

# Determinação de Azitromicina em Formulações Farmacêuticas Empregando Análise por Injeção em Fluxo com Detecção Espectrofotométrica

Carlos Eduardo R. de Paula (PG)\*, Vanessa G. K. Almeida(IC), Ricardo J. Cassella (PQ)

[carloscase11@yahoo.com.br](mailto:carloscase11@yahoo.com.br)

Departamento de Química Analítica, Universidade Federal Fluminense – UFF, Niterói/RJ, Brasil.

**Palavras Chave:** azitromicina, análise por injeção em fluxo, espectrofotometria.

## Introdução

A azitromicina (AZT) é um antibiótico da classe dos macrolídeos amplamente usado no Brasil.

Atualmente a determinação da AZT em amostras biológicas e farmacêuticas é efetuada empregando-se a cromatografia a líquido com detecção por espectrometria de massas ou com detecção eletroquímica. Neste trabalho, objetivou-se acoplar um sistema de análise por injeção em fluxo (FIA) ao método espectrofotométrico desenvolvido baseado na reação entre a AZT e a hidroxiantraquinona alizarina (ALZ). O emprego de um sistema FIA para este fim, de um modo geral, permitiu aumentar a velocidade analítica, melhorar a precisão do método e diminuir o custo operacional da determinação de AZT em relação ao método manual.

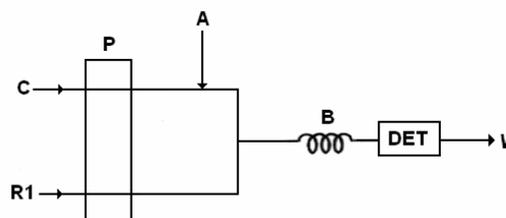
## Resultados e Discussão

O trabalho experimental foi realizado utilizando-se um espectrofotômetro Femto 600S para medição na região do visível, equipado com uma cubeta de quartzo para medição em fluxo Hellma com volume interno de 80  $\mu\text{L}$  e 10 mm de caminho ótico. Uma bomba peristáltica Gilson Minipuls 3 foi empregada para a propulsão das soluções. Tubos de PTFE com 0,8 mm de diâmetro interno foram empregados para construção do sistema FIA bem como junções e uniões em PEEK.

A metodologia adotada consistiu da otimização univariada das variáveis químicas (concentração do reagente, pH) e físicas (volume de amostra injetado, vazão da solução carregadora e volume da bobina de reação) relativas ao sistema FIA.

Ao contrário dos dados da literatura, que relatam a ocorrência de uma reação de transferência de carga entre a AZT e a ALZ, os resultados obtidos neste estudo indicaram que uma reação do ácido-base deve ocorrer entre a AZT e a ALZ, uma vez que quando o pH do meio foi controlado por qualquer sistema tampão não foi observado o aparecimento de sinal analítico. Adicionalmente, foi verificada uma mudança no pH do meio reacional de acordo com adição de AZT. Assim, optou-se por trabalhar em meio com pH não ajustado. O comprimento de onda de máxima

absorção da espécie de interesse foi 525 nm. Para verificação das variáveis químicas e físicas foi utilizada uma solução de AZT na concentração de 25 mg/L. O melhor sinal analítico foi obtido com concentração de ALZ igual a 250 mg/L.



**Figura 1:** Diagrama de fluxo do sistema utilizado. Onde, C = solução carregadora, A = amostra, R1 = solução reagente (alizarina), B = bobina de reação, DET = espectrofotômetro, P = bomba peristáltica e W = descarte.

O estudo das variáveis físicas mostrou que maior sensibilidade analítica pode ser obtida quando o volume de amostra injetado, o volume da bobina de reação e a vazão da solução carregadora são 250  $\mu\text{L}$ , 500  $\mu\text{L}$  e 4,0 mL/minuto, respectivamente.

Nas condições otimizadas, o sistema apresentou uma faixa linear dinâmica de 10 a 40 mg/L de AZT, uma frequência de amostragem de 48 injeções por hora e um limite de detecção de 4,72 mg/L.

O método foi aplicado na determinação de AZT em dois medicamentos comerciais, sendo observadas diferenças relativas de 0,95 a 1,38 % em relação ao valor declarado na bula. Ensaios de recuperação foram efetuados obtendo-se valores entre 108 e 114 %.

## Conclusões

O acoplamento do sistema por injeção em fluxo aumenta significativamente a precisão e a velocidade do método desenvolvido, podendo ser implementados na rotina de controle de qualidade para forma pura e formulações farmacêuticas contendo azitromicina.

## Agradecimentos

CAPES, CNPq, PROPP-UFF