

## Determinação de diclofenaco sódico em esgoto sanitário da estação de tratamento de São Carlos-SP

Eliane Sloboda Rigobello\*<sup>1</sup> (PG), Adriana de Macedo Nori<sup>1</sup> (PG), Tatiane Faria Castro<sup>1</sup> (IC), Eny Maria Vieira<sup>1</sup> (PQ)

<sup>1</sup> Instituto 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, esgoto sanitário.

### Introdução

Recentemente, a presença de vários fármacos no meio ambiente se tornou uma questão emergente, devido ao fato de muitas dessas substâncias serem freqüentemente encontradas em efluentes de estações de tratamento de esgotos (ETE), solos, sedimentos, águas naturais e em estações de tratamento de água para abastecimento público, em concentrações na faixa de  $\mu\text{g L}^{-1}$  e  $\text{ng L}^{-1}$ . Dentre eles, o diclofenaco (DCF) é um dos mais encontrado, por não ser totalmente eliminado durante o tratamento de esgoto e, na grande maioria, não é biodegradável<sup>1</sup>. Neste trabalho foi desenvolvido e validado um método cromatográfico conforme a resolução RE 899/2003 da Agência Nacional de Vigilância Sanitária (ANVISA) com base nos requisitos para métodos bioanalíticos para determinar DCF em esgoto sanitário da ETE de São Carlos-SP.

### Resultados e Discussão

Para a validação do método por cromatografia líquida de alta eficiência (HPLC) e detecção por arranjo de fotodiodo (DAD) foi empregado como matriz, esgoto sintético preparado conforme em Peron (2007)<sup>2</sup>. A extração do DCF em 250mL de esgoto (pH 7,0 - 8,0) foi feita em fase sólida (SPE) C18-E (Phenomenex), 500mg/6mL, a uma vazão de  $5\text{mL min}^{-1}$ . O adsorvente foi condicionado com 5mL de metanol e 5mL de água ultrapura com vazão igual a  $2\text{mL min}^{-1}$ . A eluição do analito foi feita com 5mL de metanol a uma vazão de  $2\text{mL min}^{-1}$ . **Condições cromatográficas:** pré-coluna C8 (4,6 x 12,5mm,  $5\mu\text{m}$ ); coluna C18 (4,6 x 250mm,  $5\mu\text{m}$ ); temperatura de  $25^\circ\text{C}$ ;  $\lambda$  (UV) = 278nm; fase móvel composta de acetonitrila:água ultrapura (53:47, v/v), ambos com 0,05% de ácido trifluoracético; fluxo do eluente de  $1\text{mL min}^{-1}$  e volume de injeção de  $20\mu\text{L}$ . O limite de detecção (LD) encontrado corresponde à  $1\mu\text{g L}^{-1}$  e o limite inferior de quantificação (LIQ) à  $2\mu\text{g L}^{-1}$ , o qual apresentou desvio padrão relativo igual a 7,2% e exatidão igual a 106%. A precisão e a exatidão do método para os três níveis de concentração (2, 24 e  $45\mu\text{g L}^{-1}$ ) analisados intra-corrída e inter-dias permaneceram dentro dos intervalos preconizados pela ANVISA. A recuperação de DCF na matriz empregada foi entre 106 e 112% para diferentes níveis de concentração. A especificidade também foi comprovada. A curva

analítica foi construída no intervalo de 2 a  $50\mu\text{g L}^{-1}$ . A linearidade foi avaliada pelo teste de ajuste do modelo linear, considerando a observação do gráfico de resíduos *versus* a concentração de DCF e através da exatidão. O coeficiente de correlação (R) e a exatidão permaneceram dentro dos intervalos preconizados pela ANVISA. Porém, através do gráfico de resíduos verificou-se a presença de heterocedasticidade, no qual a variância aumentou proporcionalmente com a concentração de DCF. Neste caso, fez-se o tratamento estatístico de ponderação na regressão<sup>3</sup>. Assim, neste estudo empregou-se a reta de regressão ponderada. Na Figura 1 são apresentados os cromatogramas sobrepostos obtidos das amostras coletadas na ETE de São Carlos-SP em junho de 2010 (período de estiagem).

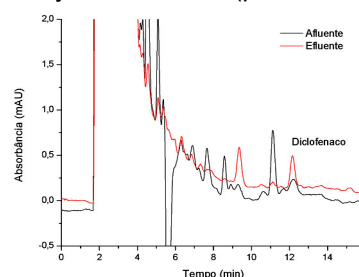


Figura 1 - Cromatogramas sobrepostos do afluente e efluente do esgoto sanitário da ETE de São Carlos-SP.

Verifica-se pela Figura 1 a presença de pico no mesmo tempo de retenção do DCF (12,3min), indicando a presença de DCF nas amostras coletadas. Na amostra de afluente foi apenas detectado DCF, enquanto que, no efluente foi quantificado  $2,87\mu\text{g DCF L}^{-1}$ . Não foi detectado DCF nas amostras coletadas durante o mês de dezembro de 2010 (período chuvoso).

### Conclusões

Através do método empregado foi possível detectar e quantificar o suposto fármaco no afluente e efluente final da ETE de São Carlos-SP.

### Agradecimentos

Os autores agradecem a CNPq e a FAPESP.

<sup>1</sup> Togola, A.; Budzinski, H. *J. Chromatography A*. 2008, 1177, 150.

<sup>2</sup> Peron, K.A. Dissertação (Mestrado), IQSC-USP, São Carlos, 2007.

<sup>3</sup> Miller, J.N.; Miller, J.C. *Estatística y Quimiometria para Química Analítica*, 4ªed., Madrid, 2002, cap.5. 296p.