíduos de clordane.....	35
4.8. Resíduos de heptacloro.....	35
4.9. Resíduos de DDT.....	39
4.10 Resíduos de dieldrin.....	39
4.11 Resíduos de endrin.....	42
4.12 Resíduos de mirex.....	44
5. CONCLUSÕES.....	51
6. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	54

1. INTRODUÇÃO

A utilização indiscriminada de defensivos agrícolas, na maioria dos países em desenvolvimento, tem sido motivo de preocupação por parte das autoridades sanitárias, visto que a remanescência de resíduos dessas substâncias, acima dos limites aceitos como tolerância pode acarretar em sérios riscos para a saúde pública<sup>8,9,10</sup>.

Todavia, no último decênio, houve melhor conscientização da possível contaminação dos alimentos por substâncias químicas utilizadas na agricultura, no processamento e armazenamento de matérias-primas ou produtos prontos para o consumo<sup>28</sup>.

Embora seja relevante a contribuição destas substâncias à agropecuária, incrementando e melhorando a produção de alimentos, não é contudo justificável a utilização abusiva e indiscriminada<sup>28,36,40</sup>.

Nas últimas décadas, numerosos inseticidas orgânicos foram sintetizados, sendo o primeiro destes o DDT e hexaclorobenzeno (BHC). Desde então, um número considerável de praguicidas organoclorados foram sintetizados e o consumo médio anual no Brasil destes defensivos, é bastante elevado<sup>2,37</sup>.

Devido a larga utilização de pesticidas, seus resíduos parecem estar amplamente distribuídos no meio ambiente e nos alimentos<sup>8,9,30,36</sup>.

Dependendo do local e uso, estes compostos podem atingir o ar, o solo, as plantas, as águas, a fauna e o homem<sup>26</sup>.

Face a grande utilização, o emprego inadequado pode acarretar não só no controle ineficiente de pragas e vetores biológicos de enfermidades, mas, esses resíduos rema-

nescentes acima dos limites de tolerância podem causar implicações toxicológicas para o homem, por ser o último elo da cadeia alimentar<sup>8,9,24,38,45,46</sup>.

No Brasil, ao contrário de que ocorre nas campanhas de saúde pública, a aplicação destes compostos na lavoura é geralmente feita por pessoas mal treinadas, incapazes de ler nos rótulos as recomendações quanto ao uso<sup>3</sup>.

Em alguns países tem sido relatados inúmeros casos de intoxicações, o que demonstra que as ações necessárias para o seu efetivo controle, não tem acompanhado com a mesma agilidade com que se desenvolveu a tecnologia dessas substâncias. As autoridades sanitárias tem se preocupado com a regulamentação oficial que visa, particularmente, a proteção dos manipuladores, da população em geral e do meio ambiente, sendo que a dosagem é um dos principais fatores de risco dos praguicidas, pois pode torná-los perigosos e até fatais.<sup>7,42,43</sup>

Os praguicidas organoclorados bastante eficazes à agricultura e a saúde pública, na profilaxia das doenças veiculadas por artrópodes, podem torná-los até letais quando ingeridos em altas concentrações pelo homem e os animais.<sup>8,9</sup> Na utilização de praguicidas deve sempre ser considerada a relação risco/benefício<sup>9,42</sup>. Quanto ao mecanismo de ação dos praguicidas organoclorados não é claramente conhecido, embora seja aparente que estas substâncias causam implicações neurológicas<sup>35</sup>.

A remanescência destes contaminantes em produtos de origem animal tais como leite e carnes, podem ser oriundos da ingestão de alimentos (pastagens, rações e forragens) ou pela aplicação direta nos animais<sup>36</sup>.

No Brasil, diversos trabalhos tem demonstrado

a presença de resíduos de praguicidas organoclorados em água, arroz, leite, carne bovina, peixe e outros alimentos<sup>1,8,9,27,28,29,30,31,36</sup>.

Os praguicidas organoclorados se depositam particularmente na fração lipídica e são compostos estáveis e persistentes em virtude de sua elevada solubilidade nas gorduras e baixa reatividade biológica<sup>2,8,9,22,36</sup>. Destes compostos de alta persistência, originam-se metabólitos igualmente persistentes e de efeitos nocivos<sup>8</sup>. Estas implicações tem levado à busca de compostos igualmente eficazes, de degradação rápida e de efeitos inócuos para o homem e o meio ambiente.

Estudos realizados pelo Serviço de Saúde Pública dos Estados Unidos ressaltam o fato de que os compostos assim denominados DDT e hexaclorobenzeno são muito menos tóxicos que a série de clordane que incluem além deste, heptaclo<sub>r</sub>o, dieldrin, aldrin, endrin entre outros<sup>21</sup>.

No Brasil, onde o controle é mais difícil, pela falta de conhecimento de quem aplica estes praguicidas e sua extensão geográfica, ligada a outros fatores, torna-se urgente a necessidade do controle de alimentos, devido ao acúmulo ao longo da cadeia alimentar. Uma vez transferido ao alimento, constitui um sério risco à saúde humana<sup>2</sup>.

Além destas conseqüências ao ser humano, a remanescência destes praguicidas, acima dos limites de tolerância apresenta repercussões de ordem econômica para o país, tendo em vista que estes produtos quando exportados, podem ser rejeitados pelo importador.

Os resíduos de praguicidas nos vegetais utilizados como alimentos, são mais facilmente controlados do que

na carne dos animais, pelo fato de que a origem dos praguicidas nos tecidos das plantas ser proveniente das operações de pulverização das folhas, as quais podem ser aplicadas antes da colheita. Conseqüentemente, seu controle, há necessidade de escolha do momento de pulverização, minimizando portanto, os efeitos dos resíduos nos tecidos das plantas, limitando a possibilidade de se estender esta contaminação aos seres vivos<sup>12</sup>.

Tem sido uma preocupação constante das autoridades sanitárias, a necessidade de acumular sistematicamente as informações sobre o grau de contaminação por resíduos de praguicidas em matérias-primas e produtos prontos para consumo, cujos dados poderão ser obtidos através dos programas de monitoramento, que já se encontram em execução em muitos países da Europa e Estados Unidos particularmente<sup>26</sup>.

Portanto, é relevante o estudo das amostras de alimentos, porque permitirá calcular a ingestão diária destes nos diferentes centros populacionais, permitindo avaliar a sua persistência e seus possíveis efeitos nocivos<sup>41, 43</sup>.

Como os alimentos se constituem na principal fonte, através dos quais os pesticidas se concentram nos tecidos gordurosos humanos, devido a ingestão de carne, de leite e derivados dentre outros, qualquer que seja a contaminação ao longo da cadeia alimentar, esta poderá persistir sendo transferido sucessivamente até atingir o alimento humano<sup>12</sup>.

Sabe-se que as atividades relacionadas à agricultura e a crescente complexidade das indústrias, tem elevado o risco de contaminação dos alimentos paralelamente à preocupação pública, quanto a necessidade de se obter alimentos de melhor qualidade e mais seguros<sup>2</sup>.

Tendo em vista que a carne é uma importante origem de resíduo de praguicidas na dieta humana, necessitamos de um controle contínuo para verificar se os resíduos presentes estão dentro dos limites da legislação, pois estes resíduos poderão apresentar níveis acima dos limites de tolerância, pela utilização indevida e abusiva de um ou outro praguicida. Este controle, possibilitará direcionar esforços para objetivos específicos e áreas de maiores riscos visando reduzir os efeitos nocivos à saúde pública<sup>9,43</sup>.

### 1.1. Considerações sobre metabolismo dos compostos organoclorados

O emprego de praguicidas nas atividades agrícolas já era conhecido desde o século XVI pelos chineses, porém de uso limitado, até a descoberta do DDT e outros hidrocarbonetos clorados.

A partir da década de 1950, despertou grande interesse devido a sua presença em grandes concentrações no solo e em menor nível na água e, conseqüentemente cresceu a preocupação pelo seus riscos no meio ambiente e seu efeito cumulativo ao longo da cadeia alimentar<sup>2,5,31</sup>.

Os produtos do mar como mexilhões, quando criados em água contaminada, podem alcançar concentrações 70.000 vezes superior ao teor de resíduo existente na água<sup>5</sup>.

Portanto, as informações sobre comportamento químico e reações de praguicidas nos seres vivos, é de grande importância na avaliação dos benefícios e prejuízos provenientes do uso destes compostos.

Em linhas gerais, em bovinos, diversas bactérias da sua flora intestinal causam degradação parcial dos praguicidas, passando então para a corrente sanguínea. Es-

tes, sendo lipossolúveis são depositados no tecido adiposo, estabelecendo-se um equilíbrio entre a gordura do sangue e tecido adiposo, sendo a degradação destes compostos organoclorados, relativamente lenta<sup>16</sup>.

Estudos realizados por FRIES et al.<sup>19</sup> demonstraram que "in vitro" o o,p' DDT e p,p' DDT é convertido a DDD por microorganismos do rumen. Entretanto, pequenas quantidades de isômeros de o,p' DDT excretados no leite, provavelmente representam degradação no animal após a absorção, cuja conclusão é compatível com os resultados das pesquisas utilizando mamíferos monogástricos e pássaros.

A retenção de o,p' DDT na gordura de diversas espécies animais é consideravelmente menor que p,p' DDT, existindo, conseqüentemente, uma significativa diferença na transferência dos dois isômeros para o leite, devido a relativa ineficiência de o,p' DDT<sup>19</sup>.

FRIES et al.<sup>18</sup> constataram que as vacas em fase de lactação, quando alimentadas com p,p' DDD ou p,p' DDE, secretam indistintamente estas substâncias no leite. Entretanto, quando p,p' DDT é administrado na dieta tanto p,p' DDT e p,p' DDD são detectados no leite, o mesmo não ocorrendo com p,p' DDE.

Estudos realizados sobre armazenamento de DDT e seus metabólitos na gordura e carne de bovinos, alimentados com rações contaminadas com o DDT, revelaram não ser tão elevado comparativamente a excreção de resíduos no leite, embora a informação disponível nesta área seja de difícil interpretação<sup>16</sup>.

Quando o DDT foi aplicado na proporção de 0,6 lb/ acre na alfafa, foram constatados resíduos nas forragens

na ordem de 17,8, 5,8 e 4,2 ppm no oitavo, vigésimo e trigésimo sexto dia após a aplicação. Quando esta mesma forragem foi utilizada para alimentar gado por 230 dias, verificou-se níveis de resíduos que variaram de 5,3 a 84,0 ppm na gordura, 0,1 a 1,3 ppm na carne e de zero a 0,4 ppm no fígado. Já, quando os animais foram alimentados com 105 ppm de DDT durante 230 dias, revelaram níveis de ordem de 34,3, 12,9 e 2,9 ppm na gordura, carne e fígado respectivamente<sup>48</sup>.

Investigações efetuadas com vacas e vitelas alimentadas com 30, 300 e 600 ppm de DDT em sua dieta durante um período de 60 dias, foram encontrados teor de resíduos de 16, 253 e 590 ppm de DDT na gordura. A concentração de resíduo na gordura tende a decrescer de 8% a 10% por semana após cessar a ingestão de DDT<sup>48</sup>.

Outro praguicida, o lindane, em mamíferos é metabolizado a triclorofenóis, tendo sido detectado os metabólitos 2,4,6, 2,3,5 e 2,4,5 triclorofenóis na urina de ratos tratados intraperitonalmente com este praguicida. A resistência dos insetos ao lindane é atribuída a rápida degradação a um composto atóxico<sup>17</sup>.

O praguicida aldrin é metabolizado a dieldrin, que é um composto tóxico, sendo que esta reação de epoxidação é enzimática. Na urina de coelhos foram identificados seis metabólitos de dieldrin, sendo 6,7 hidroxidiidroaldrin, o maior componente<sup>17</sup>.

Estudos realizados por IVEY & RADELEFF<sup>23</sup>, verificaram que quando níveis variáveis de aldrin foram administrados, durante um período de 12 semanas, na ração de carneiros, novilhos e porcos somente pequenas quantidades de aldrin foram encontrados no tecido bovino, mesmo quando se

administrou nível superior a 10 ppm, visto que, o aldrin foi oxidado no organismo destes animais e armazenado na forma de dieldrin. Uma pequena deposição ocorreu no fígado, rim e músculo mas, em grande quantidade no tecido adiposo.

Em termos quantitativos, quando o aldrin foi administrado em novilhos em níveis de 0,25, 0,75, 2,00 e 10,00 ppm num período de 12 semanas, constataram 0,99, 3,40, 6,80 e 28,5 ppm na gordura e 0,88, 2,90, 6,00 e 36,9 na gordura perirenal. Resíduos no fígado foram de 0,05, 0,25, 0,50 e 2,30 ppm, comparativamente a 0,02, 0,38, 0,46 e 2,41 ppm no rim, não tendo sido detectado resíduo no tecido muscular de novilhos alimentados com 0,25 ppm de aldrin. Os níveis de ingestão quando foram elevados para 0,75, 2,0 e 10,0 ppm detectaram 0,07, 0,13 e 0,45 ppm respectivamente, tendo sido encontrado máxima concentração de resíduos no tecido a d i p o <sup>48</sup>,

Com relação ao dieldrin, verificou-se que, quando foram administrados diariamente 25,0 ppm de dieldrin na ração de novilhos e vitelos, durante um período de oito semanas, armazenou-se em média 74,0 ppm no tecido adiposo. Quando estes mesmos animais receberam 10,0, 2,5 e 1,0 ppm de dieldrin durante 16 semanas, armazenaram 44,0, 14,3 e 5,5 ppm respectivamente. Em produtos elaborados como roast beef e steak, produzidos a partir de novilhos em que foram administrados 2,25 ppm, foram encontrados 1,3 e 1,2 ppm de dieldrin <sup>48</sup>.

Pesquisa realizada por COOK<sup>13</sup>, demonstrou que o dieldrin em ruminantes é reciclado do sangue para o trato gastrointestinal sendo também muito provável que seja secretado no suco gastrointestinal, particularmente pelas células secretoras da mucosa. Já as glândulas submaxilares e

sub-linguais são menos ativas que as glândulas parótidas na secreção do dieldrin.

A passagem total de dieldrin do sangue para o trato gastrointestinal dos ruminantes, pode ser de maior significado particularmente nos casos de envenenamento agudo. Nestas condições, a salivacão é intensificada e a secreção da bile e outros líquidos no estômago e intestino pode aumentar. Quando o dieldrin em pequena quantidade for injetado na corrente sanguínea, este praguicida é prontamente detectado na saliva, bile, suco pancreático e líquido ruminal<sup>13</sup>.

Outro praguicida, o heptacloro, quando administrado em baixa concentração sob a forma inicial, é convertido quase na sua totalidade em epóxido, forma comumente encontrada no leite e carne bovina<sup>14,48</sup>. Resíduos de 1,4, 2,3, 4,6, 9,1 e 55,2 ppm de heptacloro epóxido foram encontrados no tecido adiposo quando se administraram níveis de 3,75, 7,5, 15,0, 30,0 e 60,0 ppm durante 16 semanas sob a forma de heptacloro epóxido<sup>48</sup>.

Endrin, quando foi administrado na ração diária de novilhos e vitelos, por um período de 16 semanas, em níveis de 5,0 e 2,5 ppm, armazenou no tecido adiposo um teor de 2,3 e 0,8 ppm, revelando que a propensão de endrin a ser depositado no referido tecido é menor que para aldrin ou dieldrin<sup>48</sup>.

Níveis de 250 ppm foram encontrados para o resíduo de BHC, quando se administrou 100,0 ppm no alimento de animais durante 16 semanas. Resíduos de 18,0 ppm de clordane foram encontrados nas mesmas espécies, quando foram fornecidos 25,0 ppm, durante o mesmo período<sup>48</sup>.

Portanto, a questão sobre metabólitos de praguicidas e a possibilidade de potencialização e sinergismo das atividades destes compostos, podem ser considerados como problema global de resíduos e seu possível dano para o homem. Os metabólitos podem diferir de seus compostos de origem, em localização, tipo e local de ação farmacológica<sup>21</sup>.

Os praguicidas organoclorados como aldrin e heptacloro são convertidos em dieldrin e heptacloro epóxido, cujos compostos são muito mais tóxicos que seus compostos de origem, a exceção do DDT que é convertido a DDE, um composto menos tóxico. Portanto, os problemas de sinergismo e potencialização estão envolvidos nos efeitos dos metabólitos e outros compostos não inseticidas que podem estar presentes no sistema biológico do animal<sup>21</sup>.

Estudos realizados por DEMOTT<sup>14</sup>, LI et al.<sup>32</sup>, MARTH & ELLICKSON<sup>37</sup> e WILLIAMS & MILLS<sup>51</sup> indicaram que a transferência dos praguicidas organoclorados para o leite é muito variável conforme o tipo e a quantidade administrada.

Basicamente, a concentração de um inseticida no leite aumenta rapidamente no decorrer de algumas horas ou dias, após a ingestão inicial da ração ou forrageiras contaminadas. Posteriormente, os níveis decrescem até um plateau característico para cada concentração do praguicida na ração. Comportamento similar é observado na gordura bovina, e a tendência dos vários praguicidas organoclorados ser excretados no leite de vacas alimentadas com rações contaminadas, apresenta-se na seguinte ordem: heptacloro epóxido > aldrin > dieldrin > dicofol > endrin > lindane > DDT > heptacloro > toxafeno > clordane > metoxicloro, o que significa que cerca de 0,5 ppm de resíduo poderia estar presente no leite de vacas para cada ppm de heptacloro epóxido da dieta<sup>48</sup>.

## 2. OBJETIVOS

a) Determinar a presença de resíduos de praguicidas organoclorados em amostras de gordura bovina, obtida de animais de vários estados brasileiros, e

b) Avaliar os níveis de resíduos de praguicidas organoclorados em amostras de gordura bovina, tomando como referência os níveis de tolerância estabelecidos pelo Programa Nacional de Controle de Resíduos Biológicos em Carnes<sup>6</sup> e os resultados da pesquisa de CARVALHO et al.<sup>9</sup> .

### 3. MATERIAIS E MÉTODOS

Durante o ano de 1983, analisou-se no Laboratório Regional de Apoio Animal (LARA-CAMPINAS), do Ministério da Agricultura, 2.653 amostras de gordura bovina oriundas dos frigoríficos dos Estados de São Paulo, Mato Grosso do Sul, Goiás e Minas Gerais.

As amostras encaminhadas para análises foram preparadas nos próprios estabelecimentos produtores, sob supervisão do Serviço de Inspeção Federal, conforme a metodologia preconizada pelo Ministério da Agricultura.

Das 2.653 amostras de gordura bovina, 638 foram oriundas do Estado de Minas Gerais, 576 do Estado de Goiás, 571 de São Paulo, 562 do Mato Grosso do Sul, 184 do Estado do Paraná, 100 do Estado de Mato Grosso e os Estados da Bahia, Pará e Espírito Santo participaram com 11,9 e 2 amostras respectivamente.

A metodologia utilizada na pesquisa dos praguicidas organoclorados foi baseada nos trabalhos de CLAEYS & INMAN<sup>11</sup> que é o método utilizado pelo Woodson Tenent Laboratories, com algumas modificações introduzidas pelos Laboratórios de Agricultura dos Estados Unidos da América. Paralelamente, foi realizado uma comparação com a técnica recomendada pela Association of Official Analytical Chemists<sup>4</sup>.

Os praguicidas organoclorados foram determinados por cromatografia a gás, utilizando-se o cromatógrafo Varian Aerograph modelo 2440 SS provido de injetor automático modelo 8000.

### 3.1. Reagentes

- 3.1.1. Alumina neutra, atividade Brockman I, 80 - 200 mesh;
- 3.1.2. para metoxiazobenzeno a 0,3% em n - hexano;
- 3.1.3. éter etílico grau pesticida;
- 3.1.4. n-hexano grau pesticida;
- 3.1.5. gordura branca;
- 3.1.6. solução padrão de hidrocarbonetos clorados e,
- 3.1.7. eluente: éter etílico a 0,4% em n-hexano, preparada no momento do uso.

### 3.2. Equipamentos

- 3.2.1. Evaporadores: Rotavapores Buchi, acoplado a um balão de vidro de capacidade de 50 ml e,
- 3.2.2. Cromatógrafo à gás;  
Varian Aerograph modelo 2440 - SS, com injetor automático modelo 8000, com detector de captura de elétrons e fonte de níquel.

### 3.3. Preparação da amostra

Como no metabolismo dos diferentes pesticidas, os praguicidas organoclorados são absorvidas pelo organismo, parte destes se acumulam preferentemente em determinados tecidos e no caso dos clorados depositam-se particularmente na porção gordurosa.

As amostras deste tecido foram coletados de cada lote de animais abatidos<sup>6</sup>.

Os animais de cada lote abatido nos frigoríficos, foram identificados segundo o município e o Estado de

procedência, nome do proprietário e data de coleta da amostra. As amostras com procedência não devidamente identificada, foram desconsideradas na presente pesquisa.

De cada lote a ser testado, selecionado ao acaso, foram coletadas aproximadamente 200 gramas de gordura cavitária de cada animal identificando-as. Reuniu-se amostras representativas de no máximo 5% de animais de cada lote de 100. Esta amostra composta não pode ser superior a cinco animais. Excedendo a 100 animais, as amostras foram divididas em partes iguais e preparadas tantas amostras compostas quantas foram necessárias.

Posteriormente, as amostras compostas foram submetidas à fusão em becker, não ultrapassando a 100°C e misturadas até a homogeneização completa. A amostra fundida foi filtrada em um funil com lã de vidro e uma camada de no mínimo de 2 cm de sulfato de sódio anidro.

Após a homogeneização, foram retiradas cerca de 100 gramas do filtrado, acondicionadas em recipiente de vidro e rotuladas.

Do filtrado obtido, metade destinou-se para análise no laboratório, cuja remessa é feita segundo um cronograma previamente estipulado. Da amostra encaminhada ao laboratório, submeteu-se a fusão em estufa a 80°C, homogeneizou-se novamente e pesou-se quantitativamente em um copo becker.

#### 3.4. Desativação da alumina

A alumina neutra é aquecida a 800°C em mufla por quatro horas em uma cápsula de porcelana. Este tratamento visa reduzir a área de superfície, removendo as hidroxilas superficiais e consequentemente propiciando melhor separação da

fração lipídica. Decorrido este período, transferiu-se a cápsula para uma estufa a 130°C. Posteriormente, resfriou-se em dessecador até a temperatura ambiente, a quantidade a ser utilizada.

Para a desativação, foram adicionados 5% de água destilada, misturando vigorosamente e deixando equilibrar por uma noite, ou no mínimo durante quatro horas. A adição de água reduz a atividade dos adsorventes polares e a quantidade do solvente necessário para eluir um composto. A alumina foi conservada em dessecador no escuro, a temperatura ambiente e reaquecida a 130°C a cada dois dias.

### 3.5. Preparação da coluna de purificação (CLEAN - UP)

Adicionou-se o n-hexano numa coluna de vidro até próximo a extremidade. Posteriormente, adicionou-se 10,0 g de alumina previamente preparada e submeteu-se a compactação.

Em seguida, escoou-se o n-hexano até quase a altura da coluna de alumina. Coletou-se o n-hexano num erlenmeyer e desprezou-se, sendo substituído por um balão de evaporação.

### 3.6. Purificação (CLEAN - UP) em coluna de alumina

Utilizou-se o para-metoxiazobenzeno a 0,3% em n-hexano para eluir inicialmente, permitindo assim determinar a quantidade de eluente necessária para as amostras.

O volume de eluente gasto, para eluir este corante de referência, permite avaliar a completa eluição do dieldrin, o último praguicida organoclorado a eluir em uma coluna de alumina. A dissolução de 1,0 ml da solução corada em gordura branca, permite determinar o volume de eluente, ne

cessário para separar os praguicidas organoclorados dos lipídeos das amostras.

Em seguida, transferiu-se 0,125 g da amostra preparada com gordura bovina para a coluna de vidro, deixando penetrar o corante de referência na alumina e posteriormente, adicionou-se o eluente ocorrendo a formação de banda amarela. Logo após a eluição, fechou-se a torneira e anotou-se o volume gasto, que serviu de cálculo de eluente a ser utilizado nas amostras analisadas.

Paralelamente, foram feitas o branco dos reagentes, utilizando-se a gordura branca, como também o teste de recuperação dos padrões.

Em seguida, passou-se a amostra através da coluna de alumina previamente preparada e recolheu-se o eluato em um balão de evaporador rotatório. Evaporou-se a amostra até quase a secura, mantendo em um banho-maria de 30°C e sob pressão de 20 polegadas. Posteriormente, retirou-se do evaporador rotatório e deixou-se evaporar totalmente sob corrente de nitrogênio e redissolveu-se em 1 ml n-hexano, colocando a amostra em um frasco de amostrador automático.

### 3.7. Cromatografia gasosa

Um volume de 8 µl das amostras, foram injetadas em um cromatógrafo a gás Varian Aerograph modelo 2440 - SS, com detector de captura de elétrons, acoplado a um injetor automático de amostras.

Foi utilizada uma coluna de vidro de 6 pés de comprimento e 1/4 de polegada de diâmetro interno, com uma fase estacionária constituída por uma mistura de 1,5% OV-17 e 1,95% QF<sub>1</sub> em Chromosorb W - HP.

Foram as seguintes, as condições de operação:

temperatura da coluna = 197°C

temperatura do vaporizador = 210°C

temperatura do detector = 300°C

fonte radioativa = Ni<sup>63</sup>

fluxo = 33 ml/minuto

gás de arraste = nitrogênio tipo U ou SS

velocidade de papel = 40 cm/hora

atenuação =  $4 \times 10^{10}$

Utilizou-se uma mistura de padrões para verificar a recuperação, sendo que a velocidade da eluição é fundamental para se obter uma boa recuperação.

A recuperação obtida variou em média de 78,7% a 102,0%, conforme Tabela 1.

### 3.8. Identificação e expressão de resultados

Os praguicidas organoclorados foram identificados por comparação dos tempos de retenção, obtidos nas amostras em relação aos tempos de retenção dos padrões, submetidos às mesmas condições e correlacionando ao tempo de retenção relativa ao aldrin (Tabela 2).

A determinação quantitativa foi realizada pelo método de comparação de áreas e os resultados expressos em partes por milhão (ppm), levando-se em consideração a porcentagem de recuperação de cada resíduo e calculados para a gordura da amostra.

De acordo com o Programa Nacional de Controle de Resíduos Biológicos em Carnes do Ministério da Agricultura<sup>6</sup>,

TABELA 1 - Média de recuperação de praguicidas organoclorados em 0,125 g de gordura bovina.

RESÍDUO	ng/u1	% RECUPERAÇÃO
HCB	0,003	93,5
$\alpha$ BHC	0,003	101,4
lindane	0,003	94,6
$\beta$ BHC	0,006	78,7
aldrin	0,006	100,0
oxiclordane	0,006	95,9
heptacloro epóxido	0,006	98,5
trans nonaclordane	0,006	101,0
p,p' DDE	0,006	102,0
dieldrin	0,006	97,9
o,p' TDE	0,0025	96,0
endrin	0,0125	96,7
p,p' TDE	0,0188	99,1
p,p' DDT	0,0188	100,9
mirex	0,0188	100,0

TABELA 2 - Tempo de retenção dos praguicidas organoclorados na coluna 1,5% OV-17 e 1,95% QF<sub>1</sub> em Chromosorb W HP (80 - 120 mesh).

PRAGUICIDA	CM	TEMPO DE RETENÇÃO RELATIVO AO ALDRIN
HCB	1,00	0,43
$\alpha$ BHC	1,15	0,50
lindane	1,50	0,65
$\beta$ BHC	1,75	0,76
aldrin	2,30	1,00
oxiclordane	3,25	1,41
heptacloro epóxido	3,65	1,59
trans nonaclordane	4,25	1,85
p,p' DDE	5,40	2,35
dieldrin	5,70	2,48
o,p' TDE	6,40	2,78
endrin	7,00	3,04
p,p' TDE	8,50	3,70
p,p' DDT	10,30	4,48
mirex	15,40	6,70

os limites de tolerância para praguicidas organoclorados foram estabelecidos com base na legislação internacional, cujos limites são: lindane 7,00 ppm; DDT e metabólitos 5,00 ppm ; BHC (  $\alpha + \beta$  ), aldrin, clordane, dieldrin, endrin, heptacloro e metabólitos 0,30 ppm e mirex 0,10 ppm.

Todos os resultados que acusaram a presença de resíduos correspondentes a 80% ou mais dos limites de tolerância, foram considerados em violação aos limites previstos na legislação ou seja: lindane 5,60 ppm; DDT e metabólitos 4,00 ppm; BHC (  $\alpha + \beta$  ), aldrin, clordane, dieldrin, endrin, heptacloro e metabólito 0,24 ppm e mirex 0,08 ppm.

#### 4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

#### 4.1. Aspectos gerais:

Foram encontrados resíduos de praguicidas organoclorados em todas as unidades amostrais (Tabela 3).

Os isômeros de BHC foram somados ( $\alpha + \beta$ ), isômeros de DDT apresentados como DDT, assim como heptacloro e metabólito e clordane e metabólito.

DDT e metabólitos, BHC ( $\alpha + \beta$ ) e dieldrin foram os praguicidas mais frequentes, apresentando percentuais de 94,8%, 85,5%, 72,9% respectivamente e os que se apresentaram com menos frequência foram mirex, HCB, aldrin e clordane com 4,3%, 3,1%, 0,6% e 0,6% respectivamente (Tabela 4).

Em relação ao trabalho de CARVALHO et al.<sup>9</sup>, onde DDT, BHC, dieldrin, heptacloro, HCB e lindane foram os mais frequentes, observou-se, na presente pesquisa, percentuais bem inferiores, com exceção do dieldrin que apresentou acréscimo, passando de 69,6% a 72,9%. Os resíduos de DDT em ambas pesquisas apresentaram-se com percentuais bem próximos, oscilando de 95,4% a 94,8%. O praguicida BHC se manteve em segundo lugar, tendo sido constatado em 85,5% das amostras e, em quarto lugar heptacloro, que se apresentou na pesquisa anterior em 57,9% e nesta em 25,7% das amostras (Tabela 4).

Verificou-se um descenso acentuado dos níveis de resíduos de HCB, lindane, aldrin, mirex e endrin que passaram de 52,8% a 3,1%, 42,8% a 18,8%, 21,8% a 0,6%, 11,4% a 4,3% e 10,8% a 5,2% respectivamente. O praguicida clordane não foi objeto de estudo de CARVALHO et al.<sup>9</sup>, porém a sua frequência foi pequena (Tabela 4).

De acordo com o Programa Nacional de Controle de Resíduos Biológicos em Carnes<sup>6</sup>, 49 amostras apresentaram-se com resíduos acima do limite de tolerância, sendo 7 uni-

TABELA 3 - Frequência de resíduos de praguicidas organoclorados em amostras de gordura bovina, segundo a Unidade da Federação de origem, 1983.

UNIDADES DA FEDERAÇÃO	Nº DE AMOSTRAS	COM RESÍDUO		ACIMA DOS NÍVEIS DE TOLERÂNCIA		IGUAL OU ACIMA DOS 80% DOS NÍVEIS DE TOLERÂNCIA	
		Nº	%	Nº	%	Nº	%
Minas Gerais	638	638	100,0	15	2,3	15	2,3
Goiás	576	576	100,0	7	1,2	7	1,2
São Paulo	571	571	100,0	16	2,8	19	3,3
Mato Grosso do Sul	562	562	100,0	8	1,4	8	1,4
Paraná	184	184	100,0	3	1,6	3	1,6
Mato Grosso	100	100	100,0	-	-	-	-
Bahia	11	11	100,0	-	-	-	-
Pará	9	9	100,0	-	-	-	-
Espírito Santo	2	2	100,0	-	-	-	-
<b>T O T A L</b>	<b>2653</b>	<b>2653</b>	<b>100,0</b>	<b>49</b>	<b>1,8</b>	<b>52</b>	<b>2,0</b>

TABELA 4 - Frequência de resíduos de praguicidas organoclorados em amostras de gordura bovina, segundo o praguicida presente, 1983.

RESÍDUO	Nº DE AMOSTRAS	COM RESÍDUO		ACIMA DOS NÍVEIS DE TOLERÂNCIA		IGUAL OU ACIMA DOS 80% DOS NÍVEIS DE TOLERÂNCIA	
		Nº	%	Nº	%	Nº	%
HCB	2653	83	3,1	-	-	-	-
BHC ( $\alpha + \beta$ )	2653	2267	85,5	7	0,2	8	0,3
Lindane	2653	500	18,8	-	-	-	-
Aldrin	2653	15	0,6	-	-	-	-
Clordane	2653	16	0,6	-	-	-	-
Heptacloro	2653	682	25,7	-	-	-	-
$\Sigma$ DDT	2653	2516	94,8	-	-	-	-
Dieldrin	2653	1935	72,9	7	0,3	7	0,3
Endrin	2653	137	5,2	-	-	-	-
Mirex	2653	113	4,3	35	1,3	37	1,4
T O T A L	2653	2653	100,0	49	1,8	52	2,0

dades amostrais para BHC, 7 para dieldrin e 35 para mirex.

Considerando o limite de segurança correspondente a 80% do limite de tolerância, BHC contribuiu com 8 unidades amostrais, dieldrin com 7 e mirex com 37 (Tabela 4).

CARVALHO et al.<sup>9</sup> detectaram 41 unidades amostrais acima do limite de tolerância para BHC (1,4%), 13 (0,4%) para dieldrin e 42 (2,7%) para mirex. Os demais praguicidas organoclorados pesquisados não apresentaram níveis acima do limite de tolerância, coincidindo com nossos achados.

Contudo, vale ressaltar que as frequências atuais são inferiores a pesquisa de CARVALHO et al.<sup>9</sup> fato este que nos leva a crer que seja resultado de dois fatores que podem estar ou não conjugados quais sejam: o aprimoramento da técnica utilizada e/ou controle de propriedade que enviam animais para abate.

O menor valor encontrado entre todos os praguicidas pesquisados foi de 0,01 ppm em várias amostras e o maior teor 2,43 ppm para mirex.

#### 4.2. Procedência das amostras

Todas as Unidades da Federação apresentaram resíduos de praguicidas organoclorados em 100% das unidades amostrais (Tabela 3). As frequências relativas as amostras oriundas dos Estados da Bahia, Pará e Espírito Santo, devem ser vistas com ressalvas, tendo em vista o pequeno número de amostras analisadas em relação a esses Estados.

Assim sendo, serão objeto de nossos comentários somente os Estados que remeteram um número considerável de amostras.

Os Estados de São Paulo, Minas Gerais, Paraná ,

Mato Grosso do Sul, Goiás apresentaram amostras com resíduos acima dos limites de tolerância e o Estado de Mato Grosso não participou com amostras acima destes níveis, mesmo considerando os 80% dos limites de tolerância (Tabela 3).

O Estado de São Paulo contribuiu com um número mais elevado de amostras acima dos limites de tolerância (2,8%), seguido dos Estados de Minas Gerais (2,3%) , Paraná (1,6%) , Mato Grosso do Sul (1,4%) e Goiás (1,2%) (Tabela 3). Os achados da nossa pesquisa são inferiores as frequências observadas no trabalho de CARVALHO et al.<sup>9</sup>, quando foram verificados resíduos em violação aos limites de tolerância referentes aos Estados de São Paulo (5,6%), Minas Gerais (3,4%), Mato Grosso do Sul (3,3%), Paraná (2,0%) e Goiás (1,1%). O Estado de Mato Grosso não apresentou amostra em violação aos limites estipulados pela legislação, coincidindo com os achados da referida pesquisa.

Quanto a frequência de resíduos que ultrapassaram 80% dos limites de tolerância, segundo a Unidade da Federação, somente três amostras procedentes do Estado de São Paulo se enquadraram entre o limite de 80% e o nível máximo permitido (Tabela 3).

#### 4.3. Resíduos de HCB

Das 2.653 amostras pesquisadas para HCB, 83 apresentaram resíduos, sendo que o Estado de São Paulo apresentou maior número de amostras com resíduos de HCB, contribuindo com 4,4%, seguido dos Estados de Goiás, Paraná, Minas Gerais, Mato Grosso do Sul, Mato Grosso, com 3,5%, 3,3% , 2,8%, 2,1% e 1,0%, respectivamente (Tabela 5). Comparando com a pesquisa de CARVALHO et al.<sup>9</sup>, houve um descenso

TABELA 5 - Frequência de HCB em amostras de gordura bovina, segundo a Unidade da Federação de origem ,  
1983.

UNIDADE DA FEDERAÇÃO	Nº DE AMOSTRAS	COM RESÍDUO		ACIMA DOS NÍVEIS DE TOLERÂNCIA		IGUAL OU ACIMA DOS 80% DOS NÍVEIS DE TOLERÂNCIA	
		Nº	%	Nº	%	Nº	%
Minas Gerais	638	18	2,8	-	-	-	-
Goiás	576	20	3,5	-	-	-	-
São Paulo	571	25	4,4	-	-	-	-
Mato Grosso do Sul	562	12	2,1	-	-	-	-
Paraná	184	6	3,3	-	-	-	-
Mato Grosso	100	1	1,0	-	-	-	-
Bahia	11	1	9,1	-	-	-	-
Pará	9	-	-	-	-	-	-
Espírito Santo	2	-	-	-	-	-	-
<b>T O T A L</b>	<b>2653</b>	<b>83</b>	<b>3,1</b>	<b>-</b>	<b>-</b>	<b>-</b>	<b>-</b>

acentuado na frequência de HCB, passando de 52,8% a 3,1%.

#### 4.4. Resíduos de BHC ( $\alpha + \beta$ )

Analisando a frequência de BHC segundo a Unidade da Federação, constatou-se que, em média, 85,9% apresentaram resíduos de BHC. Na ordem decrescente, os Estados do Paraná, Mato Grosso do Sul, São Paulo, Mato Grosso, Minas Gerais e Goiás participaram com 88,6%, 88,1%, 86,2%, 86,0%, 83,8%, 82,6% respectivamente (Tabela 6).

Do total de 2.653 amostras, um número bastante reduzido de resíduos de BHC foram detectados acima dos limites de tolerância. O Estado de São Paulo foi a Unidade da Federação que maior número de amostras continha resíduos acima dos limites de tolerância (três amostras), seguido dos Estados do Mato Grosso do Sul, com duas unidades amostrais, Minas Gerais e Goiás, que contribuíram com uma amostra cada (Tabela 6). O teor mais elevado de resíduo de BHC foi de 1,44 ppm em uma amostra proveniente do Estado do Mato Grosso do Sul. Este teor é bem próximo do valor encontrado por CARVALHO et al.<sup>9</sup>, que foi de 1,48 ppm em uma amostra proveniente do Estado de São Paulo. Todas as outras unidades amostrais que apresentaram níveis acima do limite de tolerância, continham teor de resíduos que se situaram entre 0,30 ppm e 0,60 ppm.

A frequência de resíduos de BHC, por Unidade da Federação, apresentaram-se na ordem decrescente nas amostras oriundas dos Estados do Paraná (88,6%), Mato Grosso do Sul (88,1%), São Paulo (86,2%), Mato Grosso (86,0%), Minas Gerais (83,8%) e Goiás (82,6%) (Tabela 6). CARVALHO et al.<sup>9</sup>, encontraram resíduos de BHC com maior frequência também nos Estados do Paraná (96,0%), Mato Grosso do Sul (94,3%), Minas Gerais (92,2%), Goiás (92,0%), São Paulo (91,9%) e Mato Gros

TABELA 6 - Frequência de BHC ( $\alpha + \beta$ ) em amostras de gordura bovina, segundo a Unidade da Federação de origem, 1983.

UNIDADE DA FEDERAÇÃO	Nº DE AMOSTRAS	COM RESÍDUO		ACIMA DOS NÍVEIS DE TOLERÂNCIA		IGUAL OU ACIMA DOS 80% DOS NÍVEIS DE TOLERÂNCIA	
		Nº	%	Nº	%	Nº	%
Minas Gerais	638	535	83,8	1	0,1	1	0,1
Goiás	576	476	82,6	1	0,2	1	0,2
São Paulo	571	492	86,2	3	0,5	3	0,5
Mato Grosso do Sul	562	495	88,1	2	0,3	2	0,3
Paraná	184	163	88,6	-	-	-	-
Mato Grosso	100	86	86,0	-	-	-	-
Bahia	11	9	81,8	-	-	-	-
Pará	9	9	100,0	-	-	-	-
Espírito Santo	2	2	100,0	-	-	-	-
<b>T O T A L</b>	<b>2653</b>	<b>2267</b>	<b>85,5</b>	<b>7</b>	<b>0,3</b>	<b>7</b>	<b>0,3</b>

so (86,7%). Observou-se um descenso significativo na frequência de resíduos de BHC, em todas as Unidades da Federação, todavia, praticamente não houve alteração quanto às amostras oriundas do Estado de Mato Grosso.

Com relação aos níveis em violação aos limites permitidos para BHC, notou-se uma queda significativa comparativamente a pesquisa tomada como referência, onde observou-se em 23 unidades amostrais (2,1%), níveis acima destes limites, cujas amostras foram provenientes do Estado de São Paulo, 10 (1,4%) do Estado do Mato Grosso do Sul, 3 (0,6%) de Goiás, 3 (0,7%) de Minas Gerais e 2 (2,0%) do Estado do Paraná.

#### 4.5. Resíduos de lindane

Analisando a Tabela 7, verifica-se que em média 18,8% das amostras, apresentaram resíduos de lindane ( $\delta$  BHC). Os Estados do Paraná, Mato Grosso, São Paulo, colaboraram com maiores percentuais que variaram de 23,3% a 25,0%, seguido dos Estados de Goiás, Minas Gerais, Mato Grosso do Sul com 17,7%, 16,1% e 15,3% respectivamente (Tabela 7). Em relação ao trabalho de CARVALHO et al.<sup>9</sup>, verificou-se um descenso acentuado na frequência de resíduo de lindane, que passou de 42,3% para 18,8%.

Em nenhuma amostra constatou-se resíduos de lindane acima dos limites de segurança e de tolerância.

#### 4.6. Resíduos de aldrin

A Tabela 8 apresenta a frequência de aldrin, segundo a Unidade da Federação de origem, das 2.653 unidades amostrais somente 15 foram constatados resíduos deste praguicida.

TABELA 7 - Frequência de lindane ( $\delta$  BHC) em amostras de gordura bovina, segundo a Unidade da Federação de origem, 1983.

UNIDADE DA FEDERAÇÃO	Nº DE AMOSTRAS	COM RESÍDUO		ACIMA DOS NÍVEIS DE TOLERÂNCIA		IGUAL OU ACIMA DOS 80% DOS NÍVEIS DE TOLERÂNCIA	
		Nº	%	Nº	%	Nº	%
Minas Gerais	638	103	16,1	-	-	-	-
Goiás	576	102	17,7	-	-	-	-
São Paulo	571	133	23,3	-	-	-	-
Mato Grosso do Sul	562	86	15,3	-	-	-	-
Paraná	184	46	25,0	-	-	-	-
Mato Grosso	100	24	24,0	-	-	-	-
Bahia	11	3	27,3	-	-	-	-
Pará	9	3	33,3	-	-	-	-
Espírito Santo	2	-	-	-	-	-	-
<b>T O T A L</b>	<b>2653</b>	<b>500</b>	<b>18,8</b>	<b>-</b>	<b>-</b>	<b>-</b>	<b>-</b>

cida, cujo percentual foi inferior a 1,0% para todos os Estados, com exceção do Estado do Mato Grosso com 2,0%. Comparativamente ao trabalho de CARVALHO et al.<sup>9</sup> apresentou uma queda acentuada na frequência de resíduo que passou de 21,8% a 0,6%.

Ainda, com referência a Tabela 8, notou-se que em nenhuma amostra os níveis de segurança e tolerância foram ultrapassados.

#### 4.7. Resíduos de clordane

Quanto aos resíduos de clordane, somente houve presença em 16 unidades amostrais, sendo que o Estado de Minas Gerais, contribuiu com 5 (0,8%), os Estados de Goiás e São Paulo com 4 (0,7%) e 3 (0,5%) respectivamente. Os Estados do Mato Grosso do Sul, Paraná e Mato Grosso, apresentaram resíduos de clordane em uma amostra cada (Tabela 9), resíduos estes que não foram pesquisados por CARVALHO et al.<sup>9</sup>.

#### 4.8. Resíduos de heptacloro

Com relação ao resíduo de heptacloro, verificou-se a presença em 682 (25,7%) unidades amostrais, dentre estas, 295 (51,7%) amostras correspondiam ao Estado de São Paulo. Os Estados de Mato Grosso do Sul, Minas Gerais, Goiás, Paraná, Mato Grosso contribuíram respectivamente com 21,7%, 20,8%, 15,8%, 14,7% e 12,0% de amostras com esse praguicida. Desta forma, houve uma variação significativa das amostras com resíduos de heptacloro, decrescendo de 57,9% para 25,7% em relação ao trabalho de CARVALHO et al.<sup>9</sup>.

Com base nos limites de segurança e tolerância não se observou em nenhuma amostra, teor de heptacloro que

TABELA 8 - Frequência de aldrin em amostras de gordura bovina, segundo a Unidade da Federação de origem, 1983.

UNIDADE DA FEDERAÇÃO	Nº DE AMOSTRAS	COM RESÍDUO		ACIMA DOS NÍVEIS DE TOLERÂNCIA		IGUAL OU ACIMA DOS 80% DOS NÍVEIS DE TOLERÂNCIA	
		Nº	%	Nº	%	Nº	%
Minas Gerais	638	4	0,6	-	-	-	-
Goiás	576	5	0,9	-	-	-	-
São Paulo	571	1	0,2	-	-	-	-
Mato Grosso do Sul	562	2	0,3	-	-	-	-
Paraná	184	1	0,5	-	-	-	-
Mato Grosso	100	2	2,0	-	-	-	-
Bahia	11	-	-	-	-	-	-
Pará	9	-	-	-	-	-	-
Espírito Santo	2	-	-	-	-	-	-
<b>T O T A L</b>	<b>2653</b>	<b>15</b>	<b>0,6</b>	<b>-</b>	<b>-</b>	<b>-</b>	<b>-</b>

TABELA 9 - Frequência de clordane em amostras de gordura bovina, segundo a Unidade da Federação de origem, 1983.

UNIDADE DA FEDERAÇÃO	Nº DE AMOSTRAS	COM RESÍDUO		ACIMA DOS NÍVEIS DE TOLERÂNCIA		IGUAL OU ACIMA DOS 80% DOS NÍVEIS DE TOLERÂNCIA	
		Nº	%	Nº	%	Nº	%
Minas Gerais	638	5	0,8	-	-	-	-
Goiás	576	4	0,7	-	-	-	-
São Paulo	571	3	0,5	-	-	-	-
Mato Grosso do Sul	562	1	0,2	-	-	-	-
Paraná	184	1	0,5	-	-	-	-
Mato Grosso	100	1	1,0	-	-	-	-
Bahia	11	1	0,9	-	-	-	-
Pará	9	-	-	-	-	-	-
Espírito Santo	2	-	-	-	-	-	-
<b>T O T A L</b>	<b>2653</b>	<b>16</b>	<b>0,6</b>	<b>-</b>	<b>-</b>	<b>-</b>	<b>-</b>

TABELA 10 - Frequência de heptacloro em amostras de gordura bovina, segundo a Unidade da Federação de origem, 1983.

UNIDADE DA FEDERAÇÃO	Nº DE AMOSTRAS	COM RESÍDUO		ACIMA DOS NÍVEIS DE TOLERÂNCIA		IGUAL OU ACIMA DOS 80% DOS NÍVEIS DE TOLERÂNCIA	
		Nº	%	Nº	%	Nº	%
Minas Gerais	638	133	20,8	-	-	-	-
Goiás	576	91	15,8	-	-	-	-
São Paulo	571	295	51,7	-	-	-	-
Mato Grosso do Sul	562	122	21,7	-	-	-	-
Paraná	184	27	14,7	-	-	-	-
Mato Grosso	100	12	12,0	-	-	-	-
Bahia	11	1	9,1	-	-	-	-
Pará	9	1	11,1	-	-	-	-
Espírito Santo	2	-	-	-	-	-	-
T O T A L	2653	682	25,7	-	-	-	-

superassem os limites estipulados (Tabela 10).

#### 4.9. Resíduos de DDT

Resíduos de DDT foram encontrados de 95,0% a 99,4% das amostras analisadas, procedentes dos Estados do Paraná, São Paulo, Goiás, Mato Grosso do Sul e Mato Grosso. O Estado de Minas Gerais, participou com 88,7% das amostras com resíduos de DDT.

Considerando o total das amostras com resíduos de DDT, isto é, das 2.653 amostras analisadas, 2.516 apresentaram resíduos, correspondendo em média de 94,8%. Entretanto, referindo-se aos limites de segurança e tolerância, não houve amostras com níveis que superassem os mesmos (Tabela 11). Com relação ao trabalho de CARVALHO et al.<sup>9</sup>, a frequência de resíduos de DDT foi de 95,4%, permanecendo praticamente inalterada.

#### 4.10. Resíduos de dieldrin

Observando a Tabela 12, verifica-se que a frequência de dieldrin é inferior se comparado ao DDT.

O Estado de Goiás participou com maior número de amostras com resíduos, correspondendo a 84,7% precedido dos Estados de Minas Gerais (76,3%), Mato Grosso (74,0%), São Paulo (73,0%), Mato Grosso do Sul (64,8%) e Paraná (52,7%). Das 2.653 amostras analisadas, somente sete amostras revelaram níveis acima dos limites de tolerância, destas, três amostras foram oriundas do Estado de Goiás e quatro amostras procedentes de Minas Gerais (Tabela 12).

Considerando as Unidades da Federação, que remeteram amostras em quantidade significativa, verificou-se com

TABELA 11 - Frequência de  $\Sigma$  DDT em amostras de gordura bovina, segundo a Unidade da Federação de origem ,  
1983.

UNIDADE DA FEDERAÇÃO	Nº DE AMOSTRAS	COM RESÍDUO		ACIMA DOS NÍVEIS DE TOLERÂNCIA		IGUAL OU ACIMA DOS 80% DOS NÍVEIS DE TOLERÂNCIA	
		Nº	%	Nº	%	Nº	%
Minas Gerais	638	566	88,7	-	-	-	-
Goiás	576	558	96,9	-	-	-	-
São Paulo	571	558	97,7	-	-	-	-
Mato Grosso do Sul	562	540	96,1	-	-	-	-
Paraná	184	183	99,4	-	-	-	-
Mato Grosso	100	95	95,0	-	-	-	-
Bahia	11	8	72,7	-	-	-	-
Pará	9	7	77,8	-	-	-	-
Espírito Santo	2	1	50,0	-	-	-	-
T O T A L	2653	2516	94,8	-	-	-	-

TABELA 12 - Frequência de dieldrin em amostras de gordura bovina, segundo a Unidade da Federação de origem, 1983.

UNIDADE DA FEDERAÇÃO	Nº DE AMOSTRAS	COM RESÍDUO		ACIMA DOS NÍVEIS DE TOLERÂNCIA		IGUAL OU ACIMA DOS 80% DOS NÍVEIS DE TOLERÂNCIA	
		Nº	%	Nº	%	Nº	%
Minas Gerais	638	487	76,3	4	0,6	4	0,6
Goiás	576	488	84,7	3	0,5	3	0,5
São Paulo	571	417	73,0	-	-	-	-
Mato Grosso do Sul	562	364	64,8	-	-	-	-
Paraná	184	97	52,7	-	-	-	-
Mato Grosso	100	74	74,0	-	-	-	-
Bahia	11	2	18,2	-	-	-	-
Pará	9	6	66,7	-	-	-	-
Espírito Santo	2	-	-	-	-	-	-
<b>T O T A L</b>	<b>2653</b>	<b>1935</b>	<b>72,9</b>	<b>7</b>	<b>0,3</b>	<b>7</b>	<b>0,3</b>

relação ao trabalho de CARVALHO et al.<sup>9</sup>, uma elevação do número de amostras com resíduos de dieldrin nos Estados de Minas Gerais, Goiás, Mato Grosso do Sul, Mato Grosso, passando respectivamente de 55,3% para 76,3%, de 76,4% para 84,7%, de 61,8% para 64,8%, de 56,6% para 74,0%. Os Estados de São Paulo e Paraná, apresentaram uma redução na frequência, passando de 78,7% para 73,0% e de 75,8% para 52,7% respectivamente.

Quanto aos níveis em violação, notou-se um declínio em relação ao Estado de Goiás e mais acentuado para o Estado de Minas Gerais que passou de 1,5% a 0,6%. Os Estados de São Paulo e Mato Grosso do Sul, que apresentaram níveis acima do limite de tolerância na pesquisa tomada como referência, neste estudo não ultrapassaram tal limite.

Nível mais elevado foi detectado em uma amostra procedente do Estado de Minas Gerais, cujo valor foi de 1,00 ppm e o teor imediatamente inferior foi de 0,88 ppm, oriunda do mesmo Estado. Esta cifra é bem inferior ao teor de 1,75 ppm encontrado por CARVALHO et al.<sup>9</sup>, em uma amostra proveniente do Estado de Minas Gerais.

#### 4.11. Resíduos de endrin

Resíduos de endrin foram constatados em 137 unidades amostrais, sendo que o Estado do Paraná contribuiu com 22,3%, os Estados de São Paulo, Mato Grosso do Sul, Mato Grosso, Goiás e Minas Gerais, participaram com 9,8%, 3,5%, 3,0%, 1,4% e 1,2% respectivamente (Tabela 13). Comparando a frequência de resíduos de endrin encontrada por CARVALHO et al.<sup>9</sup>, verificou-se descenso significativo, passando de 10,8% a 5,2%.

Considerando os limites de segurança e tolerân

TABELA 13 - Frequência de endrin em amostras de gordura bovina, segundo a Unidade da Federação de origem, 1983.

UNIDADE DA FEDERAÇÃO	Nº DE AMOSTRAS	COM RESÍDUO		ACIMA DOS NÍVEIS DE TOLERÂNCIA		IGUAL OU ACIMA DOS 80% DOS NÍVEIS DE TOLERÂNCIA	
		Nº	%	Nº	%	Nº	%
Minas Gerais	638	8	1,2	-	-	-	-
Goiás	576	8	1,4	-	-	-	-
São Paulo	571	56	9,8	-	-	-	-
Mato Grosso do Sul	562	20	3,5	-	-	-	-
Paraná	184	41	22,3	-	-	-	-
Mato Grosso	100	3	3,0	-	-	-	-
Bahia	11	1	9,1	-	-	-	-
Pará	9	-	-	-	-	-	-
Espírito Santo	2	-	-	-	-	-	-
<b>T O T A L</b>	<b>2653</b>	<b>137</b>	<b>5,2</b>	<b>-</b>	<b>-</b>	<b>-</b>	<b>-</b>

cia, não se verificou em nenhuma amostra, resíduos que superassem os níveis recomendados.

#### 4.12. Resíduos de mirex

Quanto a frequência de resíduos de mirex, foram detectados em 113 unidades amostrais (4,3%). O Estado de São Paulo, apresentou 53 amostras com resíduos de mirex (9,3%) e na ordem decrescente para os Estados de Minas Gerais (4,2%), Mato Grosso do Sul (3,4%), Paraná (2,7%), Goiás (1,4%) e Mato Grosso (1,0%).

Coincidindo com a pesquisa de CARVALHO et al.<sup>9</sup>, o Estado de São Paulo foi o que apresentou resíduos de mirex com maior frequência, contudo, o percentual é mais elevado que o achado desta pesquisa (9,3%), tendo-se encontrado anteriormente 11,6%.

Comparativamente, observou-se um descenso no número de amostras com resíduos de mirex nos Estados de Mato Grosso, Mato Grosso do Sul, passando respectivamente de 3,5% a 1,0% e de 4,0% para 3,4%. Os Estados de Minas Gerais e Goiás apresentaram um aumento na frequência de resíduos de mirex e particularmente o Estado do Paraná, que na pesquisa de CARVALHO et al.<sup>9</sup>, não revelou presença deste resíduo (Tabela 14).

Quanto aos limites de tolerância, observou-se em relação ao estudo citado, que o número de amostras em violação se manteve bem próximo para os Estados de São Paulo, Mato Grosso do Sul e Goiás. O Estado de Minas Gerais, acusou aumento significativo, como também, o Estado do Paraná que na pesquisa anterior não revelou teor acima dos limites estipulados (Tabela 14).

Resíduos de mirex que ultrapassaram os limites

TABELA 14 - Frequência de mirex em amostras de gordura bovina, segundo a Unidade da Federação de origem ,  
1983.

UNIDADE DA FEDERAÇÃO	Nº DE AMOSTRAS	COM RESÍDUO		ACIMA DOS NÍVEIS DE TOLERÂNCIA		IGUAL OU ACIMA DOS 80% DOS NÍVEIS DE TOLERÂNCIA	
		Nº	%	Nº	%	Nº	%
Minas Gerais	638	27	4,2	10	1,6	10	1,6
Goiás	576	8	1,4	3	0,5	3	0,5
São Paulo	571	53	9,3	14	2,4	16	2,8
Mato Grosso do Sul	562	19	3,4	5	0,9	5	0,9
Paraná	184	5	2,7	3	1,6	3	1,6
Mato Grosso	100	1	1,0	-	-	-	-
Bahia	11	-	-	-	-	-	-
Pará	9	-	-	-	-	-	-
Espírito Santo	2	-	-	-	-	-	-
T O T A L	2653	113	4,3	35	1,3	37	1,4

de tolerância totalizaram 35 unidades amostrais (Tabela 14).

Com relação a Unidade da Federação de origem, os níveis acima do limite de tolerância, o Estado de São Paulo participou com 14 unidades amostrais, Minas Gerais com 10, os Estados do Mato Grosso do Sul, Paraná e Goiás com 5, 3, 3 respectivamente. Somente em duas amostras procedentes do Estado de São Paulo, os níveis de resíduos se situaram entre os limites de segurança e tolerância.

A seguir apresentaremos outros dados sobre resíduos de praguicidas organoclorados de pesquisas realizadas em produtos de origem animal no Brasil e exterior, com intuito de possibilitar uma análise mais geral do problema.

CARVALHO et al.<sup>8</sup>, analisando 445 amostras de gordura bovina, em 1980, detectaram resíduos de BHC em 96,9% das amostras, aldrin em 90,6%, dieldrin em 59,6%, lindane em 20,9%, DDT em 2,9% e resíduos de heptacloro em 100,0%. Nessa pesquisa foram observadas em 5,9% das amostras acima dos limites de tolerância para BHC, 0,3% para aldrin e para dieldrin.

Ainda, com base na referida pesquisa, em relação a atual, notou-se um descenso acentuado na frequência de resíduos acima do limite de tolerância para BHC, que passou de 5,9% para menos de 1,0%, assim como dieldrin de 12,7% para menos de 1,0%.

Pesquisa realizada por NISHIKAWA et al.<sup>40</sup>, em amostras de conserva bovina, cujos produtos são elaborados a partir de matéria-prima (gordura bovina) já analisada, revelou em 96,8% das amostras, resíduos de BHC correspondendo a um percentual 1,0% superior em relação ao estudo de CARVALHO et al.<sup>9</sup> e uma queda mais acentuada da ordem de 11,0% em rela

ção ao presente estudo.

Ainda com referência ao trabalho de NISHIKAWA et al.<sup>40</sup>, resíduos de lindane foram encontrados em 56,0% das amostras analisadas, aldrin em 36,7%, dieldrin em 70,6%, DDT em 91,3%, HCB em 59,2%, endrin em 91,3% e mirex em 13,5%. Resíduos de BHC e mirex, apresentaram teor superior ao limite de tolerância, cujos níveis foram de 0,36 ppm e 0,11 ppm. Vale ressaltar, que embora, estes níveis não sejam muito elevados, é bastante significativo, tendo em vista que são provenientes de matéria-prima selecionada e posteriormente submetida ao processamento.

MAIA & BRANT<sup>36</sup>, analisando 120 amostras de um "pool" de carne bovina de animais oriundos de várias regiões de Minas Gerais e adotando para a pesquisa a regionalização do Estado, verificaram que resíduos de BHC total e dieldrin foram os mais frequentes, em amostras procedentes das áreas de maior desenvolvimento agrícola e pastoril.

LARA et al.<sup>27</sup>, em 1971, analisando 120 amostras de conservas de carne bovina, provenientes de um frigorífico do Estado de São Paulo, verificaram resíduos de BHC em todas as amostras pesquisadas, com média aritmética de 0,39 ppm.

ALMEIDA & BARRETO<sup>1</sup> determinaram resíduos de praguicidas organoclorados em 17 amostras de leite pasteurizado destinado ao consumo na cidade de São Paulo e verificaram a presença de isômeros de BHC, em níveis que variaram de 0,007 ppm a 0,055 ppm, não tendo sido detectada resíduos de DDT.

Em 1979, LARA et al.<sup>28</sup>, analisaram 44 amostras de leite pasteurizado de diferentes marcas comercializadas na cidade de São Paulo, encontrando resíduos de isômeros  $\alpha$ ,  $\beta$ ,  $\delta$  BHC em todas as amostras, dos quais 88,6% com teor supe-

rior a 0,1 ppm, limite este, estabelecido pela legislação brasileira. Com relação ao DDT, os níveis encontrados foram bastante inferiores ao limite previsto pela legislação.

Os resíduos de praguicidas organoclorados em leite e derivados, tem decrescido a partir da década de 1979, como demonstraram as pesquisas realizadas na França por CASALS et al.<sup>10</sup>, MOUILLET et al.<sup>39</sup> e LUQUET et al.<sup>33</sup>.

Estudos de WEDBERG<sup>50</sup> realizados no período de 1971 a 1976 nos Estados Unidos, demonstraram a mesma tendência de declínio, em que somente 0,3% das amostras apresentaram limites superiores a legislação vigente, no país.

Na Inglaterra, pesquisa realizada por EGAN<sup>17</sup>, revelaram a mesma tendência, cujos níveis são bastante inferiores a recomendação da FAO/OMS, isto como resultado da restrição voluntária da utilização de praguicidas no país.

Igualmente, a mesma tendência é mantida no Japão, indicando claramente os efeitos da proibição da utilização de DDT, BHC e dieldrin em princípio de 1960<sup>25</sup>.

Ainda no Japão, YAMAGISHI<sup>49</sup>, constatou um decréscimo acentuado de resíduos de praguicidas organoclorados em leite e derivados, ano a ano, durante o período de pesquisa de 1970 a 1974.

Em várias regiões do mundo, os níveis de resíduos de praguicidas organoclorados se tem apresentado dentro dos limites previstos pela legislação vigente no país, contudo, a mesma tendência não se verificou na Índia, onde cerca de 73,0% das amostras de leite, apresentaram resíduos acima do limite de tolerância<sup>15</sup>.

Pesquisa realizada no Brasil em produtos como peixes, camarões e ostras, foram constatados níveis de resí-

duos de praguicidas organoclorados relativamente baixos, quando comparados com os níveis encontrados em outros países, embora os níveis de BHC total atingissem valores superiores a 300 ppb em algumas espécies<sup>26</sup>.

PANIZZI et al.<sup>44</sup>, analisando amostras de carne e derivados, verificaram a presença de concentrações mínimas de heptacloro epóxido e DDD. Cerca da 90,0% dos praguicidas pesquisados, apresentaram teor inferior a 0,02 ppm. Quanto a presença destes praguicidas, foram constatados HCB em 98,4%, lindane em 96,2%, heptacloro epóxido em 1,6% e DDT e metabólitos em 100,0% das amostras.

HASHEMY-TONKABONY et al.<sup>20</sup>, pesquisando resíduos de praguicidas organoclorados em 310 amostras de carne e gordura de diferentes espécies animais como ovinos, bovinos, suínos, etc, verificaram a presença de DDT e metabólitos, lindane, dieldrin e endrin em todas as espécies animais. As concentrações de DDT e metabólitos, foram bastante inferiores aos limites recomendados pela Organização Mundial da Saúde.

MAGGI et al.<sup>34</sup>, analisando 95 amostras de produtos derivados de suínos, verificaram que entre os praguicidas pesquisados, o DDT e metabólitos apresentaram um teor mais elevado, seguido de BHC total. Os níveis do grupo clorociclo dieno mantiveram-se bastante inferiores se comparados com BHC total e DDT e metabólitos.

Estudos realizados por RIVA et al.<sup>47</sup>, demonstraram níveis baixos para resíduos de HCB, heptacloro epóxido e dieldrin em amostras de gordura obtida de diferentes produtos de origem animal, enquanto que os níveis de DDT, não apresentaram o mesmo comportamento.

Os resíduos de praguicidas organoclorados, tem

sido constante em alimentos prontos para consumo e em matérias-primas. Em produtos cárneos, os níveis de resíduos destes compostos são muito variáveis em diferentes regiões do mundo, mas de um modo geral, poder-se-ia observar que estão dentro dos limites permitidos.

No Brasil, as medidas visando a utilização adequada de praguicidas, parece ter influido no declínio de níveis de resíduos, além das ações proibitivas do abate de gado provenientes de áreas problemáticas.

Concluindo, poder-se-ia sugerir a realização de análises sistemáticas, uma vez que, esta medida viria facilitar um posicionamento efetivo frente ao problema de resíduos de praguicidas, com intuito de reduzir ao máximo estes níveis e propiciar alimentos dentro dos níveis recomendados pela legislação.

## 5. CONCLUSÕES

A análise dos resultados encontrados, quanto a presença de praguicidas organoclorados em 2.653 amostras de gordura bovina, tomando-se como parâmetros níveis de tolerância estabelecidos pelo Programa Nacional de Controle de Resíduos Biológicos em Carnes<sup>6</sup> e resultados de CARVALHO et al.<sup>9</sup>, permite as seguintes conclusões:

1. Houve um decréscimo significativo nos níveis de praguicidas, excetuando-se DDT e metabólitos;
2. Resíduos organoclorados de um ou mais praguicidas foram encontrados em 100% das amostras;
3. Resíduos organoclorados foram detectados em 1,8% das amostras acima dos limites de tolerância;
4. Resíduos de praguicidas foram observados em 2,0% das amostras igual ou acima dos 80% dos níveis de tolerância;
5. Os praguicidas pesquisados que se apresentaram com maior frequência foram: DDT e metabólitos (94,8%) , BHC (85,5%) e dieldrin (72,9%);
6. Heptacloro (25,7%), lindane (18,8%), endrin (5,2%), mirex (4,3%), HCB (3,1%), aldrin e clordane (0,6%) foram os praguicidas que se apresentaram com menor frequência;
7. HCB, lindane, aldrin, clordane, heptacloro , DDT e metabólitos e endrin, não acusaram resíduos acima dos níveis de tolerância;
8. Os teores de praguicidas mais elevados encontrados acima dos limites de tolerância foram: mirex 2,43 ppm, para dieldrin 1,00 ppm em amostras provenientes do Estado de Minas Gerais e BHC ( $\alpha + \beta$ ) com 1,44 ppm, oriunda do Estado de Mato Grosso do Sul e,

9. As Unidades da Federação que participaram com maior número de amostras acima do limite de tolerância foram os Estados de São Paulo, Minas Gerais, Goiás, Mato Grosso do Sul e Paraná.

6. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. ALMEIDA, <sup>M</sup>N.E.W. & BARRETO, E.H.C. Resíduos de pesticidas clorados em leite consumido em São Paulo. Rev. Inst. Adolfo Lutz., 31: 13-20, 1972.
2. ALMEIDA, W.F. Acúmulo de inseticidas no homem e sua significação epidemiológica. Biológico, São Paulo, 40: 171-83, 1974.
3. ALMEIDA, W.F. & SVETLICIC, B. Aspectos de saúde pública referentes ao uso de pesticidas no Brasil. Biológico, São Paulo, 38:99-104, 1972.
4. ASSOCIATION OF OFFICIAL ANALYTICAL CHEMISTS. Official methods of analysis of the Association of Official Analytical Chemists. 12 ed. Washington, 1980. p.470.
5. BATALHA, B.L. & PARLATORE, A.C. Controle de qualidade da água para o consumo humano - Bases conceituais e operacionais. São Paulo, CETESB, 1977. p.119-31.
6. BRASIL. Ministério da Agricultura. Programa Nacional de Controle de Resíduos Biológicos em Carnes. Diário Oficial da União, Brasília, 07 fev. 1979.
7. BRASIL. Ministério da Saúde. Utilização de pesticidas e seus riscos para saúde. Bol. epidem., Rio de Janeiro, 11:117-9, 121, 124-8, 1979.
8. CARVALHO, J.P. de P. et al. Níveis de resíduos de praguicidas organoclorados em produtos cárneos sob Inspeção Federal. Rev. Saúde públ., S.Paulo, 14:408-19, 1980.

9. CARVALHO, J.P. de P. et al. Resíduos de praguicidas organoclorados em gordura bovina. Biológico, São Paulo, 50: 39-48, 1984.
10. CASALS, J. et al. Les résidus de pesticides organoclorés dans le lait et les produits laitiers (Bilan 1974-74). Ann. Fals. Exp. Chim., 68: 427-38, 1975.
11. CLAEYS, R.E. & INMAN, R.D. Separation of chlorinated hydrocarbons from lipids. J. Assoc. Off. Anal. Chem., 57: 399-404, 1974.
12. COMMITTEE FOR ANALYTICAL METHODS FOR RESIDUES OF PESTICIDES AND VETERINARY PRODUCTS IN FOODSTUFFS OF THE MINISTRY OF AGRICULTURE FISHERIES AND FOOD. Determination of residues of organochlorine pesticides in animal fats and eggs. Analyst, 104: 425-33, 1979.
13. COOK, R.M. Metabolism of xenobiotics in ruminants. J. Agric. Food Chem., 18: 434, 1970.
14. DEMOTT, B.J. et al. Secretion of heptachlor epoxid in milk. J. Dairy Sci., 49:1495-9, 1966.
15. DHALIWAL, G.S. & KALRA, R.L. DDT residues in milk samples from Ludhiana and surrounding areas. Indian J. Ecol., 4:13-22, 1977.
16. DOWNEY, W.K. Pesticide residues in milk and milk products. p. 1-90, 1972. Belgium International Dairy Federation, 1972. (Annual Bulletin, part 2).

17. EGAN, H. Trace contaminants in milk and dairy products. J. Soc. Dairy Technol., 23: 177-84, 1970.
18. FRIES, G.F. et al. Comparative excretion and retention of DDT analogs by dairy cows. J. Dairy Sci., 52: 1800-5, 1969.
19. FRIES, G.F. et al. Excretion of o,p' DDT in milk of cows. J. Dairy Sci., 54:1870-2, 1971.
20. HASHEMY-TONKABONY, S.E. et al. Chlorinated pesticide residues in meat and fat from animal raised in Iran. J. Assoc. Off. Chim. Soc., 58: 89-91, 1981.
21. HENDERSON, J.L. Insecticide residues in milk and dairy products. Residue Rev., 8: 74-115, 1965.
22. HUBER, W.G. Chemical in animal products. In: HUBBERT, W.T. ed. Diseases transmitted from animal to man. 6.ed. Springfield, Charles C. Thomas, 1975, p. 1073-83.
23. IVEY, M.C. & RADELEFF, R.D. Aldrin and dieldrin content of body tissues of livestock receiving aldrin in their diet. Agric. Food Chem., 9: 374-6, 1961.
24. JOINT MEETING OF THE FAO WORKING PARTY OF EXPERTS ON PESTICIDE RESIDUES AND THE WHO EXPERT COMMITTEE ON PESTICIDE RESIDUES, Roma, 1972. Pesticides residues in food. Ginebra, 1973. (OMS - Ser. Inf. tecn., 525).

25. KUWANO, K. et al. Time change of organochlorine pesticide residues in commercial cow's milk. Nagasaki-Ken Eisei Kogai Kenkyusho Ho, 15: 128-31, 1975, apud Pestic Abstr., 10: 1860, 1977.
26. LARA, W.H. et al. Níveis de BHC e DDT em peixes, camarões e ostras do litoral de Santos, Estado e São Paulo. Rev. Inst. Adolfo Lutz, 40:29-33, 1980.
27. LARA, W.H. et al. Resíduos de pesticidas clorados em conservas de carne bovina. Rev. Inst. Adolfo Lutz, 31: 63-70, 1971.
28. LARA, W.H. et al. Variação dos níveis de resíduos de pesticidas organoclorados em leite consumido na cidade de São Paulo em 1979. Rev. Inst. Adolfo Lutz, 40: 65-73, 1980.
29. LARA, W.H. & BARRETO, H.H.C. Influência do processamento sobre os resíduos de aldrin em arroz tratado para plantio. Rev. Inst. Adolfo Lutz, 37: 57-60, 1977.
30. LARA, W.H. & BARRETO, H.H.C. Resíduos de pesticidas clorados em águas. Rev. Inst. Adolfo Lutz, 32: 69-74, 1972.
31. LARA, W.H. & BARRETO, H.H.C. Resíduos de pesticidas clorados em alimentos. Rev. Inst. Adolfo Lutz, 32:89-94, 1972.

32. LI, C.F. et al. Fate of organochlorine pesticides during processing of milk into dairy products. J. Assoc. Off. Anal. Chem., 53:127-39, 1970.
33. LUQUET, P.M. Residues of organochlorine containing pesticides in milk and milk products. Survey of 1969, 1970 and 1971. Rev. Laitiere Franc., 298:403-13, 1972.
34. MAGGI, E. et al. Determinazioni dei pesticidi cloro-organice in prodotti di salumeria. Ind. Conserve, 53: 179-90, 1980.
35. MAGGI, E. et al. Mercury, chromium, lead and organochlorine pesticide residues in some food products of animal origin: A review. Meat Sci., 3: 309-18, 1979.
36. MAIA, N. & BRANT, P.O. Estudo comparativo da contaminação da carne bovina por resíduos de pesticidas clorados nas regiões do Estado de Minas Gerais, Brasil. Rev. Inst. Adolfo Lutz, 40: 15-21, 1980.
37. MARTH, N.H. & ELLICKSON, B.E. Insecticide residues in milk and milk products. J. Milk Food Technol., 22: 112-6, 1959.
38. MATTHYSSE, J.G. Insecticides used on dairy cattle and dairy barns: Toxicity to man and cattle hazards to the consumer and the environment. J. Milk Food Technol., 37: 255-64, 1974.

39. MOUILLET, L. et al. Les résidus chimiques dans le lait évolution de la contamination. Ann. Falsif. Expert. Chim., 71: 59-68, 1978.
40. NISHIKAWA, A.M. et al. Níveis de resíduos de praguicidas organoclorados em conservas de carne bovina. Biológico, 48: 189-93, 1982.
41. ORGANIZAÇÃO MUNDIAL DA SAÚDE. Comité de Expertos de la OMS en Biología de los Vectores y Lucha Antivectorial, Ginebra, 1977. Química y especificación de los plaguicidas: 2º informe. Ginebra, 1978. (OMS - Ser. Inf. tecn., 620).
42. ORGANIZAÇÃO MUNDIAL DA SAÚDE. Comité de Expertos de la OMS en Biología de los Vectores y Lucha Antivectorial, Ginebra, 1978. Empleo inocuo de plaguicidas: 3º informe. Ginebra, 1979. (OMS - Ser. Inf. tecn., 634).
43. ORGANIZAÇÃO MUNDIAL DA SAÚDE. Grupo Científico de la OMS sobre evaluación por Métodos Químicos y Bioquímicos de los Peligros de los Plaguicidas para el Hombre, Ginebra, 1974. Informe. Ginebra, 1975. (OMS-Serv. Inf. tecn., 560).
44. PANIZZI, A. et al. Residui di antiparassitari nelle carni e in prodotti carne. Ind. Aliment., 17: 193-5, 1978.
45. REGIONAL SEMINAR ON THE SAFE USE OF PESTICIDES. 1. Manila, Philippines, 1976. Final report. Manila, WPO. Regional Office for the Western Pacific, 1976: (OMS/WPRO-ICP/VBC 001).

46. REUNION CONJUNTA DEL GRUPO DE TRABAJO DE EXPERTOS  
SOBRE RESIDUOS DE PLAGUICIDAS Y DEL COMITE DE EXPERTOS DE LA OMS EN RESIDUOS DE PLAGUICIDAS. Roma, 1970. Residuos de plaguicidas en los alimentos. Ginebra, OMS, 1972. (OMS - Ser. Inf. técn., 474).
47. RIVA, M. et al. Determinazioni rapida GLC di residui de antiparassitari cloro organici e di policlorodifenili (PCB) in alimenti di origine animale - Considerazioni sullo stato di contaminazioni dell' ecosistema. Riv. Ital. Sostanze Grasse, 50:432-42, 1972.
48. SAHA, J.C. Significance of organochlorine insecticide residues in fresh plants as possible contaminants of milk and beef products. Residue Rev., 26:89-125, 1969.
49. YAMAGISHI, T. The status of residues of DDT and BHC in human and cow's milk. Kankyo Osen (Iwayuru Kogai) ni Kansuru Chosa Kenkyu), 2: 120-5, 1975, apud Pestic. Abstr., 9:2920, 1976.
50. WEDBERG, J.L. et al. Residues in food and feed. Organochlorine insecticide residues in bovine milk and manufactured milk products in Illinois 1971-76. Pestic. Monit. J., 11:161-4, 1978.
51. WILLIAMS, S. & MILLS, P.A. Residues in milk of cows fed rations containing low concentrations of five chlorinated hydrocarbon pesticides. J. Assoc. Off. Anal. Chem., 47:1124-8, 1964.