

Metodologia de identificação da cloxacilina por espectrometria de massa

Danielle dos Santos Cinelli Pinto², Saulo Ribeiro da Silva³, Gustavo Torres de Souza⁴,
Patrícia Vilhena Dias de Andrade⁵, Juliana Carine Gern⁶; Fabiana Cristina Varago⁷;
Humberto de Mello Brandão^{8,9}

¹O presente trabalho foi realizado com o apoio do CNPq, Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico - Brasil: Parte do projeto SEG 03.11.22.004.00.00, liderado por Humberto de Mello Brandão; Parte da dissertação de mestrado de Saulo Ribeiro da Silva, financiada pela CAPES, Bolsista do CNPq, Embrapa.

²Graduanda em Medicina Veterinária- UFJF/Juiz de Fora. Bolsista do CNPq. e-mail: daniellecinelli@gmail.com

³Mestrando em Ciências Farmacêuticas- UFOP/Ouro preto. e-mail:saulo.srs@gmail.com

⁴Graduando em Farmácia- UFJF/Juiz de Fora. e-mail: gustavotsouza@hotmail.com

⁵Bolsista de Pós doutorado da Embrapa. email:andrade.pvd@gmail.com;

⁶Pesquisador, Laboratório de nanotecnologia da Embrapa. e-mail: juliana.gern@embrapa.br

⁷Bolsista de Pós doutorado da Embrapa. varagovet@hotmail.com

⁸Pesquisador, Laboratório de nanotecnologia da Embrapa. e-mail: humberto.brandao@embrapa.br

⁹Orientador

Resumo: A cloxacilina é um fármaco amplamente utilizado na medicina veterinária, principalmente para o tratamento da mastite bovina causada por *Staphylococcus aureus* e *Streptococcus agalactiae*. Todavia é necessário assegurar a concentração da cloxacilina em matrizes biológicas destinadas para o consumo de acordo com limite máximo de resíduo (LMR) estabelecido pelo Mapa, para o leite por exemplo o LMR é de 10 µg/L. A técnica capaz identificar e quantificar a cloxacilina nesta dentro do LMR é a espectrometria de massa. Neste contexto, o objetivo desse trabalho foi desenvolver uma metodologia capaz de identificar a cloxacilina.

Material e Métodos: Foi preparada uma solução de 10 µg/L de cloxacilina sódica em água Milli-Q, em triplicata. A análise foi realizada por infusão direta no espectrômetro de massas tipo triplo quadropolo (Waters, Inglaterra), para definir as condições espectrométricas para a identificação e fragmentação da molécula da cloxacilina.

Resultados e Discussão: O modo de ionização que a cloxacilina apresentou maior intensidade foi no modo de ionização negativo, nesse modo a relação massa carga (m/z) encontrada foi de 434,0. Considerando que a massa molar da cloxacilina é de 435,0 g/mol, pode-se inferir que no processo de ionização houve a perda de um próton. Esse fenômeno ocorre devido a presença do grupo carboxila e um grupo ácido funcional na molécula, os quais tendem a perder próton no processo de ionização. Os valores de m/z encontrados para os fragmentos da molécula da cloxacilina foram de 293,0 e 390,0 m/z quando aplicado um potencial elétrico na cela de colisão foi de, respectivamente, 8,0 V e 14,0 V. Esses achados corroboraram com os resultados encontrados na literatura.

Conclusões: O método espectrométrico desenvolvido foi capaz de identificar a molécula de cloxacilina e seus fragmentos de forma reprodutível. Uma vez definido o método de identificação da cloxacilina é necessário validar um método para quantificação da mesma.

Palavras-chave: cloxacilina, espectrometria de massa, mastite