

Determinação iodométrica de captopril utilizando sistema de análises por injeção em fluxo

Erlando S. Junior (IC)*, Wanessa R. Melchert (PG), Fábio R. P. Rocha (PQ)

Instituto de Química, Departamento de Química Fundamental, Universidade de São Paulo. *erlandojr@gmail.com

Palavras Chave: análises por injeção em fluxo, captopril, espectrofotometria, iodometria

Introdução

Os métodos mais utilizados para determinação de anti-hipertensivos apresentam dificuldades como elevado número de etapas envolvidas, utilização de reagentes tóxicos e caros, assim como procedimentos de extração demorados que geram grandes quantidades de resíduos. Por outro lado, encontram-se métodos de custo elevado devido à aquisição e manutenção do equipamento, tais como os baseados em cromatografia líquida de alto desempenho. Há, portanto, a necessidade de desenvolvimento de procedimentos rápidos e de baixo custo, nos quais as etapas de tratamento da amostra sejam simples e diretas. Sistemas de análises em fluxo (FIA) têm sido empregados especialmente para a mecanização de procedimentos analíticos, minimizando a intervenção do analista, melhorando a precisão das medidas e aumentando o número de amostras processadas por unidade de tempo. Esses sistemas também apresentam grande potencialidade para o desenvolvimento de procedimentos analíticos mais limpos, com geração de resíduos usualmente menor que em procedimentos em batelada. Neste trabalho foi desenvolvido um procedimento analítico utilizando análises por injeção em fluxo e detecção espectrofotométrica para a determinação de captopril em fármacos, baseado na descoloração de solução de triiodeto gerado em linha pela reação entre permanganato de potássio e iodeto de potássio.

Resultados e Discussão

As medidas espectrofotométricas foram realizadas em 350 nm que é o máximo de absorção do produto formado da reação iodométrica.

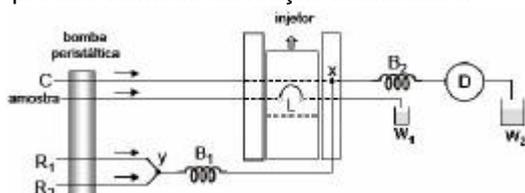


Figura 1. Diagrama de fluxo para determinação de captopril. C=carregador (H₂O) 3mL min⁻¹, R₁=KMnO₄ 3.10⁻⁵ mol L⁻¹ + H₂SO₄ 9.10⁻³ mol L⁻¹, R₂=KI 0,08 mol L⁻¹, L=alça de amostragem, B₁=reator de 50 cm, B₂=reator de 180 cm, D=detector espectrofotométrico em 350nm, W=descarte.

Na Figura 1 está esquematizado o sistema de análises em fluxo empregado e na Tabela 1 estão

listados os parâmetros otimizados. Nesta otimização foram consideradas a magnitude da linha base e do sinal analítico gerado pelo consumo de triiodeto. Resultados mais reprodutíveis foram obtidos na ausência de solução de amido.

Tabela 1. Parâmetros otimizados do sistema de análises em fluxo.

| Parâmetro | Faixa estudada | Valor selecionado |
|----------------------------------|----------------|-------------------|
| Alça de amostragem (cm) | 30 – 90 | 60 |
| Vazão de R ₁ (mL/min) | 0,9 – 3,0 | 3,0 |
| Vazão de R ₂ (mL/min) | 0,9 – 3,0 | 1,2 |
| B ₁ (cm) | 25 – 150 | 50 |
| B ₂ (cm) | 80 – 280 | 180 |

Empregando o sistema proposto, resposta linear foi observada até 9,2.10⁻⁵ mol.L⁻¹ (A = 0,04906 + 7972,73 C, r=0,999). O limite de quantificação e o coeficiente de variação (n=13) foram estimados 1,1.10⁻⁶ mol/L e 0,8%, respectivamente. A frequência de amostragem foi estimada em 88 medidas por hora. Resultados obtidos na análise de medicamentos comerciais foram concordantes com os valores rotulados a nível de confiança de 95%.

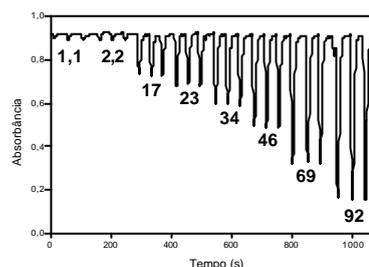


Figura 2. Sinais transientes para o captopril. Os números indicam concentração em µmol/L.

Conclusões

O método proposto é uma alternativa para a determinação de captopril, pois minimiza o tempo e custo das análises, além de ser um procedimento limpo, pois não emprega reagentes tóxicos.

Agradecimentos

À FAPESP e ao CNPQ pelo suporte técnico.