

Determinação de Cr, Ni, Sb e Sn em quelatos de ferro-aminoácidos de grau farmacêutico por GF AAS com amostragem direta de sólidos

Daniela Dal Molin (PG), Luiz F. Rodrigues (PG), Matheus A. G. Nunes (PG), Valderi L. Dressler (PQ)
Érico M. M. Flores (PQ)* - *flores@quimica.ufsm.br

Universidade Federal de Santa Maria (UFSM), Departamento de Química, Santa Maria, RS

Palavras Chave: *quelato de ferro-aminoácidos, elementos traço, DSS-GF AAS*

Introdução

A determinação de impurezas inorgânicas em medicamentos é importante para prevenir riscos à população, bem como prevenir problemas de degradação durante o armazenamento. Alguns elementos são tóxicos mesmo em baixa concentração e podem interferir na atividade ou diminuir a estabilidade do princípio ativo do medicamento. Quelatos de ferro-aminoácidos têm sido utilizados como fonte de ferro no tratamento de anemia. Atualmente, o ensaio-limite para metais pesados em medicamentos, descrito na maioria das farmacopéias, está baseado na comparação visual de soluções por meio de reações com o íon sulfeto. Esses ensaios são semiquantitativos, não seletivos e possuem baixa sensibilidade, fornecendo informações apenas sobre um determinado grupo de metais. Técnicas que empregam a amostragem direta de sólidos em espectrometria de absorção atômica com forno de grafite (SS-GF AAS) podem ser uma alternativa para a determinação de metais pesados, pois, além do baixo limite de detecção, não necessitam de uma etapa prévia de decomposição, o que reduz o risco de contaminação e perdas de analito. No presente trabalho é descrito um procedimento para a determinação de Cr, Ni, Sb e Sn por SS-GF AAS em amostras de quelatos de ferro-aminoácidos.

Resultados e Discussão

Inicialmente, foram estabelecidas curvas de pirólise e atomização para as amostras e para soluções de referência aquosas, de maneira a estabelecer um programa de aquecimento similar. As amostras foram pesadas em uma plataforma de grafite e introduzidas diretamente no atomizador. Para a determinação de Cr e Ni foram utilizadas massas entre 0,1 a 0,8 mg, enquanto para Sb e Sn essas foram de 0,2 a 0,9 mg. A calibração foi feita empregando-se soluções de referência aquosas sem a utilização de modificadores químicos. De acordo com o analito, a temperatura de pirólise variou de 1000 a 1400 °C e a de atomização de 2200 a 2600 °C. O sistema de correção de fundo do equipamento utilizado neste trabalho é baseado no efeito Zeeman. Esse sistema de correção permite

variar a intensidade do campo magnético de 0,05 a 0,8 T. O campo magnético foi de 0,8 T para a determinação de Sb e Sn. Para diminuir a sensibilidade na determinação de Cr e Ni foi utilizado o campo magnético variável (0,6 a 0,8 T) e vazão reduzida de argônio durante a etapa de atomização. Isto possibilitou o aumento da faixa linear da curva analítica. O valor da massa característica utilizando solução de referência foi 361 pg para Cr, 117 pg para Ni, 20 pg para Sb e 27 pg para Sn. A utilização do campo magnético variável (0,6 a 0,8 T) e vazão reduzida de argônio durante a etapa de atomização permitiu a redução da sensibilidade de 116 vezes para Cr e 9 vezes para Ni. Os resultados para Cr, Ni, Sb e Sn obtidos para a amostra foram comparados com os obtidos por espectrometria de emissão óptica com plasma indutivamente acoplado (ICP OES) após prévia digestão ácida em sistema pressurizado. O coeficiente de variação para os resultados empregando SS-GF AAS foram inferiores a 6,3% para Cr, 8,9% para Ni, 9,5% para Sb e 5% para Sn. Os limites de detecção foram de 0,06 a 0,9 µg g⁻¹.

Conclusões

Deste modo, pode-se concluir que a técnica SS-GF AAS pode ser utilizada para a determinação de impurezas como Cr, Ni, Sb e Sn em amostras de quelatos de ferro-aminoácidos. A calibração foi feita com soluções de referência aquosas para todos os analitos, sem a utilização de modificadores químicos, o que torna bastante simples e prático o procedimento proposto. Além disso, a frequência analítica deste procedimento é superior a de outros que requerem uma etapa prévia de preparação de amostra e que podem aumentar os riscos de perdas ou de contaminação.

Agradecimentos

CAPES, CNPq, FAPERGS.