

Monitoramento de microcistinas em amostras de água e florações por cromatografia líquida acoplada à espectrometria de massas

Raphael S. Pereira (IC)*, Fabyana Maria dos Anjos (PG), Felipe Augusto Dörr (PG), Ernani Pinto (PQ)

*raphaelpereira2006@yahoo.com.br

Universidade de São Paulo, Faculdade de Ciências Farmacêuticas, Depto. Análises Clínicas e Toxicológicas, Av. Lineu Prestes, nº580, Bl. 13B.

Palavras Chave: Microcistinas, HPLC, Extração em Fase Sólida.

Introdução

Microcistinas (MC) são metabólitos secundários nocivos produzidos por algumas espécies de cianobactérias, como *Anabaena*, *Anabaenopsis* e *Microcystis*¹. São potencialmente hepatotóxicas para humanos e inibem fosfatases. Esse efeito causa mudanças na integridade da membrana celular, além de promover a formação de tumores².

Devido a incidentes recentes com cianotoxinas, organizações especializadas em saúde têm dado mais atenção para esse problema, como pode ser exemplificado com a determinação pela OMS de um limite de 1µg/L para a presença de MC em água para consumo humano.

A utilização de espectrometria de massas na análise de MC tem como principais vantagens a alta seletividade e os baixos limites de detecção e quantificação.

Já são bem conhecidos parâmetros físico-químicos de algumas MC, como polaridade e afinidade por diferentes solventes³. O objetivo desse trabalho foi desenvolver um método por LC-MS para a determinação de MC em amostras de água bruta e para consumo humano.

Resultados e Discussão

As amostras de água bruta e/ou após tratamento foram submetidas a ultra-som por 5 minutos (120 watts) e centrifugadas por 15 m a 10000rpm a 4°C. Utilizou-se extração em fase sólida (Sep-Pak C18 Waters®) para a concentração dos analitos (previamente condicionada com metanol e água, e posteriormente lavou-se a amostra com metanol 30%). A seguir as MC foram eluídas com metanol 100%.

A metodologia apresentou uma boa recuperação para quatro padrões de MC: 56% para MC-RR, 75% para MC-YR, 68% para MC-LR e 82% para MC-LA. Parâmetros como precisão, exatidão e linearidade ficaram dentro dos limites recomendados pela ANVISA portaria 899.

As concentrações de MC em amostras coletadas no Rio Grande do Norte estão listadas na tabela 1 e um típico cromatograma de uma amostra de água adicionada de padrões pode ser visto na Fig. 1.

Tabela 1. Concentração de MC em florações coletadas em Natal (RN).

Origem	Concentração (µg/g de amostra)
ARG 12/04	156
ARG 08/04	249
ARG 08/04	23,8
RICKMAR 07/05	42,2
ARG 07/04	162
GMG 08/5	535
Pau dos Forros 09/04	56,8
GARG 04/04	5,40
Potiporé 10/04	279
Rio A.R.G. 12/06	1,50*; 0,414*; 1,59*
Barragem A.R.G. 12/06	26,5*; 5,42*; 13,0*

*Concentração (µg/L), respectivamente MC-RR; MC-YR; MC-LR

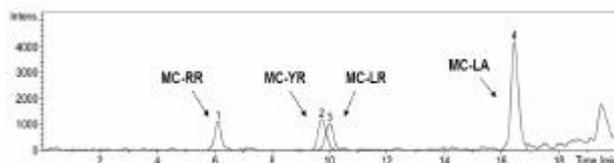


Figura 1 Cromatograma de uma amostra de água adicionada de padrões de microcistinas na concentração de 1 µg/L.

Conclusões

Embora o método usado tenha apresentado boa recuperação das MC, para algumas variantes o procedimento não foi totalmente adequado. No entanto, o método mostrou-se funcional pelo curto período de tempo necessário para preparação e análise das amostras (aproximadamente 3 horas). A rapidez da técnica é muito importante, pois se torna necessária na análise de situações emergenciais de amostras de águas supostamente contaminadas.

Agradecimentos

À FAPESP, CNPq e CAPES pela apoio financeiro.

¹ Svrcak, C. e Smith, D.W.; *J. Environ. Eng. Sci.* **2004**, 3, 155.

² Codd, G. A.; Morrison, L. F. e Metcalf, J. S.; *Toxicology and Applied Pharmacology* **2005**, 203, 264.

Sociedade Brasileira de Química (SBQ)

³Rivasseau, C.; Martins, S. e Hennion, M. C. *Journal of Chromatography A* **1998**, 799, 155.