

Determinação do antidepressivo Citalopram em sedimentos empregando LPME-HPLC-FD

Ismael L. Costa Jr.^{1,2} (PG) *, Andressa N. Ramalho¹(PG), Thiara R. Lopes²(PG), Adelmo L. Plestsch² (PQ), Yohandra R. Torres¹ (PQ). *ismael@utfpr.edu.br

¹UNICENTRO – Campus Cedeteg, Guarapuava – PR; ²UTFPR – Campus Medianeira, Medianeira - PR.

Palavras Chave: Ecotoxicologia, Determinação de Antidepressivos, Cromatografia.

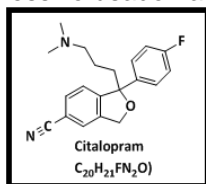
Introdução

Em meio às diversas categorias de fármacos, os antidepressivos estão entre os que têm apresentado maior aumento no consumo nos últimos anos. Devido ao seu uso e persistência, são encontrados em águas superficiais e subterrâneas, bem como nos sedimentos¹. Sua influência ecotoxicológica é praticamente desconhecida. Diante disso, propõem-se o desenvolvimento, otimização e validação de metodologias analíticas para determinação simultânea de antidepressivos enfatizando métodos cromatográficos e microextração.

Metodologia

Antidepressivo Investigado: Inibidor seletivo da recaptção de serotonina (ISRSS) apresentado na Figura 1.

Figura 1. Antidepressivo usado na pesquisa.



A solução padrão foi preparada na concentração de 500 mg L⁻¹ em água ultrapura. Para a curva analítica foram preparadas soluções padrão na faixa de 1 a 20 mg mL⁻¹.

Instrumental: Cromatógrafo a líquido, WatersTM 600 Pump, detectores UV (λ_{CIT} =275 nm) e FD (λ_{EXI} =230 nm, λ_{EMI} =300 nm), colunas XTerra[®] C18 5 μ m (4,6x250 mm) e Phenyl 5 μ m (4,6x250 mm).

Fase Móvel: Diferentes composições de fases móveis foram avaliadas, todas em modo de eluição isocrático, para separação dos fármacos. O fluxo mantido de 0,8 a 1,0 mL min⁻¹.

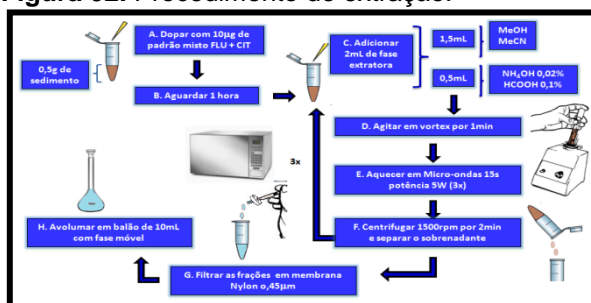
Extração e Recuperação: Foi utilizada uma amostra de sedimento liofilizado e peneirado em malha de 32 mesh, coletada em uma nascente preservada e isenta de poluição antrópica.

Resultados e Discussão

Fase Móvel: A condição que apresentou melhor resolução foi Acetonitrila/NH₄OH 0,02% (80:20), fluxo 0,8 mL min⁻¹ empregando a coluna XTerra[®] C18 5 μ m (4,6 x 250 mm).

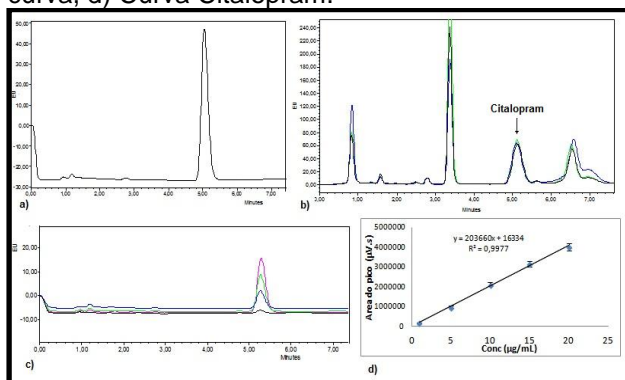
Na Figura 2 é apresentado um esquema da extração proposta. A curva analítica e alguns dos cromatogramas são representados na Figura 3.

Figura 02. Procedimento de extração.



Extração e Recuperação: Planejamento experimental Box-Behnken com 13 corridas combinando solventes (ACN ou MeOH), pH (ácido ou básico) e tempo (10 ou 20 min). As melhores respostas foram avaliadas pela recuperação.

Figura 03. a) Cromatograma padrão, b) Cromatograma recuperação, c) Cromatogramas curva, d) Curva Citalopram.



As melhores recuperações (54 a 84%) ocorreram nos ensaios com tempo de 15min, usando MeOH/HCOOH 0,1% na proporção de 75:25% da fase extratora.

Conclusões

Serão realizados novos experimentos para otimizar a composição da fase extratora empregando HCl para pH mais ácidos, além de um número maior que três frações de extrações no micro-ondas. Para minimizar o efeito matriz será preparada uma curva na presença do sedimento.

Agradecimentos

Agradecimento à Unicentro, FINEP e CNPQ.

¹Sacher, F.; Lang, F. T.; Brauch, H. J.; Blankenhorn, I. J. Chrom. A, v. 938, n. 1-2, p. 199-210, 2001.