

Refletância Difusa na Região do Visível na Análise de Cloridrato de Metformina em Comprimidos

Luis Francisco Bianchessi(IC)¹, Marta M. D. Carvalho Vila² (PQ), Matthieu Tubino¹*(PQ)

¹Instituto de Química, Unicamp, CP 6154, CEP 13083-970, Campinas-SP, Brasil. *tubino@iqm.unicamp.br

²Curso de Farmácia, Universidade de Sorocaba, Sorocaba, SP

Palavras Chave: Cloridrato de Metformina, Refletância.

Introdução

A refletância é uma técnica espectroscópica baseada na relação entre a radiação refletida por uma superfície e a radiação que incide inicialmente sobre ela. Na reflexão difusa, os raios incidentes em uma dada superfície espalham-se aleatoriamente em todas as direções.

Em medidas de refletância, a leitura realizada pelo espectrofotômetro é um sinal da radiação refletida, T_R , a qual é análoga à transmitância em espectrofotometria por transmissão. A densidade óptica, dada por $A_R = -\log T_R$, é análoga à absorvância, uma vez que representa a radiação absorvida e/ou espalhada pela superfície¹, que não alcança o detector.

O objetivo deste trabalho é a determinação de cloridrato de metformina (MFH) em preparações farmacêuticas, na forma de comprimidos, empregando-se a refletância difusa. O método está baseado na formação de um complexo² entre metformina e níquel, que precipita em pH alcalino, dando origem a um sólido alaranjado, que apresenta absorvância máxima em torno de 425nm.

Parte Experimental

A reação para a formação do precipitado é feita pela adição de duas soluções, A e B, na superfície de um filtro de fibra de vidro: 150 µL da “solução B” e a seguir 80 µL da “solução A”.

- “**Solução A**”: 3,0 mL de solução de princípio ativo contendo aproximadamente 0,5 mol L⁻¹ (após remoção dos excipientes das amostras); 2,0 mL de Ni²⁺ 1,0 mol L⁻¹; 3,0 mL de NH₃ 17 mol L⁻¹, completando-se o volume para 10 mL em balão volumétrico.

- “**Solução B**”: NaOH 2,0 mol L⁻¹.

Para manter o espalhamento padronizado e uniforme das soluções nos filtros, empregou-se um suporte para as micropipetas³. Após completar a reação (cerca de 1 min.) o filtro é seco por 45 min em estufa à 50 °C.

As medidas foram feitas utilizando-se o espectrofotômetro Shimadzu UV-2450 com esfera integradora de refletância ISR-2200. Como branco empregou-se um filtro com 150 µL da “solução B”, seco nas mesmas condições.

A curva analítica, na faixa de concentração de 7,5.10⁻² mol L⁻¹ à 2,5.10⁻¹ mol L⁻¹ de MFH, é descrita pela equação:

$$y = a + b x$$

(r = 0,9975; a = 0,1060 e b = 0,9888)

Resultados e Discussão

Foram analisados dois medicamentos: “amostra X”, Glicefor 850 mg (Geolab) e “amostra Y”: Cloridrato de Metformina 500 mg (Medley). Empregou-se também o método oficial de análise por titulação potenciométrica⁴ (tabela1) e os resultados foram comparados estatisticamente empregando-se o “teste t pareado” e “teste F” (tabela2).⁵

Tabela 1. Valores de concentração em mg MFH por comprimido determinados pelos dois métodos.

	Refletância	± RSD %	Titulação	± RSD
Amostra X	845,6 ± 19,2	2,27	852,2 ± 5,5	0,65
Amostra Y	491,5 ± 14,4	2,93	499,9 ± 4,5	0,90

Tabela 2. Testes para 95% de confiabilidade.

	t _{calc}	t _{tab}	F _{calc}	F _{tab}
Amostra X	0,50	2,45	12,2	19,3
Amostra Y	0,85	2,45	10,2	19,3

Conclusões

De acordo com os dados da tabela 2, os valores de “t_{calc}” e de “F_{calc}” são menores do que os respectivos valores tabelados, indicando que o método proposto fornece resultados estatisticamente iguais aos obtidos pelo método oficial.

O método proposto, empregando a refletância difusa, permite obter resultados quantitativos de maneira simples e confiável.

Agradecimentos

CNPq, CAPES, FAPESP

¹ Tubino, M.; Queiroz, C. A. R. *Anal. Chim. Acta* 600: 199 - 204, 2007

² Abu-El-Wafa, S. M., *Inorganica Chim. Acta* 136: 127-131, 1987.

³ Tubino, M.; Rossi, A.V.; Magalhães, M.E.A. *Anal. Lett.* 30: 271, 1997.

⁴ *The United States Pharmacopoeia. The National Formulary.* 28 ed., NF 23 Rockville: Unites States Pharmacopeial Convention, p1231-1232, 2005.

⁵ Eckschager, K. *Errors, measurement and results in chemical analysis.* London, Van Nostrand Reinhold, 1972.