

## Especação de antimônio por FI-HG-ICP-MS em antimoniato de N-metilglucamina.

Clarissa M. Moreira<sup>1</sup> (PG), Fábio A. Duarte<sup>1</sup> (PG), Cristiano K. Giesbrecht<sup>1</sup> (IC), Sérgio R. Mortari<sup>2</sup> (PQ), Érico M. M. Flores<sup>1</sup> (PQ), Valderi L. Dressler<sup>1</sup> (PQ)\* E-mail: valdres@quimica.ufsm.br

<sup>1</sup>Departamento de Química, Universidade Federal de Santa Maria – UFSM - Santa Maria - RS.

<sup>2</sup> Centro Universitário Franciscano – UNIFRA - Santa Maria -RS.

Palavras Chave: antimônio, especação, FI-HG-ICP-MS.

### Introdução

O antimônio é amplamente utilizado na indústria farmacêutica, sendo indicado em enfermidades de doenças tropicais. No Brasil, o antimoniato de N-metilglucamina é utilizado no tratamento da Leishmaniose. Entre as questões relevantes às ações terapêuticas e tóxicas dos antimoniais, a especação do Sb é de grande importância, pois a redução do Sb(V) para Sb(III) *in vivo* contribui para os efeitos colaterais e citotóxicos associados a altas doses por um longo período de tratamento. Dessa forma, a análise de especação desperta grande interesse na área clínica, tornando-se importante fazer a avaliação dos riscos de toxicidade através do controle de qualidade de produtos farmacêuticos. Sabe-se que várias técnicas instrumentais podem ser empregadas para a quantificação de Sb em diferentes matrizes. A escolha da técnica se justifica, freqüentemente pelos níveis de concentração do analito na amostra, disponibilidade de equipamento e custo de análise.

A técnica de análise por injeção em fluxo (FI) é reconhecida pela sua versatilidade em manusear soluções e, principalmente, minimizar problemas relacionados à contaminação da amostra e perdas do analito. Os estados de oxidação do Sb são determinantes na eficiência de geração dos hidretos, levando a melhores limites de detecção para Sb(III) do que para Sb(V). Além disso, em determinadas condições reacionais é possível gerar o hidreto de Sb volátil a partir do Sb(III), permitindo, desta forma, determinar seletivamente o Sb(III) e Sb(V). Assim, o acoplamento da técnica de geração de hidretos (HG) com a espectrometria de massa com plasma indutivamente acoplado (ICP-MS), permite determinar Sb(III), com boa seletividade e sensibilidade. Tendo-se em vista as potencialidades da técnica de FI-HG-ICP-MS, neste trabalho é proposto um sistema FI-HG para a determinação de Sb(III) em antimoniato de N-metilglucamina empregado para o tratamento da Leishmaniose.

### Resultados e Discussão

Entre os parâmetros analíticos estudados para a geração seletiva do hidreto de Sb a partir do Sb(III) e

transporte de hidretos, destacam-se a concentração da solução carreadora da amostra (HCl 1 mol L<sup>-1</sup>), do agente complexante para o Sb(V) (ácido cítrico 10%, m/v), do agente redutor (NaBH<sub>4</sub> 0,05%, m/v), do volume de injeção (75 µL), o comprimento do reator (50 cm), as vazões das soluções carreadora da amostra (3 mL min<sup>-1</sup>), do NaBH<sub>4</sub> (1 mL min<sup>-1</sup>) e gás de nebulização (1,00 L min<sup>-1</sup>). Soluções de referência de Sb(III) e Sb(V) a 1000 mg L<sup>-1</sup> foram preparadas a partir do C<sub>4</sub>H<sub>4</sub>KO<sub>7</sub>Sb.1/2H<sub>2</sub>O e K[Sb(OH)<sub>6</sub>], respectivamente.

As amostras foram preparadas através da diluição adequada a partir do medicamento injetável N-metilglucamina em água deionizada. Para as otimizações das condições para a determinação de Sb(III) e Sb total foram utilizadas soluções a 10 µg L<sup>-1</sup> de cada espécie. A geração seletiva do hidreto de Sb a partir do Sb(III) ocorre, principalmente, em função da presença do ácido cítrico, cuja função é a de complexar o Sb(V), que nestas condições não forma o SbH<sub>3</sub>. Depois de estabelecidas as condições, o método foi aplicado para a determinação de Sb(III) em amostras de antimoniato de N-metilglucamina, cujas concentrações ficaram na faixa de 3.000 mg L<sup>-1</sup>. A concentração de antimônio total, determinado por ICP-MS, é em torno de 82.000 mg L<sup>-1</sup>. O método foi avaliado através de testes de recuperação do analito, sendo da ordem de 95 a 102%.

### Conclusões

O sistema FI-HG acoplado ao instrumento de ICP-MS possibilita a determinação seletiva de Sb(III) em antimoniato de N-metilglucamina, cujos valores estão de acordo com aqueles determinados por HG-AAS. Sendo assim, pode-se concluir que a metodologia proposta é adequada para o monitoramento dos níveis tóxicos e terapêuticos do antimônio neste tipo de amostra.

### Agradecimentos

CNPq, ANVISA, FARMACOPÉIA BRASILEIRA