

Determinação de bumetanida em medicamentos utilizando espectroscopia de reflectância difusa

Fernanda Pollo* (PG), Patrícia L. Weinert (PG), Leonardo Pezza (PQ), Helena R. Pezza (PQ)

ferpollo@posgrad.iq.unesp.br

Departamento de Química Analítica, Instituto de Química, UNESP, CP 355, CEP 14801-970, Araraquara, SP

Palavras Chave: bumetanida, reflectância, difusa

Introdução

A bumetanida é um potente diurético. São encontrados poucos métodos analíticos para sua determinação como CLAE¹, cromatografia gasosa² e eletroforese capilar³. A Farmacopéia Americana⁴ recomenda o uso da CLAE para sua determinação. O método desenvolvido no presente trabalho utiliza a combinação de spot test com espectroscopia de reflectância difusa apresentando vantagens relacionadas à rapidez, simplicidade e baixo consumo de reagentes para análise de bumetanida.

Resultados e Discussão

O método é baseado na reação entre *p*-dimetiaminocinamaldeído (*p*-DAC), ácido clorídrico e bumetanida sobre a superfície de um papel de filtro gerando um produto colorido (? máx. = 525nm) estável por no mínimo 60 minutos. Na Figura 1 está representado seu espectro, com o valor máximo de A_R . Para otimizar as condições experimentais a metodologia de superfície de resposta foi a ferramenta utilizada a fim de encontrarmos as melhores condições experimentais.

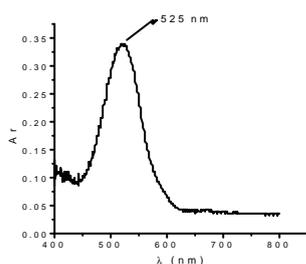


Figura 1. Espectro de reflectância do produto colorido

Nenhuma interferência foi observada em relação aos excipientes estudados, com porcentagens de recuperação variando de 96 a 104% e coeficientes de variação menor que 3% para três repetições.

A curva analítica foi construída obtendo-se uma relação linear de $1,37 \times 10^{-4}$ a $1,37 \times 10^{-3} \text{ mol L}^{-1}$ com $r = 0,998$. Os limites de detecção (LOD) e de quantificação (LOQ) foram: $3,98 \times 10^{-5} \text{ mol L}^{-1}$ e $1,33 \times 10^{-4} \text{ mol L}^{-1}$. O método proposto foi aplicado à

análise de 5 amostras comerciais contendo o equivalente a 1 mg de bumetanida por

comprimido/cápsula, com excelentes resultados, de acordo com a Tabela 1.

Tabela 1. Determinação de bumetanida em formulações farmacêuticas.

Amostra	Método Proposto			Método Oficial
	Média ^a	F(19,0) ^b	t(2,78) ^b	Média ^a
A	0,992±0,008	1,77	2,12	1,00±0,006
B	0,989±0,004	11,11	2,00	1,00±0,007
C	0,998±0,004	1,9	0,76	1,00±0,006
D	0,988±0,01	12,13	2,5	1,01±0,003
E	1,00±0,01	1,98	0,5	1,00±0,007

^a Média de três determinações ± desvio padrão

^b Valores teóricos tabelados para n=3 a 95% de confiança

Conclusões

O método mostrou-se eficiente, apresentando boa linearidade, sensibilidade, repetibilidade e de acordo com os testes estatísticos, boa precisão e exatidão. Os valores encontrados estão em boa concordância com aqueles obtidos pelo método oficial. Portanto, a espectroscopia de reflectância difusa combinada com spot test é uma técnica alternativa que pode ser empregada em análises de medicamentos contendo bumetanida.

Agradecimentos

Gostaríamos de agradecer à FAPESP e ao CNPq pelo apoio financeiro.

¹ Angel, R.; Lapazio, T.R.; Coque, G.A.; *J. Chromat. A*, **2004**, 1022, 51-65

² Beyer, J.; Bierl, A.; Peters, FT; Maurer, HH; *Therap. Drug Monitoring*, **2005**, 27-4, 509-520

³ Gonzalez, E.; Becerra, A.; Laserna, J.J.; *J. Chromat. B*, **1996**, 687-1, 145-150

⁴ United States Pharmacopeia, 26 ed., Rockville, **2003**, 275-276

