

Desenvolvimento de método para determinação de resíduos de medicamentos veterinários em leite empregando QuEChERS e LC-MS/MS

ARIAS, Jean Lucas de Oliveira Arias, SCHNEIDER, Antunielle, ANDRADE, Jahir Antonio Batista, CALDAS, Sergiane Souza, PRIMEL, Ednei Gilberto
jeanarias@furg.br

Evento: XVII Encontro de Pós-Graduação
Área do conhecimento: Ciências Exatas e da Terra – Química – Química Analítica

Palavras-chave: Medicamentos Veterinários, Leite, Cromatografia Líquida.

1 INTRODUÇÃO

Medicamentos veterinários são amplamente utilizados em níveis terapêuticos em sistemas de criação de gado para o tratamento de diferentes doenças, bem como aditivos alimentares para promover o crescimento do animal. No entanto, eles podem ser acumulados em tecidos animais ou mesmo ser transferidos para produtos alimentares, como o leite, apresentando risco potencial para a saúde dos consumidores (AGUILERA-LUIZ *et al.*, 2012). Desta forma, faz-se necessário o desenvolvimento de métodos analíticos capazes de realizar a extração simultânea dos contaminantes em baixos níveis de concentração. Assim, o objetivo deste trabalho é desenvolver e validar um método analítico para a determinação multiclasse de medicamentos veterinários em amostras de leite empregando método QuEChERS (do inglês, *Quick, Easy, Cheap, Rugged and Safe*) de preparo de amostras e análise por Cromatografia-Líquida Acoplada à Espectrometria de Massas em série (LC-MS/MS), empregando quitosana proveniente de resíduos de camarão como um sorvente alternativo na etapa de limpeza por extração em fase sólida dispersiva (d-SPE).

2 REFERENCIAL TEÓRICO

O método QuEChERS consiste basicamente, das etapas de extração com acetonitrila (ACN), seguida da partição dos compostos para a fase orgânica através da adição de sais e posterior etapa de limpeza do extrato empregando a d-SPE. Esse método apresenta as vantagens de ser um método rápido, fácil, econômico, efetivo, robusto e seguro. Este método tem sido aplicado para determinação de contaminantes orgânicos, como agrotóxicos, fármacos e medicamentos veterinários, em diversas matrizes, desde alimentos, como o leite (AGUILERA-LUIZ *et al.*, 2012), a matrizes ambientais (PRESTES *et al.*, 2009). Uma das grandes inovações no método QuEChERS tem sido o uso de sorventes alternativos para emprego na etapa de limpeza do método, como a quitina e quitosana, provenientes de carapaças de crustáceos, como o camarão (ARIAS *et al.*, 2014).

3 MATERIAIS E MÉTODOS

Após otimização, foi obtido o seguinte procedimento: 10 gramas de leite + 100 µL de ácido acético e 10 mL de ACN em tubo de centrífuga de 50 mL, seguidos de

agitação manual por 15 segundos e 1 minuto de agitação em vórtex; em seguida, 4 g de MgSO_4 foram adicionados, seguidos de nova etapa de agitação; centrifugação à 7000 rpm por 5 minutos; retirada de 2 mL de sobrenadante para outro tubo de 15 mL contendo 50 mg de quitosana e 150 mg de MgSO_4 , submetido a agitação por 1 minuto em vórtex, seguido de centrifugação à 7000 rpm por 5 minutos; 1 mL do extrato final foi transferido para um vial para análise por LC-MS/MS. A quitosana utilizada neste trabalho foi caracterizada por Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) e Espectroscopia na Região do Infravermelho (IR).

A separação cromatográfica foi realizada em um cromatógrafo líquido Waters Alliance 2695, acoplado a um espectrometro de massas com analisador triplo quadrupolo Micromass Quattro Micro API. Foi utilizada uma coluna analítica XTerra® MS C18 (3,5 μm ; 50 $\times$ 3 mm d.i.) e fase móvel composta por água ultrapura acidificada a 0,1% de ácido fórmico e ACN também acidificada a 0,1% de ácido fórmico, em modo de eluição por gradiente, com um tempo total de análise de 20 minutos. Todos os parâmetros foram otimizados de maneira a obter uma maior sensibilidade para o método proposto.

4 RESULTADOS e DISCUSSÃO

O método proposto apresentou boa linearidade ($r^2 > 0,99$) na faixa de trabalho. Os Limites de Quantificação variaram entre 1 a 100 $\mu\text{g kg}^{-1}$, com recuperações entre 70-120% e precisão (RSD) < 20% para todos os medicamentos veterinários em estudo. Estudos comprovaram a eficiência da quitosana como um sorvente para a etapa de limpeza do método.

5 CONSIDERAÇÕES FINAIS

O método desenvolvido mostrou-se adequado para a determinação de medicamentos veterinários em amostras de leite, sendo capaz de monitorá-los em níveis baseados nos Limites Máximos de Resíduo (LMR) propostos pelas agências reguladoras a nível nacional e internacional. O método proposto será aplicado à diferentes tipos de leite UHT (como integral, semi desnatado e desnatado), pasteurizado e leite cru (oriundos de produtores da região).

REFERÊNCIAS

AGUILERA-LUIZ, M. M. et al. Multiclass method for fast determination of veterinary drug residues in baby food by ultra-high-performance liquid chromatography–tandem mass spectrometry. **Food Chemistry**, v. 132, p. 2171-2180, 2012.

ARIAS, J. L. O. et al. Alternative sorbents for the dispersive solid-phase extraction step in quick, easy, cheap, effective, rugged and safe method for extraction of pesticides from rice paddy soils with determination by liquid chromatography tandem mass spectrometry. **Journal of Chromatography A**, v. 1360, p. 66-75, 2014.

PRESTES, O. D. et al. QuEChERS - Um método moderno de preparo de amostra para determinação multirresíduo de pesticidas em alimentos por métodos cromatográficos acoplados à espectrometria de massas. **Química Nova**, v. 32, p. 1620-1634, 2009.