

DETERMINAÇÃO DE ANTIMICROBIANOS EM LEITE PERTENCENTES A DIFERENTES CLASSES POR CROMATOGRAFIA LÍQUIDA ACOPLADA À ESPECTROMETRIA DE MASSAS POR TEMPO DE VÔO

Jank L.¹; Martins M.T.^{1,2}; Arsand J.B.^{1,3}; Barreto F.^{1,2}; Hoff R.B.³; Pizzolato T.M.³

¹Laboratório Nacional Agropecuário – LANAGRO/RS, Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento; ² Programa de Pós-Graduação em Ciências Farmacêuticas, Universidade Federal do Rio Grande do Sul; ³Programa de Pós-Graduação em Química, Universidade Federal do Rio Grande do Sul.

Introdução: O Brasil apresenta um plano de controle de resíduos de medicamentos veterinários em produtos de origem animal para avaliar uma possível contaminação, o PNCRC. Para cada contaminante, existe um limite máximo de resíduo (LMR) estabelecido. Entre os fármacos monitorados pelo PNCRC, estão os antibióticos. A utilização de altas doses, o desrespeito aos períodos de carência ou o uso indiscriminado desses fármacos pode induzir a presença de resíduos em alimentos de origem animal. O leite é uma das matrizes onde existe probabilidade de serem encontrados resíduos de antibióticos, pois podem ser administrados por via injetável ou por infusão intramamária. Um método multirresíduo pode ser de extrema utilidade quando se necessita avaliar uma gama variada de compostos que possam estar presentes nesses alimentos em um curto espaço de tempo.

Objetivo: Desenvolver um método multirresíduos em leite para diferentes grupos de antimicrobianos, totalizando 42 analitos de diferentes classes (β -lactâmicos, tetraciclina, aminoglicosídeos, macrolídeos, lincosamidas, fluorquinolonas e trimetoprima), utilizando a cromatografia líquida acoplada à espectrometria de massas por tempo de voo (LC-qTOF-MS), de acordo com a diretiva 657/CE/2002.

Materiais e Métodos: A extração é baseada num método simples e rápido, utilizando extração líquido-líquido, seguida de *clean up* e concentração, seguida de análise por LC-qTOF-MS. O método foi validado de acordo com a diretiva 657/CE/2002 para análise qualitativa. Os parâmetros avaliados foram: capacidade de detecção (CC β), seletividade, especificidade, robustez e aplicabilidade. Os valores de capacidade de detecção foram determinados experimentalmente considerando o menor valor detectado com um erro β (<5%). A seletividade e especificidade foram determinadas em amostras brancas de diferentes procedências (n=20). A robustez e aplicabilidade foram avaliadas em amostras reais recebidas pelo laboratório por meio de inspeção fiscal, variando lotes de reagentes e coluna cromatográfica e analista.

Resultados e Discussão: O valor de CC β determinado foi 25% do LMR de cada analito, considerando que os mesmos possuem diferentes valores para esse limite, que variam entre 10 e 200 ng mL⁻¹. A análise das amostras brancas demonstrou que não há interferência dos componentes da matriz na janela de massa dos analitos. A variação dos fatores considerados para a robustez não demonstraram alteração significativa nos resultados. A aplicabilidade do método está constantemente sendo avaliada nas análises de rotina do laboratório.

Conclusão: O método de extração proposto e a separação cromatográfica foram satisfatórios para os 42 compostos analisados, sendo considerado simples, rápido e de baixo custo, atendendo a demanda proposta pelo laboratório.

Agradecimentos: ao LANAGRO-RS e CNPq.