

Padronização e validação analítica do método DPX/LC-UV para análise de creatinina em amostras de urina.

Aline R. Fernandes¹(IC), Andréa R. Chaves^{1*}(PQ), Anselmo E. de Oliveira¹(PQ)

1. Instituto de Química Universidade Federal de Goiás.
Avenida Esperança, s/n - Setor Itatiaia, Goiânia - GO, 74690-900

Palavras Chave: Creatinina, planejamento experimental e DPX.

Abstract

Standardization and analytical validation of the method DPX / LC-UV for analysis of creatinine in urine samples.

A DPX / LC-UV method was developed for the analysis of creatinine in urine samples and demonstrated to be a potential analysis tool.

Introdução

A creatinina é um metabolito de excreção, gerado da degradação de creatina nos músculos. A quantificação de seus níveis no soro sanguíneo e na urina é um importante parâmetro em diagnóstico clínico. Anormalidades em sua concentração podem ter como causas doença renal, problemas na tireoide e distrofia muscular.^{1,2}

Com o auxílio de planejamento experimental, padronizou-se um método DPX/LC-UV para a extração de creatinina. O planejamento escolhido foi o fatorial 2^4 , por contemplar um menor número de experimentos a serem realizados e por avaliar o efeito de diferentes parâmetros simultaneamente. Os parâmetros usados foram pH, ciclos de aspiração, solvente de dessorção e ciclos de dessorção. Empregando as condições otimizadas o método DPX/LC-UV foi validado segundo as normas da ANVISA.

Resultados e Discussão

Os dados obtidos nos experimentos foram tratados usando o software Design-Expert® e obteve-se como resposta, que dos quatro parâmetros analisados o solvente de dessorção é o efeito principal, ou seja, o que mais influencia no rendimento de extração DPX, a quantidade de ciclos de aspiração não apresenta influência significativa no rendimento e os demais parâmetros são efeitos secundários que a auxiliam no aumento do rendimento, porém com menos efeito que o solvente.

Foi gerado um cubo, onde estão dispostos os três parâmetros relevantes do método e pode-se perceber que o melhor resultado, maior valor no vértice do cubo, é obtido quando usa-se metanol como solvente de dessorção, pH 9 e 7 ciclos de dessorção.

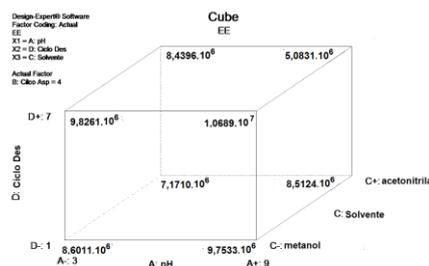


Figura 1 - Cubo de planejamento.

Segundo o planejamento experimental realizado as condições de análise foram 500µL de amostra em pH 9 em 1 ciclo de extração. Após a pré-concentração os analitos foram dessorvidos em 1mL de metanol em 7 ciclos de dessorção.

O método DPX/LC-UV desenvolvido foi validado, apresentando linearidade de 0,34 a 3,40g/mL.

A seletividade, especificidade, previsão intra e inter-ensaios e exatidão foram contemplados, segundo valores especificados pela ANVISA.

Conclusões

O uso do método DPX/LC-UV usando a ponteira contendo fase RPS, mostrou-se bastante eficiente para a pré-concentração de creatinina em amostras de urina. Com o uso do planejamento experimental foi possível determinar as condições ótimas de extração, com uma menor quantidade de experimentos do que se usaria em uma otimização unidimensional. O método DPX/LC-UV foi validado Segundo a ANVISA, mostrando-se uma ferramenta analítica útil para determinação de creatinina em amostra de urina.

Agradecimentos

CAPES e CNPq.

¹ Mohabbati-Kalejahi E., Azimirad V., Bahrami., Gambari A. *Talanta*. **2012**, 1-8, 97.

² Chizzotti M. L. *Tese de Mestrado*, Universidade Federal de Viçosa, Brasil, 2004.