

Comparação entre as medidas de transmitância e refletância difusa para o doseamento de comprimidos dose fixa combinada de AZT+3TC utilizando a espectroscopia no infravermelho próximo.

Leandro de M. França¹(PG), Severino Grangeiro Jr^{2,4}(PG), Simone da S. Simões^{2,3}(PO), Maria das Graças A. Korn¹(PO), M. Fernanda Pimentel²(PO), Davi P. de Santana^{4,3}(PO) simoes.simone@gmail.com

¹ Universidade Federal da Bahia - Instituto de Química - Grupo de Pesquisa em Química Analítica

² Laboratório Farmacêutico do Estado de Pernambuco - LAFEPE

³ Universidade Federal de Pernambuco – Departamento de Engenharia Química

⁴ Universidade Federal de Pernambuco – Departamento de Ciências Farmacêuticas

Palavras Chave: AZT+3TC; infravermelho próximo; transmitância; refletância

Introdução

A espectroscopia no infravermelho próximo (NIR) tem sido utilizada para análises qualitativas e quantitativas na indústria farmacêutica por suas características inerentes. As análises de amostras sólidas, como comprimidos, podem ser feitas por transmissão ou por reflexão da luz irradiada. Neste trabalho o desempenho desses dois modos de medida NIR são comparados para a determinação simultânea dos teores de lamivudina (3TC) e zidovudina (AZT) em comprimidos.

Experimental

As amostras produzidas na indústria farmacêutica têm uma faixa de variação estreita, já que realiza um controle rígido dos produtos. Para ampliar a faixa de concentração de AZT+3TC nos comprimidos produzidos em linha, foram elaborados em planta piloto 33 comprimidos na faixa de 85 a 115% de AZT+3TC, isto é, 300mg e 150mg respectivamente. Também foram coletados comprimidos não revestidos de 47 lotes distintos e comprimidos revestidos de 31 lotes distintos. Os espectros NIR de refletância e transmitância foram registrados em um espectrofotômetro da marca BOMEM equipado com acessórios específicos para estes dois tipos de medida. A seleção das amostras de calibração e predição foi feita usando o algoritmo Kennard-Stone. O teor de AZT+3TC foi determinado utilizando a regressão PLS.

Resultados e Discussão

O espectros brutos de todos os comprimidos analisados são mostrados nas Figuras 1(A) e 1(C). Dos pré-tratamentos investigados, aquele que apresentou os melhores resultados foi a suavização Savitzky-Golay, figuras 1(B) e 1(D). A única diferença no pré-tratamento dos conjuntos de dados foi o tamanho da janela utilizada, isto é, 21 pontos para os dados de refletância e 39 para os dados de transmitância. Os modelos PLS de foram construídos usando os dois tipos de medidas, nas duas fases de fabricação dos comprimidos, ou seja,

33ª Reunião Anual da Sociedade Brasileira de Química

antes e depois da etapa de revestimento. As performances dos modelos foram comparadas de acordo com a o menor erro médio quadrático de previsão (RMSEP).

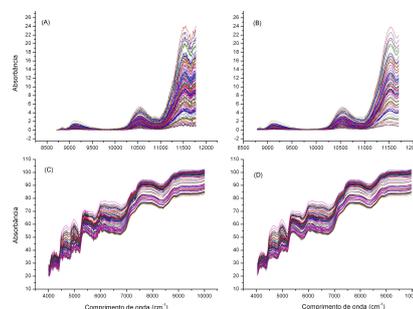


Figura 1: espectros brutos de transmitância (A) e refletância (C) e suavizados (B e D).

Para os dados de transmitância foram obtidos RMSEP's de 12,5 e 6,2 mg, para o teor de AZT e 3TC em comprimidos não-revestidos, respectivamente. E 11,6 e 4,7, respectivamente para os comprimidos revestidos. Para os modelos construídos utilizando os espectros de refletância foram obtidos RMSEP's para o teor de 11,4 e 7,4 mg, para o AZT e 3TC, respectivamente, para os comprimidos não-revestidos. Para os comprimidos revestidos, 11,7 e 7,6 mg respectivamente.

Conclusões

Para o doseamento de AZT em comprimidos não-revestidos, os modelos construídos com os espectros de refletância obtiveram um melhor desempenho. Já para o doseamento de AZT em comprimidos revestidos e para o doseamento de 3TC nas duas fases do processo os modelos utilizando as medidas de transmitância apresentaram um menor erro. Contudo, os erros apresentados pelos dois tipos de medidas estão dentro das especificações farmacopéicas, mostrando que a espectroscopia NIR é eficiente para o doseamento simultâneo de AZT+3TC em comprimidos dose fixa combinada.

Agradecimentos

CNPQ, CAPES/PROCAD, LAFEPE, FACEPE.