

Efeito do tempo de eluição da fase sólida sobre a intensidade do sinal das lactonas macrocíclicas extraídas em plasma bovino

Gabriela Berdet da Silva Ayres¹; Fabiano Lopes Solari⁴; Jorge Taquita⁵; Clarice de Souza Tavares de Almeida²; Claudia Gulias Gomes³; Sérgio de Oliveira Juchem³; Carlos Bloch Júnior⁵.

A quantidade máxima tolerável de lactonas macrocíclicas (LM) na carne para consumo humano é de 10 $\mu\text{g}/\text{kg}$ de tecido muscular segundo a instrução normativa nº 11 (MAPA/SDA/PNCRB, 2014). A quantificação destes medicamentos presentes em concentrações muito baixas é um grande desafio para o desenvolvimento de métodos analíticos precisos e acurados. Em função da complexidade da matriz carne, o desenvolvimento do método foi iniciado com a matriz plasma. Neste estudo foi utilizado um conjunto de cromatografia composto por um equipamento que combina a separação em cromatografia líquida acoplada à separação em fase sólida (Symbiosis Pharma, Spark,) e um espectrômetro de massas triploquadropolo (MSMS) como detector. Uma amostra de plasma bovino (100 μL) foi fortificada com 20 μg de cada uma das 6 LM dissolvidas em acetonitrila (ACN) e posteriormente reconstituída em 1 ml de ACN resultando em uma solução de 20 ppb. Dez μl foram injetados no sistema cromatográfico. O cartucho com a fase sólida C8 foi exposto a diferentes tempos de eluição em um gradiente de eluição iniciando em 20:80 ACN:H₂O até 95:5 ACN:H₂O. O aumento no tempo de eluição, de 30 seg até 450 seg, resultou em aumento crescente na intensidade do sinal para os íons monitorados. Porém, para tempos de eluição superiores a 450 seg, a intensidade do sinal decresceu, possivelmente em função da extração de outros compostos com efeitos supressores na ionização das LM. O tempo de 420 seg resultou na melhor otimização de sinais para todas LM avaliadas, característica fundamental para um método multiresíduo.

Palavras-chave: espectrometria de massas; tandem; doramectina; abamectina; UHPLC-MS/MS.

¹ Acadêmica do Curso de Engenharia Química, UNIPAMPA, Bolsista Embrapa. gabrielaberdet@hotmail.com

² Acadêmica do Curso de Engenharia Química, UNIPAMPA, Bolsista FAPERGS. claristalmeida@hotmail.com

³ Pesquisador da Embrapa Pecuária Sul, Bagé, RS. claudia.gulias@embrapa.br; sergio.juchem@embrapa.br

⁴ Técnico da Embrapa Pecuária Sul, Bagé, RS. fabiano.solari@embrapa.br

⁵ Analista da Embrapa Recursos Genéticos e Biotecnologia, Brasília, DF. jorge.taquita@embrapa.br,

⁶ Pesquisador da Embrapa Recursos Genéticos e Biotecnologia, Brasília, DF carlos.bloch@embrapa.br,