

Edilson Ribeiro de Oliveira  
Junior<sup>a</sup>

Amanda Karla Campos da  
Costa<sup>a</sup>

Kênnia Rocha Rezende<sup>a\*</sup>

<sup>a</sup>Universidade Federal de Goiás  
(UFG), Faculdade de Farmácia.

\*Autor para correspondência:  
Laboratório de Biofarmácia e  
Farmacocinética – Universidade  
Federal de Goiás, Praça  
Universitária, nº 1166, Goiânia,  
Goiás, Brasil. 74.605-220. E-mail:  
kennia@farmacia.ufg.br Telefone:  
+55(62)3209-6181.



Congresso de Ciências  
Farmacêuticas do Brasil Central



UNIVERSIDADE ESTADUAL DE GOIÁS  
PRÓ-REITORIA DE PESQUISA E PÓS-  
GRADUAÇÃO

Endereço: BR-153 – Quadra Área  
75.132-903 – Anápolis –  
revista.prp@ueg.br

Coordenação:  
GERÊNCIA DE PESQUISA  
Coordenação de Projetos e Publicações

Publicação: 19 de setembro de 2013

Modalidade: Graduação

## PRÉ-VALIDAÇÃO DE MÉTODO ANALÍTICO PARA PSORALENO E BERGAPTENO EM AMOSTRAS DE MICRODIÁLISE, POR HPLC-PDA

*Pre-validation of HPLC-PDA method for psoralen and bergapten samples from microdialysis*

### RESUMO

**Introdução e objetivos:** Os psoralenos são notáveis fotossensibilizantes químicos<sup>1</sup>. É necessário um método analítico sensível para quantificar o psoraleno e o bergapteno em amostras de microdiálise obtidas para estudos farmacocinéticos. Este trabalho avaliou os critérios de pré-validação analítica para o método cromatográfico desenvolvido. **Metodologia:** Amostras analisadas em HPLC-PDA Thermo Accela 600, em 245 nm, coluna ACE C18 (4,0×150 mm, 5 µm), acetonitrila:ácido acético 0,8% (32:68, v/v) e vazão de 1,0 mL/min. A *seletividade* foi verificada mediante detecção seletiva dos componentes da solução de Ringer nos tempos de retenção dos analitos. Avaliou-se a *linearidade* em faixa dinâmica (7 pontos, duplicatas diárias); a *precisão e exatidão* através dos controles de qualidade (0,1; 2,5 e 4,5 µg/mL), triplicatas diárias. O limite de quantificação foi analisado em quintuplicatas de amostras diárias. **Resultados e discussões:** Durante os dois dias de análise o método apresentou *seletividade* e *linearidade* na faixa de concentração avaliada (0,015-5,000 e 0,035-5,000 µg/mL, respectivamente;  $r > 0,99$ ); *Limite de quantificação* de 0,015 e 0,035 µg/mL (DPR: 2,88 e 2,71%). *Precisão* de 1,22-4,89% para psoraleno e 0,76-4,27% para bergapteno. *Exatidão* de 97,27-98,65% e 95,66-98,72%, respectivamente. **Conclusão:** O método apresentou seletividade, linearidade, precisão e exatidão, potencial adequação farmacocinéticos após subsequente validação. **Agradecimentos:** CNPq, FAPEG, CAPES e FUNAPE.

**Palavras-Chave:** microdiálise; psoralenos; validação, HPLC-PDA.

### ABSTRACT

**Introduction and Objectives:** Psoralens are remarkable photosensitizing chemicals<sup>1</sup>. A sensitive analytical method is required in order to quantify psoralen and bergapten in microdialysis samples obtained from pharmacokinetics studies. Therefore, the aim of this work was assess pre-validation method criteria. **Methodology:** Sample analysis was carried out using an HPLC-PDA Thermo Accela 600, 245 nm, ACE C18 column (4.0mm×150 mm, 5µm), acetonitrile:acetic acid 0,8% (32:68, v/v) and flow rate was 1.0 mL/min. *Selectivity* was run against blank Ringer's solution and psoralens retention time. Evaluated the *linearity* in dynamic range (7 points, duplicates daily), the *interday precision* and *accuracy* for analysis of quality controls (0,1; 2,5 and 4,5 µg/mL), triplicates daily. The limit of quantification was evaluated in quadruplicates daily. **Results:** During the two days of analysis, method showed *selectivity* and *linearity* over the evaluated concentration range (0.015-5.00 and 0.035-5.00 µg/mL for psoralen and bergapten, respectively;  $r > 0.99$ ); *Limit of quantification*: 0.015 and 0.035 µg/mL; *Precision* ranged between 1,22-4,89% for psoraleno e 0,76-4,27% for bergapteno, and *exatidão* 97,27-98,65% and 95,66-98,72% respectively. **Conclusions:** The method showed selectivity, linearity, precision and accuracy, having the potential appropriateness and usefulness in pharmacokinetic studies after further validation. **Acknowledgments:** CNPq, FAPEG, CAPES, FUNAPE e BioPK.

**Keywords:** microdialysis; psoralens; validation; HPLC-PDA.

<sup>1</sup>STOLK, L.M.; SIDDIQUI, A. H. Biopharmaceutics, Pharmacokinetics and Pharmacology of Psoralens. **General Pharmacology**. v. 19, n. 5 p. 649-653, 1988.