

# Metodologia analítica para monitoramento simultâneo de três fármacos usando espectroscopia UV/Vis e PLS-OPS<sup>®</sup>

Juliana C. de Paiva (PG)<sup>1\*</sup>, Hudson Zanin (PG)<sup>2</sup>, Guilherme C. Moreira (IC)<sup>1</sup>, Willian T. Suarez (PQ)<sup>1</sup>, Efraim L. Reis (PQ)<sup>1</sup>, Carlos R. Bellato (PQ)<sup>1</sup>, Reinaldo F. Teófilo (PQ)<sup>1</sup>

1. Universidade Federal de Viçosa, Departamento de Química, Viçosa/MG

2. Universidade Estadual de Campinas, Faculdade de Eng. Elétrica e Computação, Campinas/SP

\*paivacj@gmail.com

Palavras Chave: quimiometria, fármacos, UV/Vis, OPS, calibração multivariada

## Introdução

Pesquisas recentes demonstram que substâncias micropoluentes tais como os fármacos estão presentes em ecossistemas aquáticos e terrestres [1]. Há, portanto necessidade de monitorá-los, diminuir a liberação para o meio ambiente e destruí-los, principalmente em fonte de água potável para abastecimento humano.

As técnicas comumente utilizadas para análise desses micropoluentes são a cromatografia líquida e a gasosa acopladas à espectrometria de massas (GC-MS e LC-MS) [2]. Tais técnicas são dispendiosas, demoradas e destrutivas. Para um monitoramento seletivo e não destrutivo durante, por exemplo, um processo de degradação deste micropoluentes, novas metodologias analíticas são necessárias. Este estudo apresenta o uso da espectroscopia UV/Vis aliada a métodos quimiométricos tais como calibração multivariada com seleção de variáveis como alternativa para a análise rápida e não destrutiva destes compostos.

## Resultados e Discussão

Os micropoluentes estudados foram os fármacos cloreto de clortetraciclina (CLO), cloreto de oxitetraciclina (OXI) e diclofenaco de sódio (DIC). Estes fármacos foram misturados segundo um planejamento fatorial parcial. Os níveis de concentração estudados para OXI e DIC foi de 10,0 a 50,0 mg L<sup>-1</sup> e para CLO foi de 1,0 a 5,0 mg L<sup>-1</sup>. As amostras foram analisadas em um espectrofotômetro Cary 50 na faixa de 200 a 450 nm. Os conjuntos de calibração e predição foram preparados com 35 e 5 amostras, respectivamente. Uma alta sobreposição foi observada nos espectros.

A regressão por quadrados mínimos parciais (PLS) foi utilizada na construção dos modelos. O algoritmo de seleção dos preditores ordenados (OPS<sup>®</sup>) foi empregado para seleção de variáveis [3].

A Figura 1 mostra as variáveis selecionadas para o DIC. Observando seu espectro puro percebe-se que uma combinação de vetores de regressão e de correlação selecionou variáveis interpretativas e que são importantes para se obter boas previsões de sua concentração. Resultados similares foram

obtidos para os modelos dos outros fármacos, indicando que o algoritmo OPS<sup>®</sup> se mostra bastante intuitivo e eficiente na seleção de variáveis.

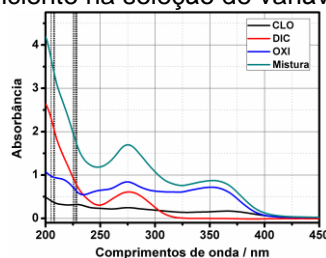


Figura 1. Espectros puros de cada fármaco, espectro da mistura e variáveis selecionadas para o diclofenaco de sódio.

A Tabela 1 mostra que melhoras significativas nos modelos ocorreram após a seleção, além disso, os modelos se mostraram aptos para a previsão após o uso do algoritmo OPS<sup>®</sup>.

Tabela 1. Resultados estatísticos obtidos a partir de dados de UV/Vis definidos para todos os fármacos.

	Completo* OPS <sup>†</sup>		Completo* OPS <sup>†</sup>		Completo* OPS <sup>†</sup>	
	CLO	Reg-S	DIC	Reg-C	OXI	Nas
Vetor Info.	-	-	-	-	-	-
hOPS	-	10	-	6	-	7
hMod.	4		3		4	
nVars	1604	344	1604	12	1604	98
RMSECV	0,548	0,312	3,417	3,038	0,891	0,468
R <sub>cv</sub>	0,926	0,977	0,965	0,973	0,999	0,999
RMSEP	0,317	0,158	1,333	0,708	0,494	0,454
R <sub>p</sub>	0,975	0,992	0,996	0,999	0,999	0,999

\*Completo: espectro completo. <sup>†</sup>OPS: Seleção OPS. hOPS: número de variáveis latentes para o vetor de regressão utilizados na seleção. hmod: número de variáveis latentes utilizadas no modelo. nVars: número de variáveis selecionadas. Reg.: vetor de regressão, C.: vetor de correlação, S.: vetor de resíduos, Nas: vetor nas.

## Conclusões

A espectroscopia UV/VIS aliada aos métodos PLS-OPS<sup>®</sup> mostrou-se uma metodologia viável, rápida e de baixo custo para realizar determinações simultâneas dos três fármacos analisados.

## Agradecimentos

Agradecimentos ao CNPq, FAPEMIG e FUNARBE pelos auxílios concedidos.

<sup>1</sup> Newbold, R. R., *Horm.-inter. J. Endocr. Metab.* **2010**, 9, 206.

<sup>2</sup> Wu, J. M.; Zhang, L. F.; Yang, Z. G., *Crit. Rev. Anal. Chem.* **2010**, 40, 234.

<sup>3</sup> Teófilo, R. F.; Martins, J. P. A.; Ferreira, M. M. C. *J. Chemometr.* **2008**, 23, 32.