

Determinação espectrofotométrica de sulfonamidas em sistema de análises em fluxo com microbombas solenoide

Amanda R. M. Silva (PG)^{1*}, Maria G. E. Abreu (IC)², Diogo L. Rocha (PQ)¹, Wanessa R. Melchert (PQ)²
*amandaribeiroms@yahoo.com.br

¹Centro de Energia Nuclear na Agricultura – CENA/USP – Av. Centenário, 303; Piracicaba/SP

²Escola Superior de Agricultura “Luiz de Queiroz” - ESALQ /USP – Av. Pádua Dias, 11; Piracicaba/SP

Palavras Chave: espectrofotometria, análises em fluxo, cela de longo caminho óptico, sulfonamidas

Introdução

Sulfonamidas representam uma classe de antibióticos muito utilizada na medicina humana e veterinária. Estes xenobióticos são continuamente introduzidos no ambiente aquático, o que representa um potencial risco à saúde humana. Evidências recentes indicam que a sulfametazina pode causar câncer na glândula tireoide. Além disso, o organismo pode desenvolver resistência aos micro-organismos, ocasionando efeitos nocivos nos tratamentos de infecções bacterianas. Assim, é fundamental o desenvolvimento de métodos analíticos sensíveis para a determinação destes compostos em águas. O presente trabalho tem como objetivo a determinação de sulfonamidas em águas utilizando sistema de análises em fluxo com microbombas solenoide e espectrofotometria de longo caminho óptico, a fim de obter baixos limites de detecção.

Resultados e Discussão

Sulfametazina foi utilizada como espécie modelo para a determinação espectrofotométrica (550 nm), baseada na reação com *p*-dimetilaminocinamaldeído (*p*-DAC) e dodecil sulfato de sódio (SDS) em meio ácido. O módulo de análises empregado (Figura 1) foi construído com microbombas solenoide (Bio-Chem), que dispensam com precisão volumes ca. 20 µL por pulso e foram operadas de acordo com a Tabela 1. Para a medida dos sinais, foi empregado um detector multicanal (Ocean Optics, USB 4000), diretamente acoplado a um computador. Fibras ópticas foram utilizadas para transmitir a radiação a uma cela de fluxo com caminho óptico de 100 cm. Os parâmetros analíticos otimizados estão descritos na Tabela 2.

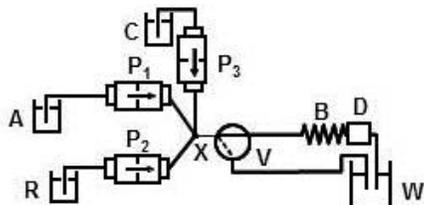


Figura 1. Diagrama de fluxo para determinação de sulfonamidas. P₁-P₃: microbombas solenoide; A: amostra; C: transportador, H₂O; R: reagentes *p*-DAC 1,3x10⁻³ % (m/v) em HCl 3,7x10⁻² mol L⁻¹ e SDS 0,020 mol L⁻¹; B: bobina; D: cela de fluxo (100 cm); V: válvula solenoide; W: descarte e x: ponto de confluência.

Tabela 1. Rotina de acionamento das microbombas solenoide para a determinação de sulfonamidas.

Etapa	P ₁	P ₂	P ₃	Pulsos/Tempo
Inserção da amostra	1/0	0	0	2*
Inserção de reagentes	0	1/0	0	5*
Parada de fluxo	0	0	0	15 s
Transporte da zona de amostra e medida	0	0	1/0	220

*2 ciclos de amostragem; 1/0: pulsos de corrente na microbomba

Tabela 2. Parâmetros otimizados para a determinação de sulfonamidas.

Parâmetro	Faixa estudada	Valor selecionado
Pulso amostra	1 - 7	2
Pulso reagente	1 - 7	5
Ciclos de amostragem	1 - 3	2
Parada de fluxo (s)	0 - 60	15
[<i>p</i> -DAC] (% m/v)	3,3x10 ⁻⁴ – 5,2x10 ⁻³	1,3x10 ⁻³
[SDS] (mol L ⁻¹)	0,005 – 0,040	0,020

Resposta linear foi observada entre 10 e 150 µg L⁻¹, descrita pela equação $A = 0,29261 + 0,44434 C$ (µg L⁻¹), R=0,996 com limite de detecção (99,7% de confiança) de 2,75 µg L⁻¹. O coeficiente de variação (n=20) e a frequência de amostragem foram estimados em 2,41% e 57 determinações/hora, respectivamente, sendo consumidos 2,70 µg *p*-DAC e 1,20 mg SDS por determinação. O procedimento desenvolvido será aplicado à determinação de sulfonamidas em águas.

Conclusões

O procedimento analítico desenvolvido apresentou alta sensibilidade, podendo ser uma das alternativas para a determinação de sulfonamidas em águas, uma vez que estudos revelam a presença de fármacos no ambiente na ordem de µg L⁻¹ (ppb) a mg L⁻¹ (ppm).

Agradecimentos

À FAPESP e ao CNPQ pelos auxílios concedidos.

Weinert, P., Tese de doutorado, UNESP, Araraquara/SP, 2008.
Herrera, A.V.H; Borges, J.H; Afonso, M.M; Palenzuela, J.A.; Delgado, M.A.R, *Talanta* 2013, 116, 695.