

## 7 Conclusão.

A proposta inicial de desenvolver metodologia analítica para determinação de ciclofenil em formulações farmacêuticas e em urina por espectrofluorimetria foi alcançado. Para tal, fez-se uso de um fotoproduto do ciclofenil. Fotoproduto este que possui propriedades luminescentes mais intensas que o composto original. Os estudos multivariados permitiram obter as condições analíticas que propiciaram um máximo de sinal fluorescente para a determinação deste composto nas formulações farmacêuticas. O estudo univariado prévio foi fundamental para o sucesso dessa otimização. O método se mostrou sensível e seletivo para a determinação em formulações farmacêuticas, sendo aplicado a amostras comerciais. No entanto, o método não se mostrou seletivo para a determinação em urina. Foi observado um problema de interferência espectral, tendo sido corrigido apenas com o acoplamento de metodologia de separação (HPLC).

O sinal fluorescente de um dos fragmentos do ciclofenil foi utilizado e a padronização interna com acetato de m-toluil foi necessária para permitir o melhor desempenho do método. O desempenho dos métodos foi satisfatório como indicado pelos parâmetros de validação e testes de recuperação. O mecanismo proposto para a formação do derivado do ciclofenil parece bastante plausível, baseado nos dados obtidos.

No caso do desenvolvimento de metodologia para determinação simultânea de azoxistrobina e dimoxistrobina, um método original foi desenvolvido. Foram realizados testes para encontrar a melhor condição de análise (condições instrumentais e experimentais) para cada um destes compostos e para se encontrar uma condição de compromisso para a determinação simultânea dos mesmos. A influência da presença de outras estrobilurinas (piraxistrobina e picoxistrobina) não resultou em interferência na determinação de azoxistrobina e dimoxistrobina. O método foi aplicado com sucesso na determinação destes compostos em água de rio e sucos industriais, onde não se verificou a necessidade de etapa de pré-

tratamento, no entanto, para a determinação em amostras de batata e de uva, foi necessário o uso de procedimentos especiais prévios, mas nenhum que inviabilize o uso rotineiro do método. Os parâmetros de desempenho do método foram verificados e indicados como satisfatórios. Um mecanismo redox simples foi sugerido baseado em resultados experimentais de voltametria cíclica e estudos com voltametria de onda quadrada.

Para a determinação de Cu (II) por voltametria de redissolução anódica com o eletrodo de filme de bismuto, se fez necessário resolver a interferência por sobreposição entre os picos de Cu (II) e de Bi (III). Esta interferência foi resolvida pela adição de peróxido de hidrogênio à cela eletroquímica. Esta adição provocou o deslocamento do pico do Cu (II) para regiões mais anódicas, propiciando a determinação de Cu (II). Ainda encontrou-se as melhores condições instrumentais para a determinação seqüencial de Cu (II), Cd (II) e Pb (II) em cachaça utilizando o BiFE. Foi necessário desenvolver também uma metodologia para eliminar a interferência da matriz da cachaça, combinando um pré-tratamento com ácido nítrico com irradiação ultravioleta. Desta forma foi feita a determinação seqüencial destes elementos em diversas amostras comerciais da bebida. Os resultados para Cu (II) foram comparados com os obtidos por outra técnica analítica e nenhuma diferença estatística (para uma confiança de 95%) foi identificada.