

DETERMINAÇÃO DE BIOCIDAS ANTI-INCRUSTANTES EM TECIDOS DE PEIXE EMPREGANDO A DISPERSÃO DA MATRIZ EM FASE SÓLIDA (MSPD) E LC-MS/MS

**Vieira, Augusto Alves Vieira; Caldas, Sergiane Souza Caldas; Fillmann, Gilberto Fillmann Primel, Ednei Gilberto Primel
augusv@gmail.com**

**Evento: Encontro de Pós-Graduação
Área do conhecimento: Química Analítica**

Palavras-chave: Biocidas; peixe; extração

1 INTRODUÇÃO

Devido à aplicação de tecnologias para evitar a adesão de organismos marinhos nos cascos de embarcações e outras superfícies, que de certa forma podem prejudicar o bom funcionamento dessas estruturas, o ambiente hídrico vem sendo constantemente contaminado [1]. Além da contaminação hídrica, a lixiviação destes compostos atingem diferentes espécies, incluindo os peixes, os quais podem sofrer a ação dos biocidas utilizados nas tintas anti-incrustantes [2]. Devido ao fato dos peixes serem uma importante fonte de proteína, sendo amplamente consumidos ao redor do mundo, torna-se necessário desenvolver métodos para determinação destes contaminantes neste tipo de matriz [3]. Com isso, este trabalho tem por objetivo desenvolver um método utilizando como preparo de amostra a dispersão da matriz em fase sólida (MSPD) com determinação por cromatografia líquida acoplada à espectrometria de massas sequencial (LC-MS/MS) e por cromatografia gasosa acoplada à espectrometria de massas (GC-MS).

2 REFERENCIAL TEÓRICO

Atualmente, tem-se pouco conhecimento a respeito de trabalhos que determinam biocidas em tecidos de peixe e esses trabalhos utilizam técnicas que demandam grande quantidade de solvente e/ou são técnicas geralmente morosas [4]. Pelo fato da técnica de MSPD ser robusta para diferentes matrizes e já vir sendo aplicada para a extração de outros contaminantes em tecido de peixe, essa técnica se mostra-se promissora [5].

3 MATERIAIS E MÉTODOS (PROCEDIMENTO METODOLÓGICO)

A otimização da separação cromatográfica foi feita em cromatógrafo líquido acoplado a um espectrômetro de massa sequencial (Waters), equipado com uma coluna Waters X Terra MS C18 (3,0 x 50 mm, 3,5 μ m). Como fase móvel, foi utilizado metanol (A) e água ultrapura com 0,1% de ácido acético (B), em modo gradiente. As soluções padrão irgarol, diclofuanida e DCOIT (Sigma Aldrich) foram preparadas utilizando água ultra pura obtida a partir de um purificador Milli-Q (Waters). As condições instrumentais do equipamento de LC-MS/MS estão descritas na Tabela 1.

Tabela 1 - Gradiente de eluição.

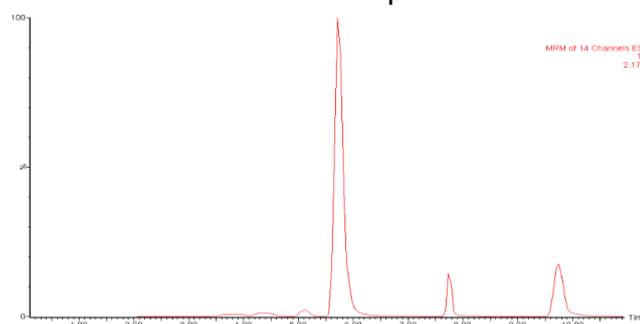
t_R (min)	A (%)	B (%)	Vazão ($mL\ min^{-1}$)
0	50	50	0,2

6	90	10	0,4
10	90	10	0,4
10,5	50	50	0,2
15	50	50	0,2

4 RESULTADOS e DISCUSSÃO

Na Figura 1, está mostrada a separação cromatográfica para irgarol, diclofuanida e DCOIT obtida por LC-MS/MS.

Figura 1 - Cromatograma representando a separação cromatográfica de irgarol, diclofuanida e DCOIT por LC-MS/MS.



A ordem de eluição ficou estabelecida para diuron, irgarol, diclofuanida e DCOIT nos tempos de retenção 4,5; 5,9; 5,9 e 7,8 min, respectivamente.

5 CONSIDERAÇÕES FINAIS

Como a separação cromatográfica foi obtida com sucesso, nas próximas etapas do trabalho serão avaliadas a eficiência de extração da técnica de MSPD e validação do método proposto. Além disso, também será aplicada a melhor condição de extração para diferentes tecidos de peixe e comparação da MSPD com o método Soxhlet.

REFERÊNCIAS

1. Yebra, D.M., S. Kiil, and K. Dam-Johansen, *Antifouling technology—past, present and future steps towards efficient and environmentally friendly antifouling coatings*. Progress in Organic Coatings, 2004. **50**(2): p. 75-104.
2. Castro, I.B., E. Westphal, and G. Fillmann, *Tintas anti-incrustantes de terceira geração novos biocidas no ambiente aquático*. Química Nova, 2011. **34**(6): p. 1021-1031.
3. Dórea, J.G., *Persistent, bioaccumulative and toxic substances in fish: human health considerations*. Science of the Total Environment, 2008. **400**(1): p. 93-114.
4. Alejandro, F.B., et al., *Development and Application of a Microwave-Assisted Extraction and LC/MS/MS Methodology to the Determination of Antifouling Booster Biocides in Sea Mulletts (*Mugil cephalus*) Organisms*. Journal of AOAC International, 2014. **97**(197-204).
5. Hertzog, G.I., et al., *Study of vortex assisted MSPD and LC-MS/MS using alternative solid supports for pharmaceutical extraction from marketed fish*. Analytical & Bioanalytical Chemistry, 2015. **no prelo**.