

Desenvolvimento e validação de método por SPE-HPLC-DAD para a quantificação de diclofenaco sódico nas etapas de tratamento de água

Eliane Sloboda Rigobello^{*1} (PG), Vitor Hugo Polisé Pacces¹ (PQ), Eny Maria Vieira¹ (PQ)

¹Instituto de Química de São Carlos, Universidade de São Paulo, Av. Trabalhador São-Carlense, 400, CEP: 13 566-590, São Carlos-SP. *e-mail: elisloboda@hotmail.com

Palavras Chave: SPE, HPLC-DAD, diclofenaco, validação, tratamento de água.

Introdução

A presença de fármacos em águas de abastecimento público tem sido objeto de estudos, principalmente devido à remoção ineficiente frente aos tratamentos convencionais e aos efeitos adversos causados à comunidade aquática e à saúde humana.¹ Dentre os fármacos comumente identificados destacam-se os anti-inflamatórios², especialmente o diclofenaco (DCF), por ser um dos mais consumidos no mundo e particularmente no Brasil pelo uso indiscriminado por meio da automedicação. Neste contexto, foi desenvolvido e validado o método cromatográfico conforme a resolução RE 899/2003 da Agência Nacional de Vigilância Sanitária (ANVISA) com base nos requisitos para métodos bioanalíticos (empregado à matrizes complexas, especialmente as biológicas). O método foi aplicado na quantificação de DCF nas amostras de água após o tratamento em ciclo completo (coagulação com sulfato de alumínio, floculação, sedimentação, filtração em areia e pós-cloração com 5mg Cl₂ L⁻¹) e adsorção em carvão ativado granular (CAG) de babaçu.

Resultados e Discussão

Para a validação por cromatografia líquida de alta eficiência (HPLC) com detector de arranjo de fotodiodo (DAD) e para o tratamento de água em escala laboratorial (Jarteste) foi empregada água preparada com cor verdadeira de 20uH (adição de substâncias húmicas aquáticas), turbidez de 70uT (adição de caulinita), pH 6,8 - 7,1, carbono orgânico total (COT) igual a 24,3mg L⁻¹ e 1000µg DCF L⁻¹ para os ensaios em Jarteste. A extração do DCF em 100 mL de água foi feita em fase sólida (SPE) C18-E (Phenomenex), 500mg/6mL com o uso de manifold, a vazão de 5mL min⁻¹. O adsorvente foi condicionado com 5mL de metanol e 5mL de água ultrapura com vazão igual a 2mL min⁻¹. O DCF foi eluído com 5mL de metanol com vazão igual a 2mL min⁻¹. **Condições cromatográficas:** coluna C18 (4,6 x 250mm, 5µm); temperatura de 25°C; λ (UV) = 278nm; fase móvel composta de acetonitrila:água ultrapura (65:35, v/v), ambos com 0,05% de ácido trifluoroacético; fluxo do eluente de 0,8mL min⁻¹ e volume de injeção de 20µL. O limite de detecção (LD) encontrado corresponde à 2µg L⁻¹ e o limite inferior de quantificação (LIQ) à 3µg L⁻¹, o qual apresentou desvio padrão relativo igual a 0,55% e exatidão igual a 106%. A precisão e a exatidão

intra-corrída e inter-dias permaneceram dentro dos intervalos preconizados pela ANVISA. O estudo de recuperação nas amostras de água obteve um faixa de 97 a 102% para três níveis de concentração. A especificidade também foi comprovada. As curvas analíticas para os intervalos de concentração de 3 a 50µg L⁻¹ e de 50 a 1200µg L⁻¹ apresentaram coeficientes de correlação (R) igual a 0,999 e 0,997, respectivamente. A linearidade foi avaliada pelo teste de ajuste do modelo linear, considerando inclusive a observação do gráfico de resíduos distribuídos aleatoriamente *versus* a concentração e pela avaliação da regressão (F experimental ≥ F de significação) e através da exatidão. Na Figura 1 são apresentados os cromatogramas sobrepostos obtidos da água após o tratamento em ciclo completo com pós-cloração de 0,5 e 24h.

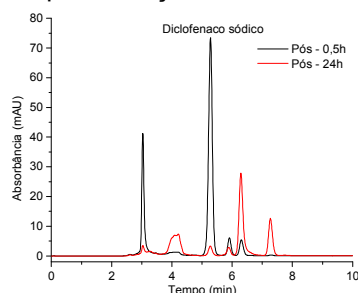


Figura 1 - Cromatogramas sobrepostos para o DCF (tR = 5,3min) na pós-cloração de 0,5 e 24h.

Verificou-se que não houve remoção de DCF na coagulação, floculação, sedimentação e filtração em areia. Na pós-cloração, para 0,5 e 24h a remoção de DCF foi de 36% e de 97%, respectivamente. Foi verificada possível formação de subprodutos na pós cloração, visto que a concentração de COT (20,7 mg L⁻¹) resultou praticamente a mesma obtida para a água de estudo. Não foi identificado DCF na água após o processo de adsorção em CAG.

Conclusões

O método empregado apresentou-se adequado e confiável para a quantificação de DCF nas etapas de tratamento de água.

Agradecimentos

Os autores agradecem a CAPES e a FAPESP.

¹ Stackelberg, E. P.; Gibs, J.; Furlong, E. T.; Meyer, M. T.; Zaugg, S. D.; Lippincott, R. L. *Sci. Total Environ.* **2007**, 377, 255.

² Ternes, T. A. *Water Res.* **1998**, 32, 3245.