



Determinação de Tetraciclina em Diferentes Formulações de Medicamentos por HPLC

Patrícia Ferri da Silva, Jonas Augusto Rizzato Paschoal, Susanne Rath

www.e-science.unicamp.br/gtaf

DQA-IQ Universidade Estadual de Campinas



INTRODUÇÃO

As tetraciclinas (Fig. 1) são agentes antimicrobianos de amplo espectro de ação, empregadas tanto na medicina humana como na veterinária e disponíveis sob diferentes formulações.

A determinação das tetraciclinas ocorre principalmente por cromatografia líquida de alta eficiência (HPLC). Usualmente, as separações ocorrem em colunas de fase reversa, principalmente C_{18} ou C_8 .

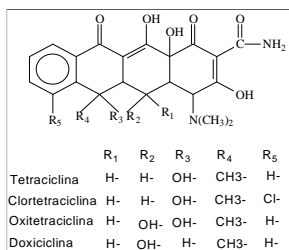


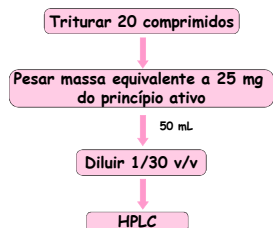
Figura 1: Estruturas moleculares das tetraciclinas.

OBJETIVO

Desenvolvimento e validação de um método analítico para a determinação de tetraciclina (TTC) em medicamentos, empregando a HPLC associada a detector de arranjos de diodos (DAD).

Análises em amostras de medicamentos comerciais à base de TTC.

PARTE EXPERIMENTAL



Equipamento Utilizado:

HPLC Waters, bomba binária, modelo 1525, injetor 7725, detector DAD 2996 (Waters), λ :388 nm.

Condições Cromatográficas:

Fase Estacionária: coluna XTerra® RP8 (250 x 4,6 mm, 5 μ m)

Fase Móvel: solução de ácido oxálico 0,010 mol L⁻¹ (pH 4); metanol, com eluição isocrática (70:30, v/v).

RESULTADOS

As condições de separação cromatográfica entre TTC, OTC (padrão interno) e eventuais interferentes da amostra foram avaliadas a partir dos parâmetros de conformidade do sistema cromatográfico.

Um cromatograma característico é apresentado na Fig. 2, e os resultados dos parâmetros de conformidade do sistema cromatográfico são apresentados na Tab. 1.

Para a validação do método desenvolvido, foram avaliados os seguintes parâmetros: seletividade, faixa linear de trabalho, linearidade, sensibilidade, precisão, exatidão, detectabilidade e limite de quantificação (LOQ) (Tab. 2).

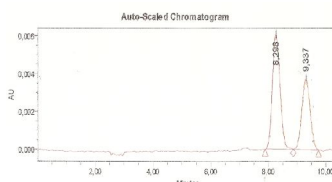


Figura 2: Cromatograma característico.

Tabela 1: Parâmetros de conformidade do sistema

	TC	OTC	Valores preconizados
Eficiência	4610	4830	> 2000
Fator de retenção	8,29	9,33	1 < k < 10
Resolução	2,26	2,02	Rs > 2
Fator de assimetria	1,05	0,98	1

A validação do método foi realizada tendo como base as recomendações da ANVISA.

Análises dos medicamentos

Teor nominal: 500 mg

Amostra 1: 480 mg

Amostra 2: 555 mg

Amostra 3: 501 mg



Os medicamentos analisados estão dentro das especificações

Tabela 2: Parâmetros de validação.

Parâmetro	
Faixa Linear	5-25 μ g mL ⁻¹ (167-833 mg/comprimido)
Linearidade (r)	0,9998
Sensibilidade (μ A mL μ g ⁻¹) P < 0,05	0,174 \pm 0,00284
Precisão Intra-ensaio (RSD) Medicamentos	0,41 - 1,99 %
Precisão Inter-ensaio (RSD) Medicamentos	3,50 %
Detectabilidade	0,017 μ g mL ⁻¹

CONCLUSÃO

O método proposto para determinação de TTC por cromatografia líquida mostrou-se adequado para ser utilizado no controle de qualidade de medicamentos contendo este fármaco.

Todas as amostras analisadas estão de acordo com as recomendações da Farmacopéia Americana - US Pharmacopeia e as análises das amostras de formulações farmacêuticas comerciais confirmaram as concentrações discriminadas para o princípio ativo (TTC), confirmando a qualidade dos produtos.

REFERÊNCIAS

- ANDERSON, C.R.; RUPP, H.S.; WU, W.H., *Journal of Chromatography A*, v.1075, p.23-32, 2005.
 OKA, H.; ITO, Y.; MATSUMOTO, H., *Journal of Chromatography A*, v.882, p.109-133, 2000.
 SHABIR, G.A. *Journal of Chromatography A*, v. 987, p.57-66, 2003.

AGRADECIMENTOS

