

200

ESTUDO DE MÉTODO ANALÍTICO PARA DETERMINAÇÃO DE SULFONAMIDAS EM LEITE POR HPLC VIA FORMAÇÃO DE AZODERIVADOS. *Marcelo Volpatto Marques, Luiz Antonio Mazzini Fontoura (orient.) (ULBRA).*

Sulfonamidas tem sido administradas ao gado leiteiro gerando resíduos desses medicamentos no leite. Segundo a ANVISA, são controlados sulfatiazol (1), sulfametazina (2) e sulfadimetoxina (3) com um LMR de 100 ug kg⁻¹ para o somatório dos três fármacos, podendo ser quantificados por HPLC. Sendo comum na análise a presença de interferentes, uma alternativa é a derivatização do analito. No caso das sulfas, uma maneira é o preparo dos sais de diazônio e acoplamento com aromáticos formando diazoderivados, Neste trabalho, descrevemos o procedimento de extração de 1-3 do leite-, a derivatização via acoplamento dos respectivos sais de diazônio com resorcinol (4) e a pesquisa das condições cromatográficas de análise. A extração do analito é executada em cartuchos EFS. Um volume da amostra (branca ou fortificada com 100 ug L⁻¹ de cada uma das sulfas) é adicionado no cartucho de extração. A fase sólida é eluída com MeOH. O extrato é seco, filtrado e o solvente evaporado. O extrato é dissolvido em HCl aq. 20 % sobre banho de gelo. A seguir, NaNO₂ aq. 1 % é adicionado e a mistura é mantida em agitação por 5 min. Após, uma solução metanólica de resorcinol 1 % é adicionado sobre os demais reagentes. O balão é retirado do banho, e a mistura mantida em agitação a t.a. por 30 min. Os derivados são analisados por HPLC em coluna analítica Zorbax Eclipse XDB-C8 nas seguintes condições de eluição: MeOH 38 % em KH₂PO₄ aq. 0,01 M com gradiente a partir de 9 min alcançando 50 % em 11 min., a 35 °C, com vazão inicial de 2 mL min⁻¹ crescente até 2,5 mL min⁻¹ em 4 min. O detector é ajustado para leitura a 430 nm. Nestas condições, os derivados de 1, 2 e 3 apresentam tR de 8, 1, 10, 5 e 15, 3 min respectivamente. Ensaios preliminares forneceram recuperações de 74 % para 1, 58 % para 2 e 60 % para 3.