

Otimização do método cromatográfico para a determinação de derivados cumarínicos em matrizes de interesse forense.

Claudia C. Barbosa (PG)¹, Carlos A. S. Riehl¹ (PQ)*. riehl@iq.ufrj.br

¹Universidade Federal do Rio de Janeiro, Instituto de Química, Avenida Athos da Silveira Ramos, 149, Edifício do Centro de Tecnologia, Bloco A, 5º andar, Cidade Universitária, Rio de Janeiro, Cep: 21949-970.

Palavras Chave: raticida, brodifacum, bromadiolona, cumatetralil, CLAE, química forense.

Introdução

Os derivados cumarínicos são encontrados como princípios ativos de raticidas comerciais.¹ A fácil obtenção destes raticidas no mercado é descrita como causadora de muitos casos de intoxicação, seja por ingestão acidental ou mesmo intencional, sendo, portanto, substâncias de interesse forense.^{2,3,4} Estes compostos atuam como anticoagulantes sanguíneos, que interrompem o ciclo de formação da Vitamina K1, necessária para a produção de vários fatores de coagulação do sangue, causando hemorragias.¹ O objetivo deste trabalho é encontrar as condições ótimas para analisar o tempo máximo de detecção do princípio ativo não degradado em matrizes de interesse forense, através da identificação de derivados cumarínicos: cumatetralil, brodifacum e bromadiolona presentes em produtos comerciais, tais como: Racumim® isca, Klerat e Ratcel G®.

Resultados e Discussão

Na literatura são descritos diferentes métodos de análise visando a separação simultânea de diversos compostos cumarínicos por cromatografia líquida de alta eficiência (CLAE).^{2,3} Porém não se observa a separação dos isômeros do brodifacum e os tempos de análise são superiores a vinte e cinco minutos. Com objetivo de separar os compostos cumarínicos e seus isômeros, e diminuir o tempo de análise foi realizado um estudo de otimização das condições cromatográficas. Preparou-se uma solução 1 mg/mL em metanol para cada um dos padrões (brodifacum, bromadiolona e cumatetralil). Estes foram analisados por CLAE com detector de ultravioleta (280 e 266 nm). Foram utilizadas diferentes colunas cromatográficas e várias composições de fase móvel, variando o modo e o gradiente de eluição.

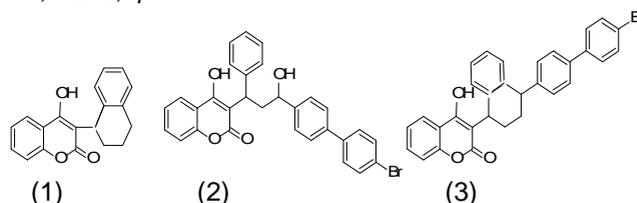


Figura 1. Estrutura química do cumatetralil (1), bromadiolona (2) e brodifacum(3).

As condições ótimas foram obtidas utilizando uma coluna C₁₈ (25 cm x 4,6mm x 5 µm) e como eluente uma solução de 80% acetonitrila: 20% solução de H₃PO₄ a 0,1%_{v/v}, modo isocrático, fluxo de 1,4 mL/min, volume de injeção de 10µL e com um tempo total de análise de 15 minutos. O cromatograma dos padrões cumarínicos está apresentado na Figura 2.

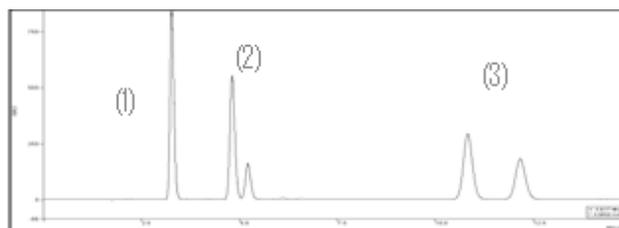


Figura 2. Cromatograma dos padrões cumarínicos: cumatetralil (1), isômeros da bromadiolona (2) e isômeros do brodifacum (3).

Conclusões

Foram determinadas as condições ótimas de análise, sendo possível separar os isômeros do brodifacum com um tempo de análise menor do que o descrito na literatura.

Agradecimentos

Capes.

¹Palazoglu, M. G. *et al*, *J. Agric. Food Chem.* **1998**, 46, 4260.

²Marek, L. J.; Koskinen, W. *C.J. Agric. Food Chem.* **2007**, 55, 571.

³Guan, F. *et al*, *J. Pharm. Biomed. Anal.* **1999**, 21, 179.

⁴Jin, M. C., Chen X. H., Zhua, Y., *J. Chromatogr A*, **2007**, 1155, 57.