

## Desenvolvimento de um método analítico empregando SPE e LC-ESI-MS/MS para determinação de fármacos em água para consumo.

Liziane V. Cardoso (PG)<sup>\*</sup>, Maicon R.F. Sampaio (PG), Débora Tomasini (PG), Natiele Kleemann (IC), Sergiane S. Caldas (PQ), Ednei G. Primel (PQ), Fábio F. Gonçalves (PQ)

1Universidade Federal do Rio Grande - FURG, Programa de Pós-Graduação em Química Tecnológica e Ambiental. Campos Carreiros, Av. Itália km 08 s/n, Cep 96201900 liziane\_cardoso\_20@yahoo.com.br\*

Palavras Chave: fármacos, água, LC-ESI-MS/MS

### Introdução

Compostos farmacêuticos, que nos últimos anos foram classificados como contaminantes ambientais emergentes.<sup>1</sup> O constante progresso da medicina faz com que novas drogas com novas substâncias ativas sejam disponibilizadas no mercado para o tratamento de animais e humanos. Os produtos farmacêuticos representam mais de 4.000 moléculas em 10.000 especialidades diferentes. A grande maioria dos fármacos possui características lipofílicas e frequentemente apresentam baixa biodegradabilidade no ambiente. Esses compostos são classificados como poluentes emergentes. Um grande número de compostos farmacêuticos de diferentes classes são consumidos anualmente em todo o mundo. Após a administração, estes compostos são parcialmente metabolizada e excretada na urina e fezes, e, posteriormente, entram nas estações de tratamento de esgoto (ETEs).<sup>2</sup>

O objetivo do trabalho foi otimizar um método empregando Extração em Fase Sólida (SPE) e LC-ESI-MS/MS para determinação de fármacos em amostras de água tratadas destinadas ao consumo humano no Município de Rio Grande no Estado do Rio Grande do Sul.

### Resultados e Discussão

Para determinação dos fármacos por LC-ESI-MS/MS foi empregada coluna Waters X Terra MS C18 (3,0 x 50 mm, 3,5 µm), fase móvel composta por Metanol:Água ultrapura acidificada com 0,1% ácido fórmico (70:30, v/v). A quantificação dos compostos foi realizada com auxílio de calibração externa empregando-se misturas de soluções analíticas padrões. A **Tabela 1**, apresenta os fármacos estudados, assim como as transições monitoradas.

As amostras foram fortificadas em 3 níveis (16, 40 e 80ng L<sup>-1</sup>) e as recuperações ficaram na faixa de 80 a 120%. O procedimento para SPE foi realizado com a pré-concentração de 250 mL de amostra de água fortificada usando cartuchos de SPE com

adsorvente polimérico. A eluição dos analitos retidos no sorventes polimérico foi feita com 4 mL de metanol.

A linearidade do método foi avaliada na faixa de 0,001 até 1,0 mg L<sup>-1</sup> e os coeficientes de correlação (r<sup>2</sup>) para os composto foram superiores a 0,99. Os limites de quantificação e detecção respectivamente para o método foram 0,016 e 0,0053 ug L<sup>-1</sup>.

**Tabela 1.** Fármacos analisados por LC-ESI-MS/MS modo positivo, razão massa/carga (m/z), energia de colisão (EC), voltagem do cone (VC) e tempo de retenção (t<sub>R</sub>).

Fármaco	Transições (m/z)	EC (eV)	VC (V)	t <sub>R</sub> (min)
Cafeína	195> 123	60	25	1,57
	195>138	60	25	
Cimetidina	253,3>159	15	18	1,00
	253,3>94,9	33	29	
Sulfametoxazol	254>108	15	25	1,49
	254>92	15	30	
Atenolol	267,4>145,1	27	35	1,00
	267,4>190	25	25	
Diclofenaco	296>214	30	30	4,98
	296>250	15	30	
Fluoxetina	310,4>148,1	9,0	30	1,14
	310,4>44	10	20	

### Conclusões

O método empregando SPE, e LC-ESI-MS/MS foi adequado para a extração e pré-concentração dos fármacos cafeína, cimetidina, sulfametoxazol, atenolol, diclofenaco, fluoxetina em amostras de água.

### Agradecimentos

FINEP, CNPq, FAPERGS; FURG; CAPES

<sup>1</sup> KHETAN, S. K ; Collins, T.J. Chemical Reviews. 2007, 107, 2319.

<sup>2</sup> Tombosi, J.I; Yamanaka, L.Y; Humberto, J.J e Moreira, R.P.M. Quim.Nova.2010, 1, XY.