

Determinação espectrofotométrica de fármacos em análises por injeção em fluxo baseado na formação do complexo Cu(I)/BQA

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

Instituto de Química, Departamento de Química Fundamental, Universidade de São Paulo.

Palavras Chave: análises por injeção em fluxo, espectrofotometria, fármacos, determinações simultâneas.

Introdução

Alguns procedimentos analíticos para a determinação de fármacos apresentam dificuldades como utilização de reagentes tóxicos e caros, elevado número de etapas envolvidas e emprego de procedimentos de extração demorados que geram grandes quantidades de resíduos. Há, portanto, a necessidade de desenvolver 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. Estas características são atraentes para o desenvolvimento de procedimentos analíticos relacionados ao controle de qualidade de fármacos.

Neste trabalho, propõe-se o desenvolvimento de um sistema de análises por injeção em fluxo único para a determinação de diversas espécies de interesse farmacêutico (acetil-cisteína, ácido ascórbico, captopril, dipirona, paracetamol e vitamina B1) com detecção espectrofotométrica.

Resultados e Discussão

A determinação é baseada na redução de Cu(II) pelos fármacos com formação do complexo de Cu(I) com 4,4'-dicarboxi-2,2'-biquilona (BQA), com medidas em 558 nm. 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 frequência de amostragem, a precisão e a magnitude do sinal analítico.

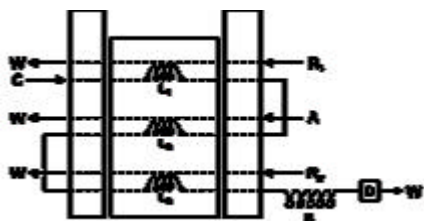


Figura 1. Diagrama de fluxos empregado. C: carregador NH_4OH $7,5 \times 10^{-3}$ M ($2,5 \text{ mL min}^{-1}$); R_1 : Cu^{2+} 2×10^{-3} M em tampão NH_4Ac 0,1 M, pH 7,0; R_2 : BQA 6×10^{-3} M; A: amostra; L_1 , L_2 , L_3 : alças de amostragem de 100, 150 e 100 μL ; B: reator de 100 cm; D: detector espectrofotométrico e W: descarte.

Tabela 1. Parâmetros otimizados.

Parâmetro	Faixa estudada	Valor selecionado
L_1 (μL)	50 – 250	100
L_2 (μL)	25 – 250	150
L_3 (μL)	50 – 250	100
B (cm)	50 – 200	100
Vazão de C (mL min^{-1})	1,5 – 3,5	2,5
Conc. Cu^{2+} (mmol L^{-1})	1,0 – 8,0	2,0
Conc. BQA (mmol L^{-1})	3,0 – 12	6,0
Conc. NH_4OH (mmol L^{-1})	7,5 – 30	7,5
Conc. tampão (mol L^{-1})	0,01 – 1,0	0,1
pH tampão	6,0 – 8,0	7,0

Algumas características analíticas referentes à determinação de diferentes espécies estão apresentadas na Tabela 2. A frequência de amostragem foi estimada em 60 medidas/hora, sendo consumidos 230 μg de BQA por determinação. Os coeficientes de correlação foram melhores que 0,997 para todas as espécies.

Tabela 2. Características analíticas.

Fármaco	Equação ¹	Faixa linear (mmol L^{-1})	Coef. de Variação (%)
Acetil-cisteína	$A = -0,00424 + 0,00270 C$	20 – 300	1,7
Ácido Ascórbico	$A = -0,00169 + 0,00496 C$	10 – 200	1,3
Captopril	$A = 0,0128 + 0,00249 C$	10 – 400	0,5
Dipirona	$A = 0,0397 + 0,00250 C$	50 – 400	1,4
Paracetamol ²	-----	5 – 200	1,5
Vitamina B1	$A = 0,0612 + 0,00006 C$	$1 \times 10^3 - 12 \times 10^3$	3,9

1. A = absorvância e C = concentração do analito em $\mu\text{mol L}^{-1}$; 2. ajuste polinomial.

Conclusões

Os resultados indicam que o sistema FIA proposto pode ser empregado para a determinação de diferentes analitos empregando a mesma reação química, reduzindo o tempo de análise e o consumo de reagentes.

Agradecimentos

A FAPESP e CNPQ

¹ Moya, H.D.; Dantoni, P.; Rocha, F.R.P.; Coichev N.;
Microchem. J. **2008**, 88, 21.