

5 Conclusões e trabalhos futuros

Métodos analíticos baseados em MECC e SS RTP foram desenvolvidos e validados para determinação de estrobilurinas (picoxistrobina e piraclostrobina) e enrofloxacina, respectivamente. O método em MECC foi inicialmente otimizado para promover a separação dos fungicidas e para avaliação dos resultados em termos de reprodutibilidade. Uma ótima separação dos picos foi obtida com boa simetria e resolução. A validação do método foi muito importante para avaliar o desempenho das análises no CE. Em busca de aumentar a sensibilidade, não foi possível aplicar rotineiramente a cela de caminho óptico alongado nas análises, mas seu uso mostrou ser eficiente no aumento do sinal analítico. Alternativamente, para aumentar a sensibilidade, o método de pré-concentração em linha foi aplicado com sucesso nas determinações dos analitos, possibilitando aumentar o sinal analítico em 5 vezes e chegar a limites de detecção e quantificação na ordem de 10^{-7} mol L⁻¹ o que equivale a centenas de mg L⁻¹. A presença do padrão interno azoxistrobina não provocou, em termos da melhoria da resposta linear e de correção nos tempos de migração relativos, a melhoria que se esperava. No entanto, quando o método foi aplicado em amostras de urina e água de riacho, valores de recuperações satisfatórios para os analitos em níveis de resíduos foram obtidos, em especial, o uso do padrão interno foi importante no resultado encontrado para a piraclostrobina. A precisão do método (repetitividade e reprodutibilidade interna) tanto para a área quanto para o tempo de migração, apresentou resultados satisfatórios independentemente do uso do padrão interno.

O desenvolvimento do método por SS RTP foi inicialmente baseado em estudos preliminares para o conhecimento das características fosforescentes da enrofloxacina. O maior sinal fosforescente foi alcançado pela presença de nitrato de tálio, a partir de soluções de analito preparadas em meio básico após irradiação UV durante 30 minutos. Nessas condições o sinal apresentou maior estabilidade frente à radiação de excitação. O estudo das soluções de enrofloxacina irradiadas utilizando o HPLC mostrou apenas que ocorrem modificações na estrutura do fotoproduto em questão, outro método deve ser utilizado para identificação do composto (espectrometria de massas). A

validação do método fosforescente foi realizada e os limites de detecção e quantificação encontrados ficaram na ordem de 10^{-6} mol L⁻¹ com valores em termos de massa depositada no papel igual a 2,12 e 4,74 ng, respectivamente. O estudo de comparação entre os métodos de SS RTP e HPLC mostrou que não existe diferença significativa (nível de significância de 5%) entre eles na determinação da enrofloxacin em formulações farmacêuticas. A precisão do método na medição do sinal analítico é afetada pela não homogeneidade dos substratos sólidos, esse resultado foi mostrado pelos valores de repetitividade. No cálculo da incerteza da medição do sinal fosforescente da enrofloxacin a repetitividade nas mudanças de substrato foi o componente que mais contribuiu na incerteza combinada.

Como trabalhos futuros para o método desenvolvido por MECC sugerem-se:

- i. Uma nova avaliação do uso do padrão interno, como também a busca de outra substância que possa ser usada para esse propósito sem estar presente na matriz analisada.
- ii. Aplicação da cela de caminho óptico alongado em conjunto com a pré-concentração em linha para um grande aumento na sensibilidade do método.
- iii. A inclusão de um novo composto da família das estrobilurinas no método aumentado assim o número de compostos determinados e possível aplicação em amostras de frutas onde possam estar presentes.

Para o método em SS RTP seria interessante trabalhar os seguintes itens:

- i. Avaliação de outro substrato sólido, como o Nylon, visando à minimização da repetitividade do método, uma vez que tem uma forte contribuição para a incerteza de medição. O Nylon é um substrato interessante, pois permite a observação de intenso sinal fosforescente em ambiente de baixo sinal de fundo. Outra forma de minimizar a repetitividade é fazer adaptações do suporte de substrato sólido de modo ser possível a busca de maior sinal fosforescente no momento da leitura, diminuindo assim erros de adição das soluções no centro do papel.
- ii. Aplicação do método para determinação da enrofloxacin em amostras biológicas como leite e urina, sendo necessário um estudo de extração em fase sólida para minimizar possíveis

interferências e aumentar a sensibilidade com pré-concentração da amostra.