

Desenvolvimento e validação de metodologia para análise de resíduos de sulfonamidas presentes em ovos

Márcia Nogueira da Silva de la Cruz^{*1} (PG), Luiz Nelson Lopes Ferreira Gomes (PQ), Francisco Radler de Aquino Neto (PQ) *marcianogueira@iq.ufrj.br*

1 - UFRJ - Instituto de Química – LADETEC – Av. Athos da Silveira Ramos, 149 – Centro de Tecnologia – Bl. A sl. 607 – Cidade Universitária, Rio de Janeiro, RJ – CEP 21941-902.

Palavras Chave: Sulfonamidas, CLAE, EFS.

Introdução

Com o aumento da conscientização da melhoria das condições de vida da população mundial, tem aumentado a necessidade de controles da qualidade mais eficientes com tudo que se relaciona com a questão da saúde e bem estar da população.

Especificamente na área de alimentação, muito tem sido feito para garantir que os alimentos tenham apenas efeitos benéficos. A verificação da presença ou ausência de resíduos contaminantes é primordial na certificação da qualidade do alimento destinado ao consumo humano.

A grande preocupação com a presença de resíduos de sulfonamidas provém de alguns estudos que indicam que essas substâncias são carcinogênicas e geralmente aumentam o risco de desenvolver resistência a antibióticos, diminuindo a eficiência de tratamento, além de provocarem casos de alergia em seres humanos, que podem variar desde leves erupções cutâneas até a morte em casos extremos. Por tudo isso, houve a necessidade de implantação de uma metodologia analítica adequada para a análise em rotina no LADETEC, o qual está credenciado ao Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento (MAPA)¹.

Resultados e Discussão

Após a otimização das condições cromatográficas necessárias à completa separação das cinco sulfonamidas abordadas nesse estudo (sendo quatro sulfonamidas alvo do MAPA e uma utilizada como padrão interno), foi iniciado o estudo de estabilidade das soluções das mesmas para verificar a validade das soluções padrão utilizadas e assim, garantir a confiabilidade dos resultados obtidos².

As condições cromatográficas foram: coluna XTerra RP-18 150 x 4,6 mm 5 µm, fase móvel água 0,1% de trietilamina em pH 3 (A) e MeOH (B). Eluição em gradiente, fluxo tempo total de 15 minutos.

Os espectros de UV foram gerados pelo próprio equipamento utilizado – Cromatógrafo Líquido da Agilent Series 1100 com detector por arranjo de diodos – com varredura do espectro de UV-Vis na faixa de 210 à 600 nm.

Tabela 1. Comprimentos de onda máximo das sulfonamidas

30ª Reunião Anual da Sociedade Brasileira de Química

Substância	$\lambda_{\text{máximo}}$ (nm)
Sulfadiazina*	266
Sulfametazina	266
Sulfadimetoxina	270
Sulfaquinoxalina	250
Sulfatiazol	286

* Utilizada como padrão interno

O conhecimento dos comprimentos de onda máximo de cada substância permite a adequada realização dos testes de limite de detecção (LD) e limite de quantificação (LQ).

Os testes preliminares LD e LQ, tiveram como objetivo estabelecer os valores mínimos a partir dos quais as sulfonamidas são detectadas pelo sistema.

Tabela 2. LD e LQ das sulfonamidas

Substância	LD (ng/mL)	LQ (ng/mL)
Sulfadiazina*	3	16
Sulfametazina	2	16
Sulfadimetoxina	5	23
Sulfaquinoxalina	17	55
Sulfatiazol	3	12

* Utilizada como padrão interno

As amostras de ovos foram homogeneizadas e extraídas por fase sólida, após a precipitação das proteínas com acetonitrila, utilizando cartucho “Bond Elut” C18 200 mg – (Varian), previamente condicionado com acetonitrila, seguido de água MilliQ³.

Conclusões

De acordo com a análise dos resultados obtidos, o método estabelecido é adequado para a separação, extração e quantificação das sulfonamidas – Sulfadiazina, Sulfametazina, Sulfadimetoxina, Sulfaquinoxalina e Sulfatiazol – presentes em ovos.

Agradecimentos

Os autores agradecem o apoio financeiro do CNPq, FAPERJ e FUJB.

¹ Portal do Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. www.agricultura.gov.br. Acesso em 15/03/2006.

² Croubels, S.; De Baere, S.; De Backer, P. *Anal. Chim. Acta.* **2003**, 483, 419.

³ Heller, D., N.; Ngoh, M.A.; Donoghue, D.; Podhorniak, L.; Righter, H.; Thomas, M.H. *J. Chromatogr. B.* **2002**, 774, 39.