

DISOLVENTES SUPRAMOLECULARES PARA LA DETERMINACIÓN RÁPIDA DE COCCIDIOSTATOS EN LECHE

S. González-Rubio, D. García-Gómez, A. Ballesteros-Gómez, S. Rubio

Departamento de Química Analítica, Facultad de Ciencias, Universidad de Córdoba,
Edificio Anexo Marie Curie, Campus de Rabanales, 14071, Córdoba (España),
qa1rubrs@uco.es

Los coccidiostatos ionóforos (Lasalocid, Narasin, Salinomycin, Monensin, Semduramicin y Maduramicin) son una familia de agentes antiprotozoarios obtenidos a partir de bacterias [1]. Químicamente, se caracterizan por poseer una cadena poli-éter que, de forma similar a los éteres corona, conduce a la formación de complejos con cationes monovalentes, lo que explica sus propiedades antibióticas. Actualmente, se utilizan de forma extensiva para prevenir la coccidiosis en la industria alimentaria (bovina, aviaría y láctea), por lo que sus niveles residuales máximos han sido regulados por la Comisión Europea (EC124/2009, EC37/2010 y EC86/2012). Entre las diferentes matrices legisladas, la leche presenta los límites más restrictivos, con tolerancias que varían entre 1 ng g^{-1} y 2 ng g^{-1} , dependiendo del compuesto. Es por lo tanto necesario desarrollar métodos analíticos que permitan su determinación de forma rápida, económica y fiable.

Los disolventes supramoleculares (SUPRAS) están mostrando un gran potencial como alternativa verde a los métodos tradicionales de extracción [2]. Los SUPRAS son líquidos nanoestructurados bioinspirados formados por agregados de compuestos anfífilos organizados mediante autoensamblaje. Presentan regiones de diferente polaridad para la extracción de una amplia variedad de analitos. También se comportan como materiales de acceso restringido, lo cual permite realizar la extracción y exclusión simultánea de interferentes comunes en la muestra como, por ejemplo, macromoléculas (proteínas, polisacáridos, etc.).

En este trabajo se presenta el desarrollo, validación y aplicación de un método analítico basado en SUPRAS de hexanol como método rápido de extracción y limpieza para la determinación de coccidiostatos ionóforos en leche. Este disolvente, que presenta una nanoestructura hexagonal inversa, se forma de manera espontánea en la matriz acuosa de leche ($1275 \text{ } \mu\text{L}$), en presencia del anfífilo hexanol ($184 \text{ } \mu\text{L}$) y con la adición de un bajo volumen de tetrahidrofurano ($84 \text{ } \mu\text{L}$), tras una simple etapa de extracción en vórtex (2 min, 3000 rpm) y centrifugación (15 min, 20000g) para acelerar la separación de fases. EL SUPRAS es directamente compatible con el sistema de detección por LC-MS/MS sin posteriores etapas de re-extracción, evaporación o limpieza. La recuperación obtenida fue cuantitativa para todos los coccidiostatos estudiados, obteniéndose un factor de preconcentración de 11. Los límites de detección variaron entre 3 pg g^{-1} para Salinomycin y 28 pg g^{-1} para Maduramicin, valores muy por debajo de los límites legislados.

La metodología desarrollada se aplicó al análisis de muestras de leche de diversa naturaleza y procedencia, encontrándose coccidiostatos en dos de las muestras a concentraciones que variaron entre 23 pg g^{-1} para Salinomycin y 189 pg g^{-1} para Monensin. En todo caso, cabe destacar que dichas concentraciones se encontraron por debajo de los límites establecidos por la legislación.

En conclusión, los SUPRAS son una interesante alternativa para la determinación de coccidiostatos en leche permitiendo desarrollar un método LC-MS/MS barato, rápido y de acuerdo a los parámetros establecidos por la legislación europea.

Agradecimientos: Los autores agradecen el apoyo financiero del MINECO (Proyecto CTQ2014-53539-R) y FEDER. D.G.G. y A.B.G. agradecen al MINECO su beca postdoctoral (FJCI-2014-20052) y Ramón y Cajal (RYC-2015-18482), respectivamente.

Referencias:

- [1] Clarke, L., Fodey, T. L., Crooks, S. et al. (2014) A Review of Coccidiostats and the Analysis of Their Residues in Meat and Other Food. *MESC*, 97 (3), 358–374.
- [2] Ballesteros-Gómez, A., Sicilia, M.D. and Rubio, S. (2010) Supramolecular solvents in the extraction of organic compounds: A review. *Analytica Chimica Acta*, 677, 108–130.