

Determinação de mercúrio em suplementos de ferro empregando amostragem em suspensão e CV AAS

Uenderson A. Barbosa (PG)^{1,2}, Laiana O. B. Silva (PQ)^{1,2}, Douglas G. da Silva (PQ)³, Ana M. P. dos Santos (PQ)^{1,2}, Sergio L. C. Ferreira (PQ)^{1,2*}

¹ Universidade Federal da Bahia, Instituto de Química, Salvador-BA – UFBA

² Instituto Nacional de Ciência e Tecnologia, INCT, de Energia e Ambiente, UFBA, Salvador-BA-Brasil.

³ Universidade Estadual do Sudoeste da Bahia, Campus de Vitória da Conquista.

*e-mail: slcf@ufba.br

Palavras Chave: Mercúrio, Planejamento fatorial, Suplemento de Ferro, Anemia, Amostragem em Suspensão, CV AAS.

Introdução

A contaminação por elementos químicos tóxicos em produtos farmacêuticos é uma preocupação global. Em geral, esta contaminação vem da matéria-prima utilizada na fabricação destes produtos e resíduos de catalisadores derivados a partir de processos de fabricação. Elementos tóxicos, como o mercúrio, podem trazer malefícios à saúde humana, principalmente por serem medicamentos utilizados por longos períodos em altas doses. Os medicamentos para suplementação de ferro possuem variadas matrizes, o que pode favorecer a complexação do analito, dificultando sua quantificação [1]. A partir disso, o trabalho visou desenvolver uma estratégia analítica para determinação de mercúrio em medicamentos utilizados para tratamento de anemia empregando amostragem em suspensão e espectrometria de absorção atômica com geração de vapor frio (CV AAS).

Resultados e Discussão

Considerando a matriz variada das amostras a serem utilizadas, foi realizado um estudo visando a extração de mercúrio no preparo da suspensão. Para isso, foi realizado um planejamento fatorial completo (2^3) com o objetivo de encontrar as melhores condições dentre as que influenciam no preparo da suspensão. Os experimentos foram realizados com um banho ultrassônico e os fatores estudados foram: concentração de ácido clorídrico, concentração de tioureia tempo de sonicação e as respostas quimiométricas foram avaliadas em termos de absorvância. Os resultados obtidos no planejamento demonstraram que o único fator significativo no preparo da suspensão para a determinação de Hg foi a concentração de tioureia. Considerando isso, foi realizado um estudo univariado para encontrar a melhor concentração de tioureia para preparo da suspensão variando entre 0,0% e 4,0%. As respostas máximas de absorvância foram encontradas em concentrações entre 1,0% e 1,5%. Considerando isso, foi fixada a concentração

38ª Reunião Anual da Sociedade Brasileira de Química

de tioureia em 1,25% para preparo da suspensão. As suspensões foram preparadas com as condições $[HCl]=1,5 \text{ mol L}^{-1}$, Tempo de sonicação =15 min, $[Tioureia]=1,25\%$. A partir disto, estudos foram realizados com o objetivo de avliar efeito de matiz e, considerando as condições otimizadas para preparo da suspensão, o método permitiu a determinação de Hg empregando a técnica de calibração externa com limites de detecção e quantificação 0,63 e 2,10 ng g^{-1} . A precisão, expressa como o desvio padrão relativo (RSD), foi 10,89 e 6,84% para amostras com 4,82 e 9,61 ng g^{-1} de Hg, respectivamente. Como não existem materiais de referência certificados, a exatidão foi avaliada mediante testes de adição e recuperação e por digestão total das amostras e determinação empregando ICP-MS. Os valores de recuperação variaram entre 85 e 106% e os valores encontrados na determinação por ICP-MS não demonstraram diferenças estatisticamente significativas, demonstrando a exatidão do método. O método foi aplicado em 12 amostras e, em seis destas, a concentração de mercúrio variou entre 3,17 e 34,86 ng g^{-1} , em outras seis amostras os valores encontrados estavam abaixo do limite de quantificação.

Conclusões

A amostragem em suspensão demonstrou ser uma boa alternativa para determinação de mercúrio, com o mínimo de preparo de amostra. O estudo com planejamento de experimentos permitiu otimizar de maneira rápida e precisa as melhores condições de preparo da suspensão. Os valores encontrados, apesar de baixos, devem ser considerados por serem medicamentos utilizados por longos períodos e a Farmacopeia brasileira não estabelecer limites máximos permitidos para metais em medicamentos.

Agradecimentos

Os autores agradecem à CAPES, CNPq, FAPESP e ao INCT de Energia e Ambiente.

¹ D.R. Abernethy *et. al*, Metal Impurities in Food and Drugs, Pharm. Res, 27 (2010) 750-755.