

Determinação simultânea de AAS, paracetamol e cafeína através de fluorescência molecular em fase sólida e U-PLS

Julio C. L. Alves (PG)*, Ronei J. Poppi (PQ)

julio@iqm.unicamp.br

LAQQA-Laboratório de Quimiometria em Química Analítica – Instituto de Química, Universidade Estadual de Campinas-UNICAMP, caixa postal 6154, Campinas, SP, Brasil

Palavras Chave: análise em fase sólida, fluorescência molecular, U-PLS, fármacos

	404	398,8	- 1,26	1,10
--	-----	-------	--------	------

Introdução

A mistura dos princípios ativos: ácido acetil salicílico (AAS), paracetamol e cafeína é uma combinação farmacêutica largamente utilizada devido a seus efeitos analgésicos. Os métodos comuns de análise¹ desses compostos incluem cromatografia líquida de alta eficiência e extração seguida por espectrometria no UV. Esse trabalho propõe o uso da fluorescência molecular em fase sólida², que dispensa um longo e trabalhoso estágio de preparação da amostra e consumo de reagentes, em combinação com a calibração multivariada de segunda ordem, baseado no U-PLS

Resultados e Discussão

As bandas de emissão do AAS, paracetamol e cafeína são intensamente recobertas, razão pela qual foi utilizada uma varredura de comprimentos de onda de excitação-emissão nas amostras de calibração para utilização do U-PLS³. O AAS, o paracetamol e a cafeína têm bandas de excitação e emissão com máximos em 320 e 435, 325 e 390, e 380 e 400 nm, respectivamente.

O modelo foi construído utilizando 25 amostras em 5 níveis de concentrações, sendo 5 réplicas para cada nível. No grupo de validação utilizaram-se outras 15 amostras em 5 níveis de concentração diferentes dos usados na calibração, sendo 3 réplicas para cada nível.

Tabela 1. Resultados para as amostras de validação

	Nominal (mg/g)	Predito (mg/g)	Erro relativo (%)	RSD (%)
ASA	337	340,8	1,13	0,96
	379	386,1	1,89	1,61
	400	408,8	2,19	1,84
	421	417,4	- 0,85	0,41
	463	457,4	- 1,19	0,62
Cafeína	59	60,2	2,16	1,82
	73	75,3	3,25	2,76
	80	82,9	3,66	3,02
	87	85,7	- 1,38	0,67
	101	99,1	- 1,83	0,96
Paracetamol	236	243,3	3,13	1,57
	292	296,8	1,64	0,77
	320	308,2	- 3,66	3,25
	348	338,4	- 2,73	2,46

Os valores previstos para as amostras de validação, mostrados na Tabela 1, foram obtidos utilizando-se a média aritmética da previsão das 3 réplicas em cada nível, onde se pode observar os bons resultados obtidos, com erros relativos abaixo de 5%. Também se calculou os desvios padrão relativos (RSD), obtendo-se baixos valores, o que demonstra a boa reprodutibilidade do método.

A figura 1 mostra os espectros de emissão dos componentes da mistura farmacêutica.

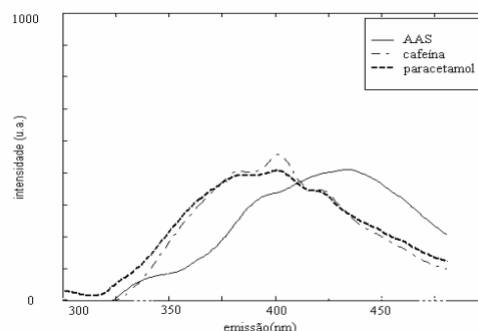


Figura 1 – espectros de emissão

Conclusões

A utilização do U-PLS em dados de fluorescência de excitação-emissão em fase sólida, aplicada à formulação farmacêutica, proporcionou o desenvolvimento de um método analítico eficaz e reprodutível. Vantagens como o baixo custo, simplicidade e rapidez na preparação e análise da amostra, sem geração de resíduos, fazem deste método uma alternativa bastante atrativa, permitindo a determinação simultânea de compostos com intensa sobreposição espectral.

Agradecimentos

CAPES

¹British Pharmacopeia, vol. II, HMSO, 2002, 160, 274, 1300

²Altair B. Moreira, Iara L. T. Dias, Graciliano Neto, Elias Zagato, Márcia m. C. Ferreira, Lauro T. Kubota: Solid phase spectrofluorimetric determination of acetylsalicylic acid and caffeine in pharmaceutical preparations using PLS, *Talanta*.2005, 67, 65-69.

³ Graciela M. Escandar, Nicholaas M. Faber, Héctor C. Goicoechea, Arsenio Munoz de la Pena, Alejandro C. Olivieri, Ronei J. Poppi: Second and third-order multivariate calibration: data, algorithms and applications, Trends in analytical chemistry, 2007, 7, 753-764