

## Validação de um método de *screening* para análise multirresíduo de medicamentos veterinários em músculo suíno por CLAE-EM/EM

Renata P. Lopes<sup>1\*</sup> (PG), Daniella A. Vasconcelos<sup>2</sup> (PQ), Andrea G. M. Oliveira<sup>2</sup> (PQ), Eugênia A. Vargas<sup>2</sup> (PQ), Rodinei Augusti<sup>1</sup> (PQ).

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

2 - Laboratório Nacional Agropecuário (LANAGRO), Pedro Leopoldo/MG, Brazil.

daniella.lanagro@yahoo.com.br

Palavras Chave: resíduos de medicamentos veterinários, extração líquido-líquido com partição a baixa temperatura, método de *screening*.

### Introdução

O uso extensivo de medicamentos veterinários normalmente gera resíduos nos produtos derivados, podendo provocar efeitos tóxicos, como reações alérgicas e choque anafilático, em consumidores. O Brasil, através do Plano Nacional de Controle de Resíduos e Contaminantes (PNCRC), tem promovido um monitoramento constante visando evitar violações dos limites máximos (LMRs) destas substâncias. Em virtude da grande demanda para análises de produtos de origem animal, faz-se necessário o desenvolvimento de procedimentos de extração e análise rápidos, confiáveis e seletivos. Neste contexto, o método de extração líquido-líquido com partição em baixa temperatura (ELL-PBT) e a Cromatografia Líquida de Alta Eficiência acoplada à Espectrometria de Massas Sequencial (CLAE-EM/EM) são escolhas adequadas. Sendo assim, neste trabalho aplicou-se as técnicas ELL-PBT e CLAE-EM/EM no desenvolvimento de um método de *screening* para a análise das seguintes drogas em músculo suíno: sulfacetamida, sulfacloropiridazina, sulfadiazina, sulfatiazol, sulfametazina, sulfadimetoxina, sulfadoxina, sulfaguanidina, sulfamerazina, sulfametizol, sulfametoxazol, sulfametoxipiridazina, sulfanilamida, sulfaquinoxalina, sulfisoxazol, sulfafenazol, oxacilina, penicilina G, penicilina V, cloxacilina, cefazolina, nafcilina, flumequina, marbofloxacina, enrofloxacina, tiabendazol, fenbendazol, oxfendazol, tetraciclina, oxitetraciclina, clortetraciclina, tilosina, tilmicosina, e lincomicina.

### Resultados e Discussão

Inicialmente, estabeleceu-se as melhores condições cromatográficas (CLAE) e espectrométricas (EM/EM, ou seja, a determinação das transições *m/z* de quantificação e confirmação para cada analito) para as análises. A extração ELL-PBT consistiu na adição de acetonitrila à amostra de músculo suíno numa proporção de 2:1 (V/m). Depois de homogeneização da amostra em *ultraturrax*, formou-se uma fase líquida única (água + acetonitrila). A mistura foi resfriada utilizando nitrogênio líquido por 10 segundos. O material sólido foi então precipitado, permanecendo junto à

fase aquosa congelada. A acetonitrila, contendo os analitos, permaneceu líquida e pôde ser facilmente separada. Após evaporação da acetonitrila, o extrato foi retomado, filtrado e, finalmente, submetido à análise por CLAE-EM/EM. Para a validação do método, 20 amostras de músculo suíno foram dopadas com os analitos na concentração de  $0,5 \times \text{LMR}$ , as quais foram posteriormente submetidas à extração ELL-PBT. Este procedimento foi executado em três diferentes dias. Além disso, as 20 amostras brancas também foram analisadas. Com base nestes dados, os parâmetros  $T_{\text{valor}}$  (valor limite a partir do qual a amostra é suspeita de ser positiva) e  $F_m$  (fator de corte, valor a partir do qual a amostra é verdadeiramente positiva) foram calculados para cada analito, sendo que  $T_{\text{valor}} = B + 1.64 \times S_B$  ( $B$  é a área média dos picos cromatográficos e  $S_B$  o respectivo desvio padrão para as 20 amostras brancas) e  $F_m = D - 1.64 \times S_D$  ( $D$  é o valor médio das áreas dos picos cromatográficos obtido para cada analito a partir das amostras dopadas a  $0,5 \times \text{LMR}$  e  $S_D$  é o respectivo desvio padrão). Os resultados obtidos mostraram que, para todos os analitos,  $F_m > T_{\text{valor}}$ . Nestas condições, a capacidade de decisão (CC $\beta$ ) é menor que os respectivos LMRs e, conseqüentemente, o método poderá ser usado para *screening*.<sup>2</sup> O método apresentou elevada especificidade (as análises dos brancos não revelaram a presença de interferentes) e seletividade (análises de amostras dopadas à  $1,0 \times \text{LMR}$  mostraram que o método foi capaz de detectar a presença dos analitos em 100% dos casos). Tais resultados garantem a obtenção de taxas insignificantes de resultados falso-positivos e falso-negativos, respectivamente.

### Conclusões

Os resultados demonstraram que o método pode ser aplicado para o *screening* das 31 drogas veterinárias em amostras de músculo suíno.

### Agradecimentos

Ao CNPq, LANAGRO-MG e FAPEMIG.

<sup>1</sup> Goulart, S. M.; Queiroz, M. E. L. R.; Neves, A. A.; Queiroz, J. H.; Talanta; 75: 1320-1323; 2008.

<sup>2</sup> Gaugain-Juel, M. et al; Food Addit Contam V. 26; N 11; 1459-1471, 2009.