Otimização de método por cromatografia líquida de alta eficiência para análise de metformina.

Fernanda Vianna¹ (IC)*, Marta Maria Duarte Carvalho Vila¹ (PQ) (nanda_vianna@hotmail)*.

Curso de Farmácia, Universidade de Sorocaba - Uniso. Rod Raposo Tavares, Km 92,5. Sorocaba SP.

Palavras Chave: Cromatografia líquida de alta eficiência, metformina

Introdução

A metformina (1,1-dimetil biguanidina) é um derivado da guanidina, da classe das biguanidas, muito utilizado no tratamento do diabetes mellitus tipo 2¹.

Devido ao seu largo emprego várias formas de dosagem da metformina são descritas em literatura, sendo o método oficial de análise a titulação potenciometrica em meio não aquoso². Entretanto, é um método trabalhoso que envolve uso de solventes que geram descartes químicos e carecem de seletividade.

A cromatografia líquida de alta eficiência (CLAE) possui excelentes características relativas à seletividade e sensibilidade e, deste modo, o projeto busca o desenvolvimento de método analítico envolvendo CLAE para a análise de metformina, visando fornecer metodologia analítica aplicável ao controle de qualidade de deste fármaco.

Resultados e Discussão

O método cromatográfico desenvolvido teve como parâmetros iniciais o trabalho de Dubey & Shukla³. Inicialmente, determinou-se o comprimento de onda de maior absorção da metformina. Obteve-se o comprimento de onda de 230 nm (Shimadzu® Multispec) sendo este o comprimento empregado.

A resolução cromatográfica na determinação da metformina por CLAE foi avaliada envolvendo os parâmetros temperatura (25, 30 e 40°C), fluxo (1,0 e 1,2mL min⁻¹) e composição fase móvel (50:50, 40:60 e 60:40 de metanol: tampão fosfato de amônio 0,05M, pH 5,0). Amostras de 20µg.mL⁻¹ de metformina em fase móvel composta por metanol e tampão fosfato de amônio (50:50) foram injetadas manualmente no Cromatógrafo Shimadzu® modelo LC 10 AD (coluna octadecil-siloxano C18 (2) 100Å 250x4,6MM, modelo 5µm, 00G-4252-E0, Phenomenx® e detecção UV λ = 230 nm. O tempo de corrida foi de dez minutos para cada amostra.

Definiu-se os parâmetros mais adequados sendo temperatura 25°C, faze móvel 40:60 metanol/tampão fosfato de amônio pH 5,0 à 0,05M e fluxo de 1,2mL.min⁻¹ e construiu-se a curva de calibração. A curva de calibração obtida obedeceu a seguinte equação: Y= 87537X + 3713,2 (r=0.9996) numa faixa de concentração de

20μg.mL-¹ a 60,0μg mL⁻¹ onde Y = área do pico e X = concentração (Fig. 1). O tempo de retenção foi de 2,3 minutos.

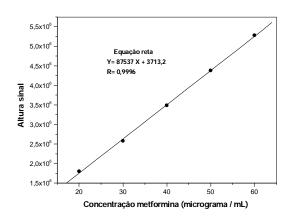


Figura 1. Curva analítica da solução da metformina

Considerando-se o intervalo linear entre 20 µg mL⁻¹ a 60 µg mL⁻¹ a exatidão obtida foi de 102,2 a 98,2% utilizando padrão farmacêutico de pureza de 100,3%. A precisão avaliada através do coeficiente de variação intra-dia foi de 0,6 a 0,8% e a inter-dia foi de 0,6 a 4,3%. Após a determinação das figuras de mérito acima listadas, analisaram-se três amostras comerciais obtendo-se teores de 108,36%; 102,55%; 100,0% de metformina.

Conclusões

O método proposto mostrou-se adequado para a análise de metformina em comprimidos. Apresentou boas características analíticas como tempo reduzido de análise e consumo de menor volume de solvente quando em comparação com o método oficial de análise. Além disto, quando avaliado frente ao método em que, inicialmente, foi baseado, observou-se otimização dos parâmetros analíticos.

Agradecimentos

Ao PIBIC pela concessão de bolsa.

¹ Santomauro Junior, A. C.; Ugolini M. R.; Santomauro, A. T.; Souto, R. P. *Arg. Bras. Endrocrinol. Metab.*, **2008**, 52, 120.

² The United States Pharmacopeia. The National Formulary. 28° ed. Rockville: Unites States Pharmacopeial Convention, **2005.**

³ Dubey, A.; Shukla, I. C. *J. Indian Chem. Soc.*, **2004**, 81, 84.

Nome do arquivo: Resumo_Fernanda2010corrigido[1][1]

Pasta: D:\Fernanda\Meus documentos

Modelo: C:\Documents and Settings\Fernanda\Dados de

aplicativos\Microsoft\Modelos\Normal.dot

Título: Template for Electronic Submission of Organic Letters

Assunto:

Autor: CAS

Palavras-chave: Comentários:

Data de criação: 25/3/2010 17:22:00

Número de alterações: 7

Última gravação: 25/3/2010 17:41:00

Salvo por: Fernanda Tempo total de edição: 9 Minutos

Última impressão: 25/3/2010 17:42:00

Como a última impressão

Número de páginas: 1

Número de palavras: 589 (aprox.) Número de caracteres: 3.183 (aprox.)