



## DESENVOLVIMENTO DE METODOLOGIA POR LC-MS/MS PARA IDENTIFICAÇÃO E QUANTIFICAÇÃO DE MICROCISTINAS NOS BRAÇOS DO RESERVATÓRIO DE ITAIPU

Luisa Natalia Parra Sierra<sup>1</sup>, Guilherme Pavão Gomes<sup>1</sup>, Natalie Pereira Toyama<sup>1</sup>, Bruno Afonso Ramos Cassilha<sup>2</sup>, Jussara Elias de Souza<sup>2</sup>, Bianca do Amaral<sup>1</sup>

<sup>1</sup> Itaipu Parquetec, Foz do Iguaçu, PR, Brasil

<sup>2</sup> Itaipu Binacional, Foz do Iguaçu, PR, Brasil

E-mail: [luisa.ps@bolsista.itaipuparquetec.org.br](mailto:luisa.ps@bolsista.itaipuparquetec.org.br)

**Resumo:** A proliferação de cianobactérias potencialmente tóxicas em ambientes aquáticos, favorecida pela eutrofização, pode promover a produção e liberação de microcistinas, representando riscos à saúde humana e animal. No Reservatório de Itaipu, o monitoramento histórico evidencia a ocorrência dessas toxinas, reforçando a importância do desenvolvimento e aplicação de métodos analíticos sensíveis e confiáveis no contexto do monitoramento ambiental e regulatório. Assim, este trabalho teve como objetivo desenvolver e otimizar uma metodologia por cromatografia líquida acoplada à espectrometria de massas em tandem (LC-MS/MS) para a identificação e quantificação das variantes de microcistina MC-RR, MC-YR e MC-LR na fração dissolvida de amostras de água superficial dos braços do reservatório. A otimização cromatográfica foi realizada utilizando um gradiente segmentado de 10 minutos, iniciando com 20% de acetonitrila acidificada, fluxo de 0,3 mL min<sup>-1</sup>, empregando coluna Shim-pack GIST C18 (2,1 × 100 mm, 2 µm), assegurando boa separação dos picos, mesmo para variantes com tempos de retenção próximos. A otimização do método incluiu a avaliação de íons precursores duplamente carregados no modo de Monitoramento de Reações Múltiplas (MRM). A preconcentração dos analitos foi realizada por extração em fase sólida utilizando cartuchos OASIS HLB (60 mg), apresentando desempenho satisfatório na matriz ambiental. As curvas analíticas no método apresentaram excelente linearidade em matriz ambiental e água ultrapura ( $R^2 \geq 0,999$ ), confirmando a adequação do modelo linear. Para as curvas em matriz, o método apresentou LOQ de 1,0 ng L<sup>-1</sup> para microcistina YR e 5,0 ng L<sup>-1</sup> para microcistinas RR e LR, indicando alta sensibilidade analítica. A avaliação preliminar do efeito de matriz indicou supressão de ionização para os três congêneres, evidenciando a necessidade de quantificação baseada em curvas em matriz. Adicionalmente, ensaios preliminares de lise e extração de microcistinas intracelulares retidas nos filtros indicam maior eficiência do protocolo utilizando ultrassom com MeOH:H<sub>2</sub>O (1:1, v/v), sugerindo viabilidade para futura integração ao método.

**Palavras-chave:** *microcistinas; LC-MS/MS; monitoramento ambiental; Reservatório de Itaipu.*