

## Determinação de Carbamazepina em água por microextração em fase sólida e cromatografia gasosa acoplada e espectrometria de massas.

Isla Alcântara Gomes<sup>1</sup> (IC)\*, Maria de Lara P. M. Arguelho<sup>1</sup> (PQ), Michel Rubens dos Reis Souza<sup>1</sup> (PQ), Haroldo Silveira Dórea<sup>1</sup> (PQ).

<sup>1</sup>Universidade Federal de Sergipe, Departamento de Química, Laboratório de Análise de Compostos Orgânicos Poluentes (LCP), Rod. Marechal Rondon s/n, CEP.49100-000. E-mail: isloca@gmail.com

Palavras Chave: POE, SPME, GC-MS, Carbamazepina, Poliacrilato, água.

### Introdução

Os poluentes orgânicos emergentes (POE) compreendem produtos de uso farmacêuticos, higiene pessoal, veterinário, indicadores de atividade antrópica, subprodutos industriais, embalagens industriais, hormônios naturais e drogas ilícitas e têm sido determinados em diversas matrizes ambientais<sup>1</sup>. A carbamazepina, fármaco derivado do Iminoestibeno possui um amplo espectro farmacológico, incluindo ação antiepiléptica e tratamento de dor neuropática. Em 2004, Clara *et al.*<sup>2</sup> estudaram a Carbamazepina como um possível marcador de atividade antropogênica no meio, caracterizando o fármaco como persistente, não sofrendo nenhuma degradação ou absorção durante a passagem pelo solo e armazenamento subterrâneo. Diante desta realidade, o presente trabalho tem como objetivo o desenvolvimento de um método analítico por Microextração em Fase Sólida (SPME) e Cromatografia Gasosa acoplada a Espectrometria de Massas para determinação do POE Carbamazepina em água.

### Resultados e Discussão

O cromatógrafo a gás modelo QP-2010 (Shimadzu) acoplado ao espectrômetro de massas modelo QP-2010 Plus foi operado nas seguintes condições: Injetor *splitless* (1 min); temperatura da rampa: 160 °C (1.0 min); 20 °C min<sup>-1</sup> até 200 °C (1.0 min); 5 °C min<sup>-1</sup> até 280 °C (1 min).; fluxo de coluna igual a 1,2 mL min<sup>-1</sup>; temperatura da interface 280 °C e *electron impact* de 70 eV. Modo de varredura *SIM* para íons 193 (Carbamazepina), 165 (Iminoestibeno) e 236 (ambos).

Foram realizados testes de condições cromatográficas e desenvolvimento do método de extração por SPME para Carbamazepina e o Iminoestibeno, otimizando parâmetros como pH, adição de sal e tempo. Para extração, a fibra PA foi inserida diretamente na amostra de 5 mL de água contaminada com Carbamazepina 10 µg mL<sup>-1</sup>, pH 2 e adição de 1 g de NaCl, sob agitação magnética de 1200 rpm à 30 °C por 45 min. Após a extração, a fibra foi exposta dentro do injetor (250 °C) por 5 min. Ambos fármaco e degradação mostraram-se compatíveis com cromatografia gasosa, mantendo-

se linear na faixa de estudo (1 a 10 µg L<sup>-1</sup>) com coeficiente de correlação superior a 0,99 e valor de LOQ = 1 µg mL<sup>-1</sup>, sendo o Iminoestibeno 2,5 vezes mais sensível que a Carbamazepina. Observou-se, após extração por fibra PA, presença de efeito memória para o Iminoestibeno, sendo esse anulado após 5 minutos de desorção da fibra no GC-MS à 250°C

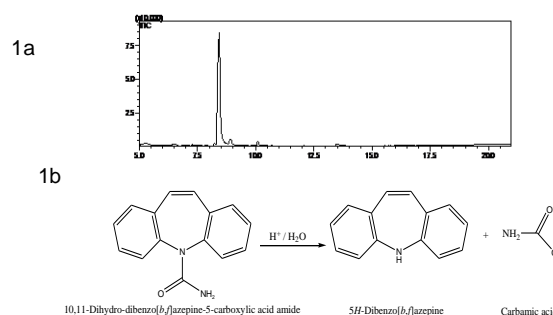


Figura 1. Cromatograma referente à extração por SPME (1 a); Reação de degradação de Carbamazepina em Iminoestibeno (1 b).

### Conclusões

Testes de extração foram realizados e definiu-se a extração direta com fibra de PA como melhor adsorvente para o fármaco estudado. O procedimento apresentou tempo de extração rápido e, quando comparado a métodos convencionais, apresenta vantagens como simplicidade, facilidade de operação, rapidez e ausência da necessidade de uso de solventes orgânicos. O fármaco estudado e sua degradação natural se mostraram lineares na faixa de estudo, apresentando boa sensibilidade e compatibilidade com a técnica.

### Agradecimentos

Ao CNPq pela bolsa concedida.

<sup>1</sup>La Farré, M.; Pérez, S.; Kantiani, L.; Barceló, D. *Trends Anal. Chem.* p. 27-991, 2008.

<sup>2</sup>CLARA, M.; STRENN, B.; KREUZINGER, N. *Water Research*, v. 38. n. 4, p. 947-954, 2004.