



DESENVOLVIMENTO E VALIDAÇÃO DE MÉTODO PARA DETERMINAÇÃO DE RESÍDUOS DE ANTIMICROBIANOS EM LEITE

Yuri Limeira **Freire**¹; Graziela Cristina Rossi Moura **Andrade**²; Beatriz de Souza Diaz **Delmondes**³; Sabrina Aya **Montonaga**⁴; Sergio Henrique **Monteiro**⁵

Nº 24841

RESUMO - Sendo uma ótima fonte nutricional o leite, constituído principalmente de água, proteínas, lipídios e vitaminas é por sua vez um alimento que a muito tempo participa da nossa dieta tornando-se assim essencial para nós principalmente para recém-nascidos e crianças. Para tratamento quanto para a profilaxia de patologias dos rebanhos de vacas leiteiras, ou até mesmo para suplemento alimentar, os produtores utilizam antimicrobianos. O uso dessas drogas veterinárias pode resultar em resíduos no leite, problema agravado pelo uso de maneira indiscriminada sem respeitar as doses indicadas e o período de eliminação deles. O objetivo do trabalho foi desenvolver e validar um método, rápido, simples, e sensível para determinação de antimicrobianos utilizando cromatografia líquida acoplada a um espectômetro de massa e aplicá-lo a amostras coletadas de produtores de leite do estado de São Paulo. O método desenvolvido utilizou apenas 0,5 g de leite que foi misturado a acetonitrila com 0,1% de ácido fórmico, diretamente a um cartucho Captiva ND Lipids ® onde foi agitado e filtrado para dentro de um vial, estando pronto para a análise cromatográfica. O método foi então validado se mostrando apto para ser utilizado para a determinação de 39 diferentes antimicrobianos. Foram feitas análises em 33 amostras de leite cru onde uma delas foi confirmado a presença de oxitetraciclina, abaixo dos limites estabelecidos pela ANVISA que é de 100 ug/kg. O método, portanto, pode ser incorporado a rotina do laboratório, trazendo todos os benefícios da química verde devido principalmente a sua mínima utilização de insumos químicos.

Palavras-chaves: Antibiótico, Cromatografia em fase líquida, Espectrometria de massa, Química verde, Miniaturização

1 Autor, Bolsista CNPq (PIBIC): Graduação em Licenciatura em Química, IFSP, São Paulo-SP; yurilimeir@gmail.com

2 Colaborador, Bolsista Pós-doutorado FUNDAG: Instituto Biológico / Centro de P & D em Proteção Ambiental, São Paulo-SP;

3 Colaborador, Bolsista Treinamento Técnico 2 FAPESP: Graduação em Química, Mackenzie, São Paulo-SP

4 Colaborador, Bolsista CNPq (PIBIC): Graduação em Licenciatura em Química, Mackenzie, São Paulo-SP

5 Orientador: Pesquisador do Instituto Biológico / Centro de P & D em Proteção Ambiental, São Paulo-SP; sergio.monteiro@sp.gov.br.



ABSTRACT – Milk, being an excellent nutritional source composed primarily of water, proteins, lipids, and vitamins, has long been a part of our diet, making it essential for us, especially for newborns and children. For the treatment and prophylaxis of diseases in dairy cattle herds, as well as for nutritional supplementation, producers use antimicrobials. The use of these veterinary drugs can result in residues in milk, a problem exacerbated by indiscriminate use without adhering to the recommended doses and elimination periods. The aim of this work was to develop and validate a rapid, simple, and sensitive method for determining antimicrobials using liquid chromatography coupled with a mass spectrometer and to apply it to samples collected from milk producers in the state of São Paulo. The developed method used only 0.5 g of milk, which was mixed with acetonitrile containing 0.1% formic acid, directly in a Captiva ND Lipids® cartridge where it was agitated and filtered into a vial, ready for chromatographic analysis. The method was then validated, proving suitable for determining 39 different antimicrobials. Analysis of 33 raw milk samples revealed one sample containing oxytetracycline, below the limits established by ANVISA, which is 100 µg/kg. Therefore, the method can be incorporated into routine laboratory procedures, providing all the benefits of green chemistry due to its minimal use of chemical inputs.

Keywords: Antibiotics, Liquid Chromatography, Mass spectrometry, Green Chemistry, Miniaturization