

13ª Mostra da Produção Universitária

Rio Grande/RS, Brasil, 14 a 17 de outubro de 2014.

SUPORTES SÓLIDOS ALTERNATIVOS PARA EXTRAÇÃO DE FÁRMACOS EM DIFERENTES ESPÉCIES DE PEIXES USANDO MSPD E LC-MS/MS.

**HERTZOG, Gabriel Ianzer; ROMBALDI, Caroline; SOARES, Karina Lotz;
CALDAS, Sergiane Souza
PRIMEL, Ednei Gilberto
hertzoggabriel@gmail.com**

**Evento: Encontro de Pós-Graduação
Área do conhecimento: Química Analítica**

Palavras-chave: Peixe, Fármacos, MSPD.

1 INTRODUÇÃO

A contaminação dos meios hídricos gera preocupação frente ao impacto ambiental destes compostos no meio. Devido a processos físico-químicos os contaminantes presentes no meio podem se aderir a diferentes componentes do meio, atingindo o solo, o sedimento e os organismos que neles vivem. Os peixes são espécies importantes no meio visto que podem bioacumular e biomagnificar compostos presentes no meio, desta forma os peixes podem fornecer dados da contaminação do meio, assim podendo ser utilizados como biomarcadores da qualidade da água. Cabe salientar também, que os contaminantes podem gerar efeitos tóxicos aos peixes e devido ao processo de biomagnificação podem transportar esses contaminantes presentes no meio ao homem via alimentação (DÓREA, 2008). Considerando estes, diferentes métodos de preparo de amostras são utilizados para quantificação de contaminantes no meio ambiente. Desenvolver e propor melhorias a métodos já existentes são necessários e têm demonstrado importância na evolução da química analítica e ambiental. Neste contexto métodos de preparo de amostras como a Dispersão da matriz em fase sólida (do inglês, *matrix solid phase dispersion*, MSPD), desenvolvidos com a finalidade de extrair-se compostos orgânicos de matrizes alimentícias (BARKER *et al.*, 1989) encaixam-se na necessidade supracitada. Para determinação de compostos orgânicos as técnicas cromatográficas têm maior relevância, com destaque para Cromatografia Líquida com Ionização por Eletrospray Acoplada a Espectrometria de Massas Sequencial (LC-ESI-MS/MS), desta forma o objetivo deste trabalho foi estudar a extração de fármacos de diferentes classes terapêuticas em amostras de cinco espécies de peixes empregando MSPD com determinação por LC-ESI-MS/MS.

2 MATERIAIS E MÉTODOS (ou PROCEDIMENTO METODOLÓGICO)

Na etapa de preparo de amostra, 0,5g de filé de tainha foram maceradas em almofariz com 0,5g de NaSO₄ e 0,5g de terra diatomácea durante 5min. Os macerados foram transferidos para tubos de fundo cônico de 15mL. A estes foi adicionado 5mL de metanol, submetidos a agitação em vortex por 1min e centrifugados por 10min a 5000rpm. Diferentes suportes sólidos foram testados como alternativas a MSPD, sendo estes C18, florisil e terra diatomácea e também suportes sólidos alternativos como quitina, quitosana e casca de mexilhão dourado.

A separação, identificação e quantificação se deram por LC-ESI-MS/MS,

13ª Mostra da Produção Universitária

Rio Grande/RS, Brasil, 14 a 17 de outubro de 2014.

usando coluna Kinetex C18 (3.0 mm × 50 mm i.d., 2.6 µm) da Phenomenex usando como fase móvel acetonitrila e água acidificados com 0,1% de ácido acético, o tempo de análise foi de 16 minutos.

3 RESULTADOS e DISCUSSÃO

O método foi validado pela curva analítica, linearidade, LOQ, exatidão, precisão e efeito de matriz. A linearidade foi determinada através das curvas analíticas que foram desenhadas pela extração dos analitos em amostras fortificadas em cinco níveis de concentração, sendo o menor nível o LOQ. A exatidão do método foi avaliada em termos de recuperação e precisão em termo de desvio padrão relativo (RSD). Os valores de recuperação atingidos para maioria dos analitos ficou entre 70-120% com RSD<20% (SANCO, 2013). O efeito de matriz foi avaliado pela diferença na inclinação das curvas analíticas do extrato da amostra real fortificada, desconsiderando os valores da curva no extrato da amostra não fortificada e curva dos padrões no solvente.

4 CONSIDERAÇÕES FINAIS

A MSPD demonstrou-se uma técnica que atende os parâmetros analíticos, uma técnica simples e eficiente para extração de quinze fármacos de amostras de peixes com determinação por LC-MS/MS.

REFERÊNCIAS

DÓREA, J. G. Persistent, bioaccumulative and toxic substances in fish: Human health considerations. *Science of the Total Environment*, v. 400, n. 1-3, p. 93-114, 2008.

BARKER, S. A.; LONG, A. R.; SHORT, C. R. Isolation of drug residue from tissues by solid phase dispersion. *Journal of Chromatography A*, v. 475, n. 2, p. 353-361, 1989.

SANCO. Guidance document on analytical quality control and validation procedures for pesticide residues analysis in food and feed., Document nº SANCO/12571, 2013.