

Desenvolvimento de métodos por ICP OES e espectrofotometria UV-Vis (Sandell - Kolthoff) para a determinação de iodo em fármacos.

Amanda R. D. Fonte (PG), Vitor de Araújo Freitas (PG), Rosângela C. Barthus (PQ)*

Universidade Federal do Espírito Santo - Av. Fernando Ferrari, 514 – Goiabeiras – Vitória (ES)

Palavras Chave: Iodo, método cinético de Sandell-Kolthoff, ICP OES.

Introdução

O desenvolvimento de metodologia analítica para a determinação de iodo em medicamentos é extremamente necessário para assegurar a qualidade destes produtos. A importância do iodo se deve ao fato de que este é um micronutriente essencial para síntese dos hormônios triiodotironina (T3) e tiroxina (T4) produzidos na tireóide. Essas substâncias são utilizadas na manutenção de uma série de processos bioquímicos reguladores do funcionamento de diversos órgãos dos seres humanos. O excesso ou a carência desse elemento pode acarretar diversos problemas à saúde. Neste trabalho a comparação entre duas diferentes técnicas analíticas: a espectrofotometria na região do visível, usando o método cinético de Sandell-Kolthoff e a espectrometria de emissão óptica acoplada ao plasma (ICP OES) para esta determinação foi realizada.

Resultados e Discussão

Os medicamentos utilizados nas análises apresentaram a seguinte composição: xarope comercial de marcas distintas continham 100 mg de iodeto de potássio, a cada 5 mL do medicamento. Alguns continham extratos de plantas, corantes e aromatizantes. Para os suplementos, tem-se que a formulação utilizada nos medicamentos é base de diversos produtos comercializados utilizados em casos de suplementação para mulheres grávidas ou em período de lactação. Para as análises das soluções expectorantes (xaropes) e suplementos também foram realizadas diluições do medicamento em água. Após cada etapa do preparo de amostra, mantiveram-se as soluções em banho ultrassom por 10 min (xarope) e 30 min (suplemento). As determinações do analito foi efetuada usando o equipamento ICP OES Optima 7000 DV (Perkin – Elmer) com sistema automático Dual Viewing (axial/radial) equipado com sistema ótico Echelle e gerador de RF do estado sólido (40 MHz). As variáveis otimizadas foram : fluxo do gás de nebulização, potência e fluxo de introdução da amostra. As análises realizadas por espectrofotometria UV-VIS utilizou-se o equipamento Pró-análise[®] 1100. O método consiste na determinação indireta do iodeto por agir como catalisador sobre a reação de oxirredução, entre o Ce^{4+} e As^{3+} . Para a verificação da qualidade dos métodos propostos, usou-se as recomendações do MAPA. Para ambos, os métodos , as curvas de calibração demonstraram boa linearidade, pois os

38ª Reunião Anual da Sociedade Brasileira de Química

coeficientes de correlação (R^2) apresentaram um valor superior a 0,998 . Outro teste estatístico, aplicado foi a ANOVA, com bons resultados. Os modelos foram considerados homocedásticos usando teste de Cochran e portanto pode-se aplicar o método dos mínimos quadrados na calibração. Os resíduos se mostraram aleatórios. Não foi constatado efeito matriz em nenhum dos métodos e os resultados de recuperações variaram entre 95,00 a 98,00 % para o UV-Vis e 98,00 a 104,00 % para o ICP OES. Os métodos também são precisos (baixos valores de CV). O valor do limite de detecção para o UV-Vis foi de 0,004 mg L⁻¹ e para o ICP OES foi de 0,33 mg L⁻¹. Os resultados são apresentados na tabela1.

Tabela1. Resultado da determinação de iodo nas amostras de medicamento

Identificação das amostras	Espectrofotometria UV-Vis com reação de Sandell-Kolthoff		ICP OES	
	Média	Desvio Padrão	Média	Desvio Padrão
Xarope 1	99,22 ^c	3,17	97,82 ^c	4,25
Xarope 2	92,90 ^c	2,12	93,25 ^c	3,35
Xarope 3	96,45 ^c	3,00	97,17 ^c	3,64
Xarope 4	99,60 ^c	2,38	94,24 ^c	4,02
Suplemento 1	250,52 ^d	7,28	228,32 ^d	15,26
Suplemento 2	286,26 ^d	3,12	290,69 ^d	24,10

^cmg em 5 mL do produto, ^dµg por cápsula.

Conclusões

Os resultados das análises das amostras indicaram que os métodos geram respostas similares. Outro ponto de destaque é que, os equipamentos utilizados nesse estudo servem para diversos outros ensaios na área farmacêutica, cabendo aos analistas avaliarem os resultados dos ensaios de qualidade, o custo financeiro e a aplicabilidade do método, a fim de selecionarem o melhor em cada situação.

Agradecimentos

Capes, LQA –UFES, NCQP-UFES

[†]Oliveira, A. A.; Nobrega, J. A.; Pereira Filho, E. R.; Trevizan, L. C.; *Quim. Nova*, **2012**, *35*, 1299.

