

## Cromatografia por injeção seqüencial (SIC) para a determinação de quinino em fármacos.

Carlos M.C. Infante (PQ) \*, Jorge Cesar Masini (PQ)

Instituto de Química, Departamento de Química Fundamental, Universidade de São Paulo. \*xinfante2000@iq.usp.br

Palavras Chave: Cromatografia por injeção seqüencial (SIC), quinino, fármacos.

### Introdução

A Cromatografia por injeção seqüencial (SIC) [1] fusiona a análise por injeção seqüencial (SIA) é cromatografia líquida de alta eficiência (HPLC), possibilitando separações cromatográficas rápidas com custo relativamente reduzido e mínima geração de efluentes. As características de robustez para o monitoramento de processos e a possibilidade de implementação de diversas etapas antes da análise propriamente, típicas do SIA, são mantidas no SIC. O quinino ((R)-(6-metoxiquinolin-4-il)((2S,4S,8R)-5-vinilquinuclidin-2-yl)metanol trihidrato), alcalóide originalmente extraído da árvore da quina (*Cinchona*), espécie Peruana, tem amplo uso como antimalárico, entre outros, em cosmética para o cuidado do cabelo e em alimentos como saborizante. É recomendado pela FDA (*The Food and Drug Administration of the United States*) para o tratamento da malária causada pelo *Plasmodium falciparum* em casos sem complicações. A maioria de fármacos utiliza associações medicamentosas dificultando a determinação por fluorimetria direta. A separação cromatográfica é uma interessante alternativa, mas pela natureza iônica do quinino melhores resultados são obtidos empregando pareamento-iônico PI [2], mas as condições (pH, temperatura e outros) devem ser rigorosamente controladas.

Nesse trabalho, desenvolveu-se um procedimento analítico para a determinação de quinino em fármacos empregando SIC e espectrofotometria.

No sistema SIC a bomba de pistão suporta uma pressão por volta de 1000 PSI (a válvula de alívio é ativada acima de 700 PSI), a coluna monolítica tem 2,5 cm de comprimento e a Bobina coletora de 200 cm. O espectrofotômetro utilizado é um multicanal do tipo CCD com fonte de Deutério, comprimento analítico para o quinino 240 nm. Foram analisados amostras de um fármaco, um fitoterápico e um xampu, tipicamente encontrados no Brasil. O fármaco foi dissolvido em HCl 0,1M, as amostras do fitoterápico e do xampu em Metanol. Todas as amostras foram submetidas a tratamento no banho de ultra-som durante 30 minutos, logo filtradas e injetadas previa diluição para ajuste na faixa analítica de calibração.

Inicialmente foram otimizados diversos parâmetros empregando um padrão de quinino de 5mg L<sup>-1</sup>: Composição da fase móvel (50:50 v/v Metanol: ácido acético 0,1M-heptano sulfonato de sódio 10mM), vazão da fase móvel (35 µL s<sup>-1</sup>), volume de amostra 400 µL. Em todos os casos a resolução foi maior a 1,5 o tempo de análise 120 s e o volume de fase móvel 4 mL.

A resposta linear foi observada entre 0,25 e 5,0 mg L<sup>-1</sup> (r=0,9999). O limite de detecção para (3σ) e o coeficiente de variação para 0,25mg L<sup>-1</sup> (n=7) foram estimados em 0,05 mg L<sup>-1</sup> e 4 %, respectivamente.

A concentração de quinino no fármaco foi compatível com o rotulo do produto (99% de concordância) já para o fitoterápico é a amostra de xampu a etapa de preparação deve ser melhor investigada, porque aparentemente se apresentam interferências da matriz que modificam a linha base dificultando a determinação.

### Resultados e Discussão

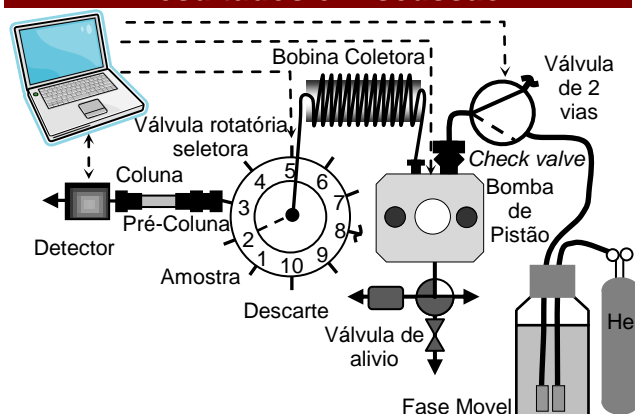


Figura 1. Sistema de Cromatografia por injeção seqüencial.

### Conclusões

O procedimento proposto apresentou alta frequência analítica, baixo consumo de solvente orgânico e reagente de PI, sendo adequado para determinar o quinino em fármacos.

### Agradecimentos

A FAPESP e CNPq pelas bolsas e auxílios.

<sup>1</sup> Chocholou P.; Solich P.; Satínský D. *Anal. Chim. acta* **2007**, *600*, 129.

<sup>2</sup> Chen, Q. C. ; Wang, J. *J Liq Chrom Relat Tech.* **2001**, *24*, 1341.