

## Sulfonamidas em leite bovino: quantificação utilizando CLAE-EM/EM e extração líquido-líquido com partição em baixa temperatura (ELL-PBT)

\*Renata Pereira Lopes<sup>1</sup> (PG), Daniella Vasconcellos Augusti<sup>2</sup> (PQ), Leonardo Francisco de Souza<sup>2</sup> (PQ), Flávio Alves Santos<sup>2</sup> (PQ), Josefa Abucater Lima<sup>2</sup> (PQ), Rodinei Augusti<sup>1</sup> (PQ)

1- Departamento de Química – Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, 31270-901, MG.

2 - Laboratório Nacional Agropecuário (LANAGRO), Pedro Leopoldo, 33600-000, MG.

Palavras Chave: Sulfonamidas, Espectrometria de Massas, ELL-PBT

### Introdução

Atualmente, o Brasil vem ocupando posição de destaque na produção agropecuária e na exportação de produtos de origem animal. Entretanto, fraudes de adulteração do leite, contribuem de forma negativa para a imagem do Brasil. Desta forma, o mercado internacional torna-se cada vez mais restritivo e exigente quanto à comprovação da qualidade e segurança alimentar dos produtos exportados. A presença de resíduos de medicamentos veterinários em leite bovino em concentrações acima dos limites máximos de resíduos (LMRs) podem causar efeitos adversos ao homem, como por exemplo, problemas auditivos (estreptomicina), reações alérgicas, choque anafilático em indivíduos sensíveis, resistência bacteriana, dentre outros. Desta forma, o monitoramento de tais resíduos é muito importante e visa, principalmente, a proteção do consumidor. Diante do exposto, este trabalho tem por objetivo desenvolver e validar um método para determinação simultânea e quantitativa das seguintes sulfonamidas em leite bovino: sulfadiazina, sulfatiazol, sulfametazina, sulfadimetoxina, sulfaclopiridazina, sulfadoxina, sulfaguanidina, sulfamerazina, sulfametizol, sulfametoxipiridazina, sulfanilamida, sulfapiridina, sulfaquinoxalina e sulfixozazole. Para tanto será utilizado um novo método de extração denominado ELL-PBT (extração líquido-líquido com partição em baixa temperatura) e, para quantificação, a técnica de cromatografia líquida de alta eficiência acoplada a espectrometria de massas seqüencial (CLAE-EM/EM). Pretende-se que todas as sulfonamidas acima sejam determinadas a partir de uma única corrida cromatográfica e que o método, após sua validação, seja incluído na rotina do Laboratório Nacional Agropecuário (LANAGRO-MG).

### Resultados e Discussão

Experimentos iniciais consistiram no estabelecimento das melhores condições cromatográficas (fase móvel, principalmente) e espectrométricas (definição das transições de fragmentação dos íons precursores) que proporcionaram o melhor sinal analítico (pico

cromatográfico) para todas as sulfonamidas (acima discriminadas), as quais foram detectadas em apenas uma corrida cromatográfica. Amostras de leite bovino (branco), uma matriz extremamente complexa, foram dopadas com as sulfonamidas e, a seguir, procedeu-se o procedimento de extração ELL-PBT. A técnica consiste na adição de acetonitrila à amostra numa proporção de 2:1 (v/v). Forma-se uma fase líquida única composta por água e acetonitrila. Resfria-se a mistura a -20 °C e o material sólido é precipitado e aprisionado na fase aquosa congelada. A acetonitrila, de temperatura de congelamento igual a -46 °C, permanece líquida e pode ser facilmente separada. Resultados obtidos mostraram que as sulfonamidas foram extraídas com ótimos índices de recuperação e as curvas analíticas apresentaram excelentes linearidades. Os cromatogramas apresentaram picos bem definidos para todas as sulfonamidas indicando que a técnica ELL-PBT possibilitou a obtenção de extratos limpos, dispensando qualquer procedimento posterior de "clean up". As próximas etapas do trabalho consistem na validação completa do método e sua aplicação na análise de amostras de leite bovino encontradas nos estabelecimentos comerciais.

### Conclusões

Os resultados preliminares mostraram que a técnica ELL-PBT pode ser utilizada satisfatoriamente no processo de extração dispensando as etapas de "clean up" das amostras de leite e que a técnica de CLAE-EM/EM apresentou alta sensibilidade e seletividade, possibilitando a análise das 14 sulfonamidas de modo rápido e confiável.

### Agradecimentos

Ao CNPq e LANAGRO-MG

<sup>1</sup> Official Journal of the European Union, Decisão da comissão de 12 de Agosto de 2002 que dá execução ao disposto na Directiva 96/23/CE do Conselho relativamente ao desempenho de métodos analíticos e à interpretação de resultados. 2000.

<sup>2</sup> Goulart, S. M.; *Dissertação de Mestrado*, Universidade Federal de Viçosa, Brasil, 2003.