

Determinação fluorimétrica de gatifloxacino empregando análise por injeção em fluxo.

Monica Força Lima¹ (PG)*, Ricardo Jorgensen Cassella¹ (PQ), Wagner Felipe Pacheco¹ (PQ)

¹Instituto de Química – Universidade Federal Fluminense – Outeiro de São João Batista s/n – Campus Valonguinho – Centro – Niterói – RJ – CEP 24020-150.

* e-mail: monicaf.lima@yahoo.com.br

Palavras Chave: FIA, Fluorescência, Gatifloxacino, Ambiente micelar

Introdução

O gatifloxacino (GFX) é uma fluoroquinolona de quarta geração indicado para o tratamento de conjuntivite bacteriana e como profilaxia de endoftalmites seguidas de cirurgia ocular¹. Sua fórmula estrutural é representada abaixo:

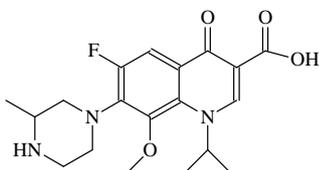


Figura 1. Fórmula molecular do gatifloxacino

O objetivo desse trabalho foi desenvolver uma metodologia analítica para a determinação de gatifloxacino por análise por injeção em fluxo (FIA) com detecção fluorimétrica.

Resultados e Discussão

O GFX apresentou excitação máxima em 292 nm e isso gerou uma banda de emissão em 482 nm, que foi utilizada para estudos posteriores. Com a finalidade de otimizar a metodologia e obter um aumento da intensidade de emissão foram avaliados inicialmente o efeito do pH e de tensoativos como SDS, SDBS (ambos aniônicos), Triton X-100 (não iônico) e CTAB (catiônico) na resposta fluorimétrica.

A utilização do tampão Britton Robinson 8×10^{-4} mol L⁻¹ em pH = 7 e de SDS 9×10^{-3} mol L⁻¹ (CMC = $8,1 \times 10^{-3}$ mol L⁻¹) promoveu um aumento significativo da intensidade de emissão já que em pH = 7 o gatifloxacino apresenta uma carga residual igual a zero e dessa forma, fica situado no interior da micela onde o aumento da rigidez estrutural proporciona um aumento da intensidade.

Com as condições estabelecidas no modo de fluorescência em batelada, o sistema FIA foi montado e avaliado.

Os comprimentos de onda escolhidos para as determinações em fluxo foram: $\lambda_{excitação} = 292$ nm e $\lambda_{emissão} = 478$ nm. Alguns parâmetros para análise em fluxo foram otimizados sendo selecionados os melhores valores: solução reagente - tampão Britton Robinson 5×10^{-3} mol L⁻¹ pH=6 e

SDS 9×10^{-3} mol L⁻¹ com vazão de 3,5 mL min⁻¹, solução carregadora – água com vazão de 8,5 mL min⁻¹, alça de amostragem de 200 cm. Não foi utilizado bobina de reação ou mistura, pois a sua utilização implicou em um aumento do tempo de residência da amostra e reagentes dentro do sistema e isso provocou um aumento da dispersão e por consequência numa diminuição do sinal analítico.

Sob as condições otimizadas foi obtida uma curva analítica com soluções padrão de GFX no intervalo de concentrações de 0,1 mg L⁻¹ a 4,0 mg L⁻¹.

Nesse intervalo foi obtida uma resposta linear que obedeceu a equação: I.F. = 214,12 [GFX] + 19,384, sendo IF a intensidade de fluorescência. O limite de detecção (LD) utilizando o critério 3Sb/a, sendo Sb o desvio padrão de 10 medidas do primeiro ponto da curva e a sendo o coeficiente angular da reta, foi 0,0123 mg L⁻¹ enquanto que o limite de quantificação, utilizando o critério 10Sb/a foi 0,0411 mg L⁻¹.

O método foi aplicado na determinação de GFX em amostras comercializadas no Brasil, como Zymar e Zypred, a exatidão e a recuperação do método foram avaliadas comparando os resultados obtidos pelas curvas analíticas e de recuperação, os resultados foram condizentes entre si, com recuperação na faixa de 97 a 115%.

Conclusões

A metodologia se mostrou sensível e seletiva para fazer a determinação de gatifloxacino em diferentes tipos de formulações farmacêuticas (Zypred e Zymar), a metodologia foi aplicada para um grande número de amostras, e a recuperação foi comparada com curvas de adição.

Agradecimentos

À FAPERJ e ao CNPq pelo apoio financeiro e bolsas concedidas.

¹ Cervantes, L. J. e Mah, F. S. Clinical Ophthalmic 2011, 5, 495-502.