

AVALIAÇÃO DO EFEITO DA MATRIZ, RECUPERAÇÃO E EFICIÊNCIA DA EXTRAÇÃO NA ANÁLISE SIMULTÂNEA DE 101 MICOTOXINAS POR CROMATOGRAFIA LÍQUIDA ACOPLADA À ESPECTROMETRIA DE MASSAS SEQUENCIAL EM AMOSTRAS DE MILHO E RAÇÃO PRA FRANGO.

Souza, M. L. M. (1, 2); Costa, S. S. (2), Sulyok M. (3) e Schumacher, R. (3).

(1) Embrapa Agroindústria de Alimentos, Av das Américas, 29.501, Guaratiba, CEP: 23.020-470, Rio de Janeiro, RJ

(2) Núcleo de Pesquisas de Produtos Naturais Universidade Federal do Rio de Janeiro.

(3) Center for Analytical Chemistry, Department for Agrobiotechnology, IFA-Tulln, University of Natural Resources and Applied Life Sciences, Konrad-Lorenz-Str. 20, A-3430 Tulln, Austria.

A cromatografia líquida de alta eficiência acoplada à espectrometria de massas sequencial (CLAE-EM/EM) é uma poderosa técnica analítica para quantificação em análises de alimentos devido a sua alta seletividade e sensibilidade. Entretanto, é suscetível aos efeitos matriz, este pode ser descrito como a diferença entre a resposta do espectrômetro de massas para um analito na solução padrão e a resposta para o mesmo analito em uma matriz. O impacto do efeito matriz na exatidão, precisão e robustez dos métodos analíticos é preocupação crescente na validação de métodos. Para a avaliação do efeito matriz, da recuperação e eficiência da extração, uma amostra de milho e outra de ração foram contaminadas artificialmente com uma mistura de padrões de 101 micotoxinas em três níveis diferentes assim como o extrato destas amostras em níveis equivalentes. O nível intermediário foi feito em duplicata. Foram calculados a regressão linear e o desvio angular das três curvas obtidas: do padrão, das amostras artificialmente contaminadas e dos extratos artificialmente contaminados. O efeito matriz não foi relevante para a maioria dos analitos, ficando entre 70 e 120% para 78 micotoxinas em milho, o mesmo resultado também foi obtido para 70 micotoxinas em ração. Nesta faixa percentual, 73 micotoxinas em milho e 65 micotoxinas em ração apresentaram esta recuperação. A eficiência da extração ficou entre 70 e 120% para 81 micotoxinas em milho, enquanto que para a ração 73 micotoxinas apresentaram recuperação variando entre 70 e 120%. De acordo com a recomendação do regulamento (CE) nº 401/2006 da União Européia a faixa de recuperação deve estar entre 70 a 110% para a maioria das concentrações. Considerando o amplo espectro de micotoxinas avaliadas, o método de CLAE-EM/EM usado neste estudo constituiu uma alternativa para as técnicas convencionais de análise de micotoxinas, além de ter boa sensibilidade, rapidez e aplicabilidade em matrizes complexas como milho e ração a base de milho.

Palavras-chaves: cromatografia líquida de alta eficiência acoplada à espectrometria de massas sequencial (CLAE-EM/EM), micotoxinas, efeito matriz