

DESENVOLVIMENTO E VALIDAÇÃO DE METODOLOGIA QUECHERS PARA A DETERMINAÇÃO DE TETRACICLINAS EM FRANGOS VIA HPLC-UV-DAD

*João Victor Morais Gurgel¹, Carlos Eduardo Domingues Nazário²

¹Instituto de Química, Universidade Federal de Mato Grosso do Sul (UFMS), Campo Grande, Brasil; ²Instituto de Química, Universidade Federal de Mato Grosso do Sul (UFMS), Campo Grande,

Fica evidente que o desenvolvimento da produção avícola no Brasil, particularmente no setor de frango de corte, tornou o país um importante produtor e exportador de carne de frango. Principalmente por ser o terceiro maior exportador dessa matriz pelo mundo. Sendo assim, dentre as substâncias que podem estar presentes no cultivo frango estão os antimicrobianos, utilizados tanto para o tratamento de doenças infecciosas, quanto na forma de suplementos alimentares, agindo como promotores de crescimento. No Brasil, as estatísticas a respeito da quantidade de antimicrobianos comercializadas para este fim, são poucas, assim como os trabalhos dedicados a investigar a ocorrência e o impacto ambiental desses compostos no meio ambiente. Dessa maneira, este trabalho teve como objetivo colaborar para o diagnóstico da contaminação de recursos ambientais por fármacos, por meio da otimização e validação do método de extração *QuEChERS* (do inglês *Quick, Easy, Cheap, Effective, Rugged, Safe*). Tal método representou um enorme avanço em relação ao preparo e extração da amostra, permitindo analisar uma maior diversidade e quantidade de resíduos, sendo esse analisado por Cromatografia Líquida de Alta Eficiência acoplada a um detector ultravioleta acoplado arranjo de diodos (DAD) para a quantificação de tetraciclina, oxitetraciclina e clortetraciclina em peito de frango. Na otimização foi aplicado um planejamento fatorial fracionado 2^{7-3} para adequar o protocolo de extração quanto as variáveis quantidade de sulfato de sódio (NaSO_4), Cloreto de sódio (NaCl), C18, PSA, Tempo no Vortex, Rotação da centrífuga e amostragem. Nos ensaios, amostras da matriz foram fortificadas com solução padrão de tetraciclina, oxitetraciclina e clortetraciclina e posteriormente submetidas aos procedimentos de extração. Em seguida o método foi otimizado realizando um outro estudo estatístico dessa vez por matriz de Dohelert, com intuito de definir as melhores variáveis para a extração. A análise de variância (ANOVA) e o estudo da falta de ajuste foram usados para avaliar a significância dos dados ao nível de 95% de confiança. Os parâmetros de desempenho analisados para a validação foram efeito matriz, linearidade, seletividade, precisão, exatidão, limite de detecção e quantificação. O planejamento fatorial fracionado 2^{7-3} e o estudo via matriz de Dohelert fornecem dentro dos níveis estudados, a melhor opção nos valores de recuperação ao nível de significância de 95%, uma vez que, o modelo quadrático ajustado use satisfatoriamente aos dados, sugerindo que a melhor condição para a recuperação de tetraciclina, oxitetraciclina e clortetraciclina em peito de frango, sendo essas variáveis: $\text{NaSO}_4= 1,00\text{g}$, $\text{NaCl} = 0,70\text{g}$, amostragem= 0,5g, tempo de vortex: 1,0Min, rotação da centrífuga= 4000RPM, PSA= 100mg. O método apresentou linearidade, seletividade e exatidão adequada, com recuperações médias de 99,1% para a tetraciclina, 88,7% para oxitetraciclina e 84,3% para a clortetraciclina. O valor obtido de limite de detecção é de 0,02mg/L para tetraciclina e oxitetraciclina e de 0,1mg/L para a clortetraciclina, além disso, o limite de quantificação para as três tetraciclinas foi de 0,1 mg/L. A validação realizada permitiu considerar que o método *QuEChERS* é satisfatório e apresenta as características de desempenho necessárias, sendo adequado para a pesquisa de resíduos de tetraciclinas em peito de frango.

Palavras-Chave: Antimicrobianos; Extração; Cromatografia; Dohelert; Otimização.