

Resumo do Trabalho em português:



AVALIAÇÃO DE PARÂMETROS DA MICROEXTRAÇÃO POR SORVENTE EMPACOTADO PARA ANÁLISE DE ANTIBIÓTICOS EM AMOSTRAS AMBIENTAIS COMPLEXAS

Assirati, J.; Ortega, S. N.; Medina, D. A. V.; Santos Neto, A. J.

Universidade de São Paulo

juliaassirati@iqsc.usp.br

Objetivos

O objetivo do trabalho foi avaliar os parâmetros de extração da técnica miniaturizada de microextração por sorvente empacotado (MEPS), utilizando como fase extratora um polímero de impressão molecular modificado para meio de acesso restrito (RAMIP), a fim de reduzir o efeito de matriz na análise de sulfonamidas e fluoroquinolonas, e garantir boa recuperação e eficiência na extração.

Métodos e Procedimentos

Inicialmente, realizou-se um teste de eluição contínua, no qual, após a etapa de amostragem, as etapas de eluição foram realizadas com proporções crescentes de solvente orgânico em relação à solução tampão. Em seguida, para avaliar a recuperação e eficiência do processo, foram realizadas triplicatas de extrações, comparando-se extrações de amostras fortificadas antes da extração com extrações nas quais fortificou-se os extratos com os analitos de interesse^[1]. Também se avaliou possíveis perdas durante a lavagem e amostragem, e a influência do pH da solução eluente. Os testes foram realizados utilizando-se um aparelho para extração automatizada (Projeto FAPESP n. 2014/03765-0), seringas contendo dispositivo (Pedido de patente BR10 2013025451-7) preenchido com a fase extratora RAMMIP e um HPLC série Prominence 20AD da Shimadzu, com detecção por ultravioleta (UV).

Resultados

A partir do teste de eluição contínua, verificou-se que a etapa de lavagem deve ser realizada com volume e número de ciclos reduzidos para evitar perdas dos analitos. Além disso, verificou-se que a etapa de eluição deve ser realizada com 100% de acetonitrila para que se tenha máxima dessorção dos analitos. Os testes mostraram que as etapas de amostragem e lavagem não apresentavam perdas relevantes dos analitos, porém havia baixa recuperação e eficiência, pois o solvente de eluição não foi capaz de promover a total dessorção dos analitos. Alterações na acidez da solução eluente foram testadas, mas não apresentaram diferença significativa na recuperação. Sabe-se, porém, que a eluição em solução básica pode vir a ser mais eficiente, uma vez que os analitos estão ionizados nessas condições.

Conclusões

Os testes mostraram que não há significativas perdas durante as etapas de amostragem e lavagem. A solução eluente acidificada não elui eficientemente os analitos da fase sólida. Assim, em etapas futuras serão realizados testes de eluição com solvente orgânico alcalinizado, no qual se acredita que possa ocorrer melhor dessorção dos analitos.

Referências Bibliográficas

[1] MATUSZEWSKI, B.K.; CONSTANZER, M.L.; CHAVEZ-ENG, C.M. Strategies for the Assessment of Matrix Effect in Quantitative Bioanalytical Methods Based on HPLC-MS/MS, Analytical Chemistry. 2003, 75, 3019-3030.