



Determinação de resíduos de verde de malaquita e verde de leucomalaquita em carne de tilápia por LC-ESI-MS/MS com extração QuEChERS



Juliana C. Hashimoto; Jonas A.R. Paschoal; Sônia C.N. Queiroz; Vera L. Ferracini; Márcia R. Assalin; Felix G.R. Reyes (reyesfgr@fea.unicamp.br)

INTRODUÇÃO

Verde de malaquita (MG) é um corante tóxico, que após ser absorvido é metabolicamente reduzido a verde de leucomalaquita (LMG), o qual é o principal composto acumulado nos tecidos adiposos. Resíduos de MG e LMG em alimentos representam riscos à saúde humana e constituem barreira à exportação de produtos da aquicultura.

EQUIPAMENTOS

Cromatógrafo a líquido Varian Pro Star (Varian, EUA) acoplado a uma fonte de ionização electrospray (ESI), seguida por um espectrômetro de massas triplo quadrupolo, modelo 1200L (Varian, USA). A aquisição de dados foi realizada mediante o programa computacional Varian MS Workstation versão 6.

CONDIÇÕES LC-MS/MS

HPLC:

Coluna analítica C₁₈ Xterra® MS (150 x 2,1 mm, 5 µm)
Coluna de guarda C₁₈ Xterra® MS (10 x 2,1 mm, 5 µm)
Fase móvel: mistura de ACN e solução tampão acetato de amônio 10 mmol L⁻¹ (pH 4,0), na proporção 70:30, v/v
Vazão: 0,2 mL min⁻¹.

ESI:

Temperatura da fonte: 50°C;
Voltagem do capilar: -95 kV (MG), -130 kV (BG) e -96 kV (LMG);
Gás de dessolvatação (N₂): 25 psi a 250°C.

Composto	Íon precursor (m/z)	Íon fragmento (m/z)	Energia de colisão (V)
MG	329	314 ^a	-29,5
	329	165 ^b	-40,0
BG	385	341 ^a	-32,0
	385	297 ^b	-40,5
LMG	331	239 ^a	-24,0
	331	315 ^b	-24,0

^a transição utilizada para a quantificação.

^b transição utilizada para a confirmação da identidade.

1 Íon Precursor = 1 IP

2 Íons Fragmentos = 2 * 1,5 IP



AMOSTRAS

20 amostras:

* 15 amostras de filé congelado

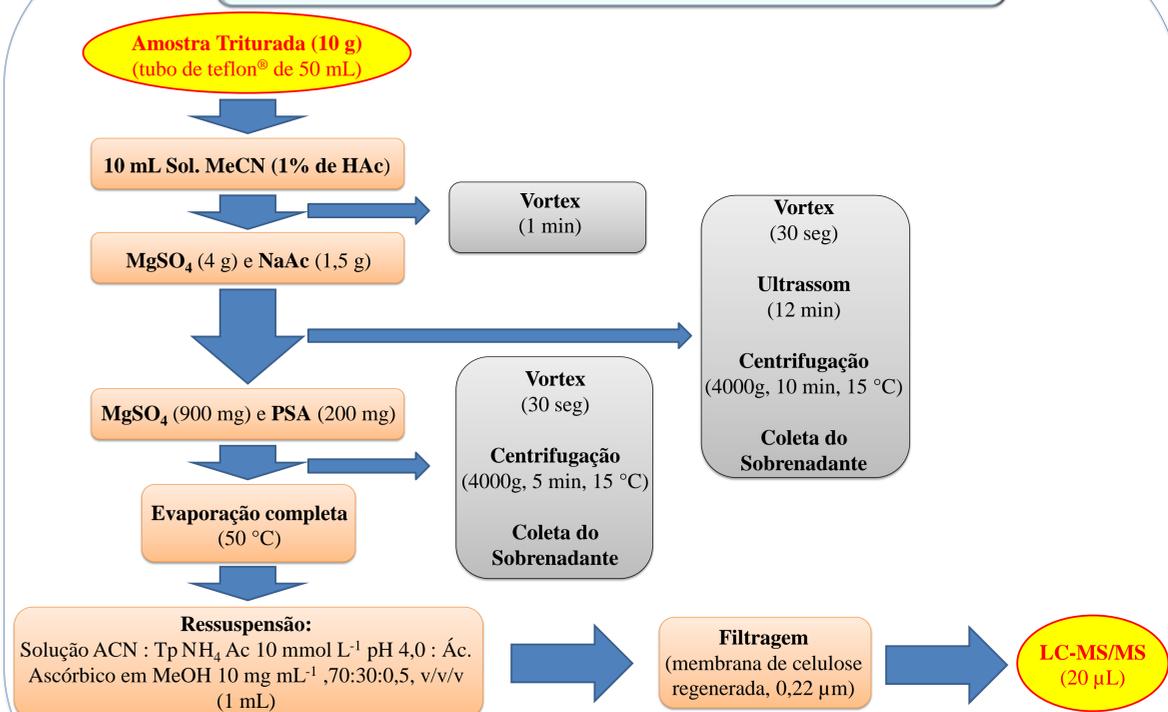
* 5 amostras de pescado fresco

- SP - 14
- SC - 2
- PE - 3
- PR - 1

OBJETIVOS

Desenvolver e validar um método analítico com procedimento de preparo de amostra simplificado (QuEChERS) utilizando LC-MS/MS para a determinação de resíduos de MG e LMG em carne de peixes, que atenda os limites de resíduos estabelecidos pelas agências regulatórias para a presença dessas substâncias (2 ng g⁻¹). O método validado foi aplicado na análise de amostras de tilápias disponíveis ao consumidor na região de Campinas-SP.

PREPARO DE AMOSTRA



RESULTADOS E CONCLUSÕES

Parâmetro de validação	Analito		
	MG	LMG	
Faixa linear (ng g ⁻¹)	0-4	0-4	
Linearidade (r)	0.995	0.995	
Sensibilidade (ua g ng ⁻¹)	0.0946	0.0999	
Precisão	Intra-Dia (CV %)		
	2 ng g ⁻¹ (n=3)	11.2	1.2
	3 ng g ⁻¹ (n=3)	5.5	7.2
	4 ng g ⁻¹ (n=3)	4.3	4.8
	Inter-Dia (CV %)		
	2 ng g ⁻¹ (n=3)	12.6	7.6
3 ng g ⁻¹ (n=3)	9.8	6.5	
4 ng g ⁻¹ (n=3)	5.8	5.9	
CCα (ng g ⁻¹) (n=3)	0.38	0.25	
CCβ (ng g ⁻¹) (n=3)	0.55	0.39	
Efeito Matriz (%)	6.0	13.0	
Exatidão (% Recuperação)	96.2-107.1	95.5-106.2	

20 amostras analisadas

concentrações < CCα

CONCLUSÕES

- Método adequado para determinação de MG e LMG nos níveis requeridos (LMDR = 2 ng g⁻¹)
- As amostras de tilápia analisadas não apresentaram resíduos de MG ou LMG em níveis detectáveis

AGRADECIMENTOS

