

DETERMINAÇÃO DE ÁCIDO ACETILSALICÍLICO EM FORMULAÇÕES FARMACÊUTICAS UTILIZANDO ADIÇÃO PADRÃO DE SEGUNDA ORDEM

Guilherme Alvarenga Mantovani – g073162@iqm.unicamp.br

Orientador: Ronei Jesus Poppi – ronei@iqm.unicamp.br

UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS – UNICAMP

Financiadora: CNPq

Palavras-chave: Ácido Acetilsalicílico – Fluorescência Molecular – Quimiometria - PARAFAC

Introdução

O ácido acetilsalicílico (AAS) possui propriedades de fluorescência molecular, assim como a cafeína e o paracetamol, que aparecem juntos em muitos fármacos comerciais. Ao ser incidida uma radiação de determinado comprimento de onda, as moléculas de AAS são excitadas a um nível de energia maior e, ao retornarem ao nível de energia inicial, liberam essa energia adquirida em forma de radiação (fluorescência). Portanto, é possível utilizar esta propriedade para quantificar esses componentes, já que a fluorescência é proporcional à concentração num certo intervalo de concentrações.

Metodologia

Como não se sabe exatamente a quantidade de cada componente presente no comprimido inicialmente, utilizou-se o método de adição padrão para quantificar o AAS.

Para encontrar a faixa de concentrações para as quais há linearidade entre a fluorescência emitida e a concentração, construiu-se uma curva de calibração com ampla faixa de concentrações a partir de amostras preparadas. A fim de testar a confiabilidade dos resultados obtidos, preparou-se amostras simulando comprimidos, com as quantidades indicadas na sua formulação comercial.

Como tanto o AAS quanto a cafeína e o paracetamol fluorescem, ocorre sobreposição das bandas de emissão no intervalo escolhido que é para a excitação de 250 a 295 nm e para a emissão de 310 a 370 nm.

Assim é necessário o tratamento quimiométrico dos dados e o método escolhido foi o PARAFAC (*Parallel Factor Analysis*), que decompõe os dados de emissão e excitação nos espectros primários de seus componentes individuais. Os dados iniciais (\underline{X}), agrupados numa matriz cúbica onde tem-se em I as amostras analisadas, em J os comprimentos de emissão e em K os comprimentos de excitação; são decompostos como mostra a Figura 1. Cada tríade equivale a um fator do modelo, ou seja, um componente da amostra que gerou sinal. O cubo \underline{E} é o erro resultante da decomposição.

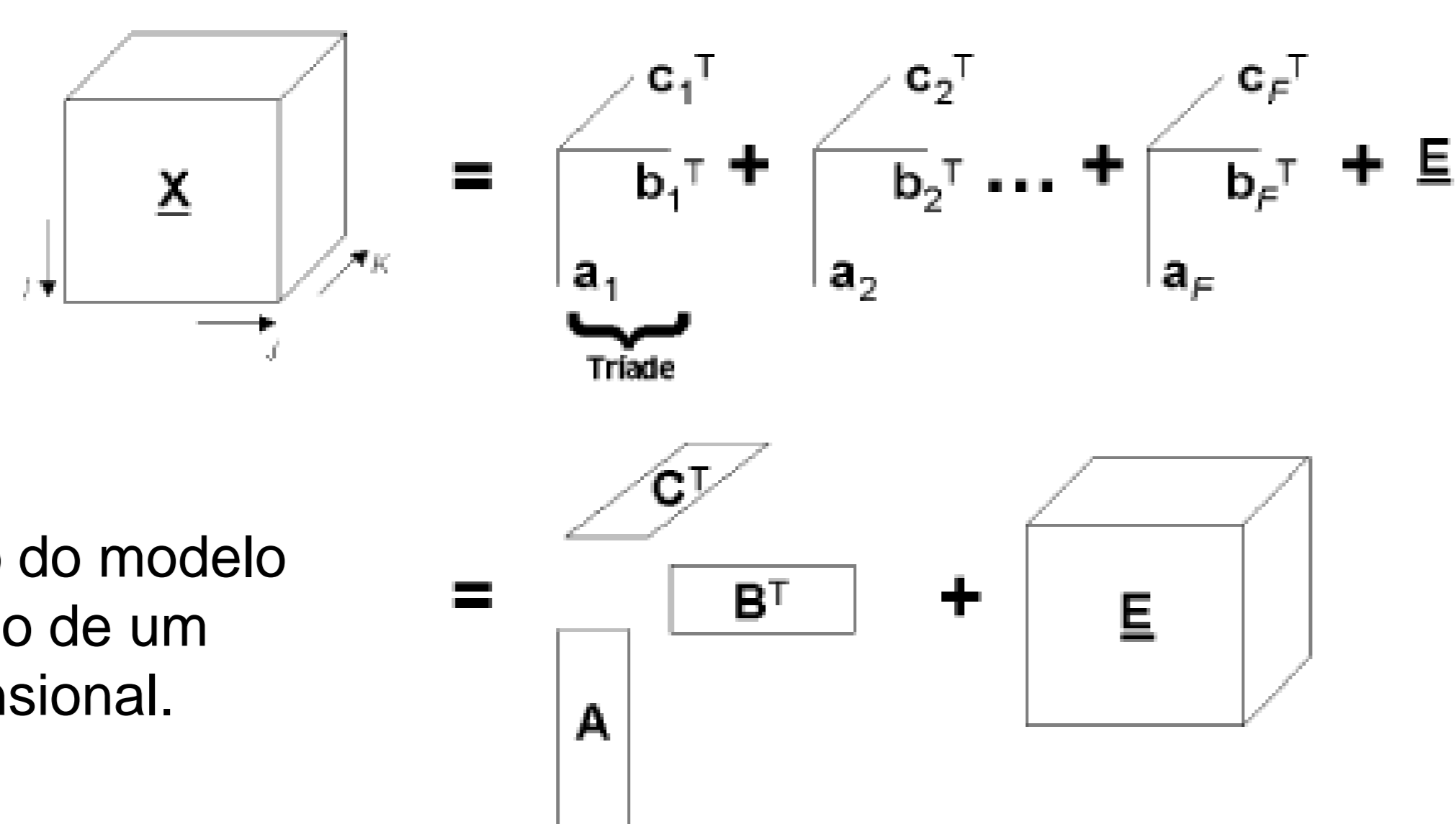


Figura 1. Representação do modelo PARAFAC. Decomposição de um arranjo de dados tridimensional.

Resultados e Discussão

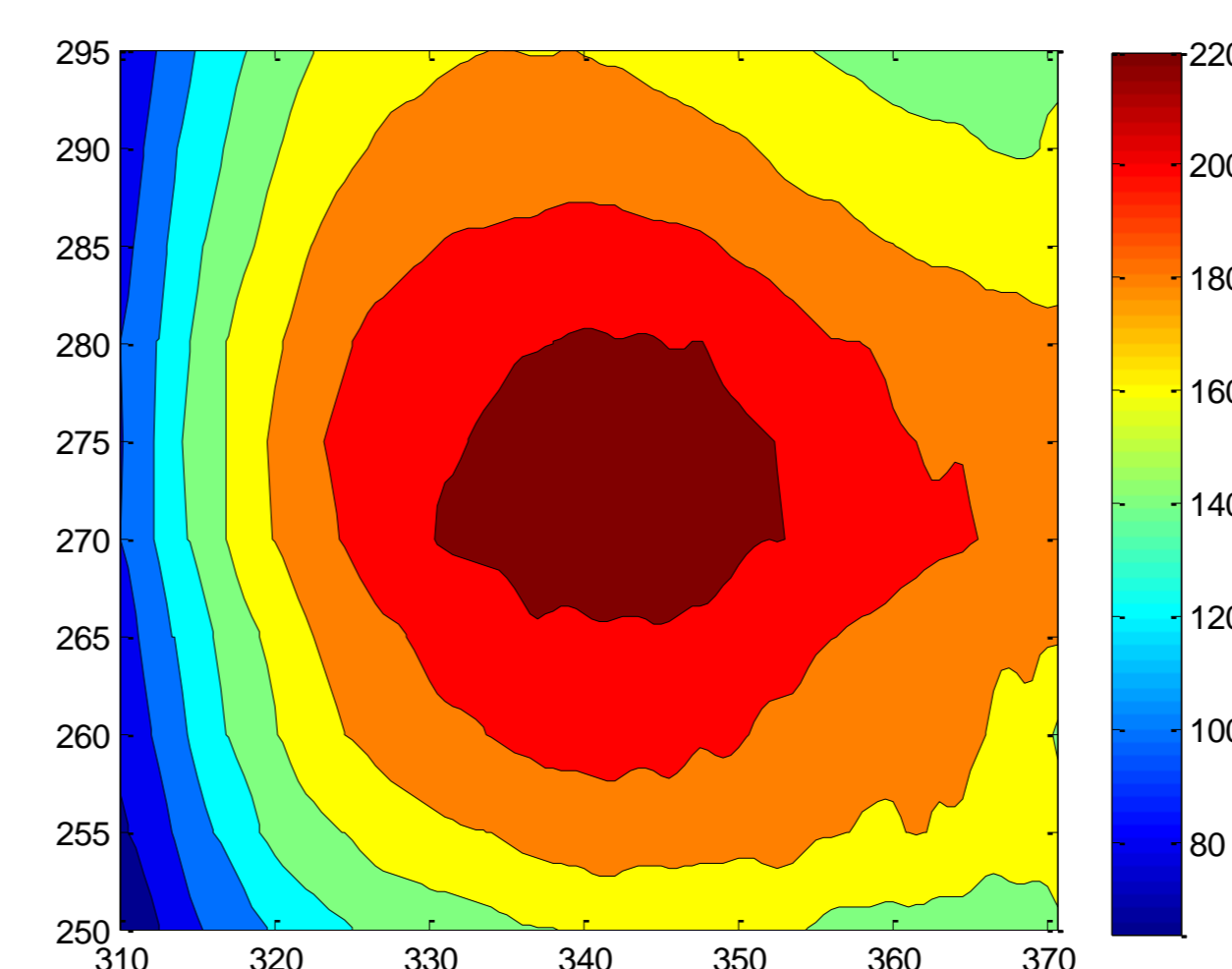


Figura 2. Superfície de emissão /excitação

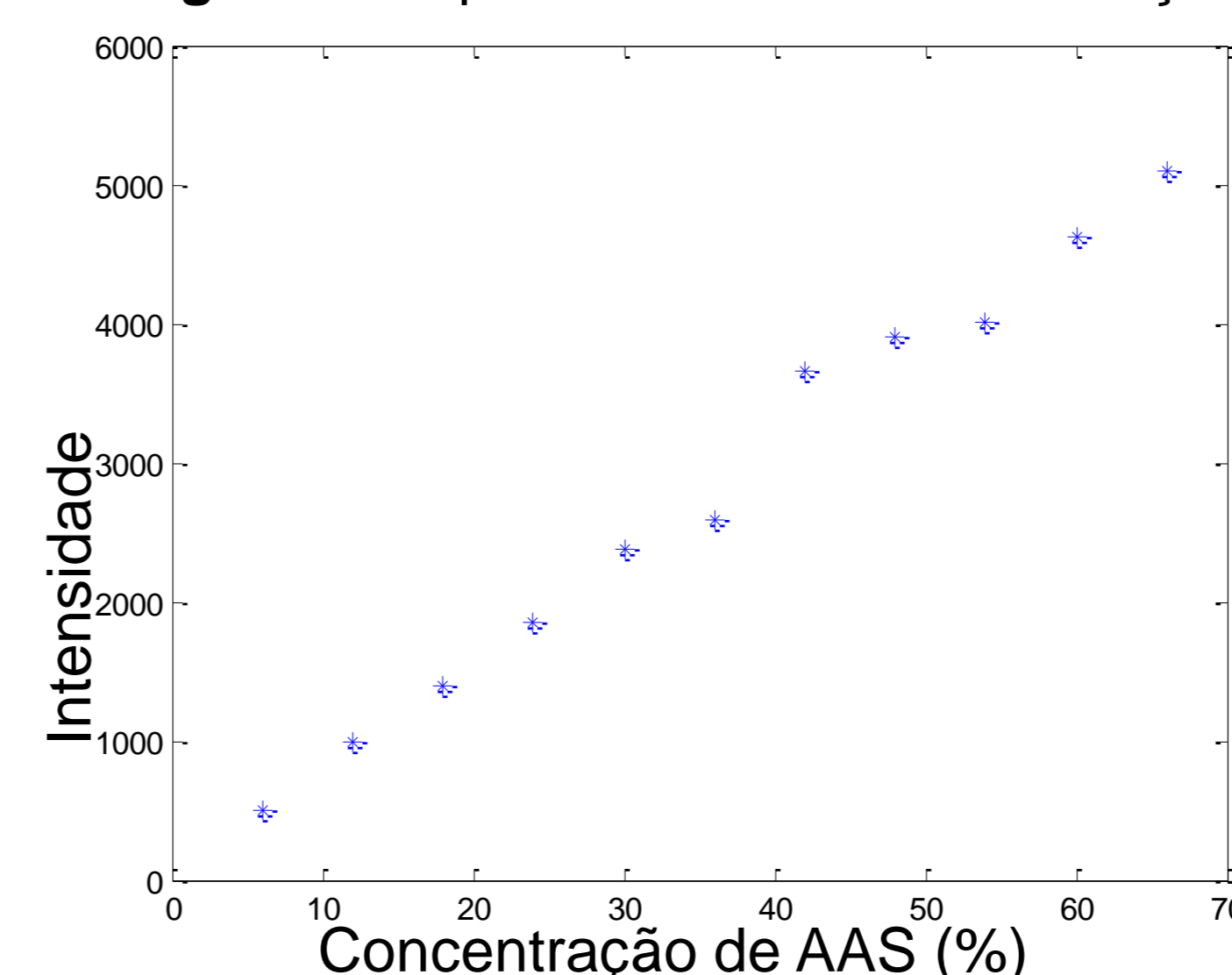


Figura 3. Curva para determinação da faixa linear

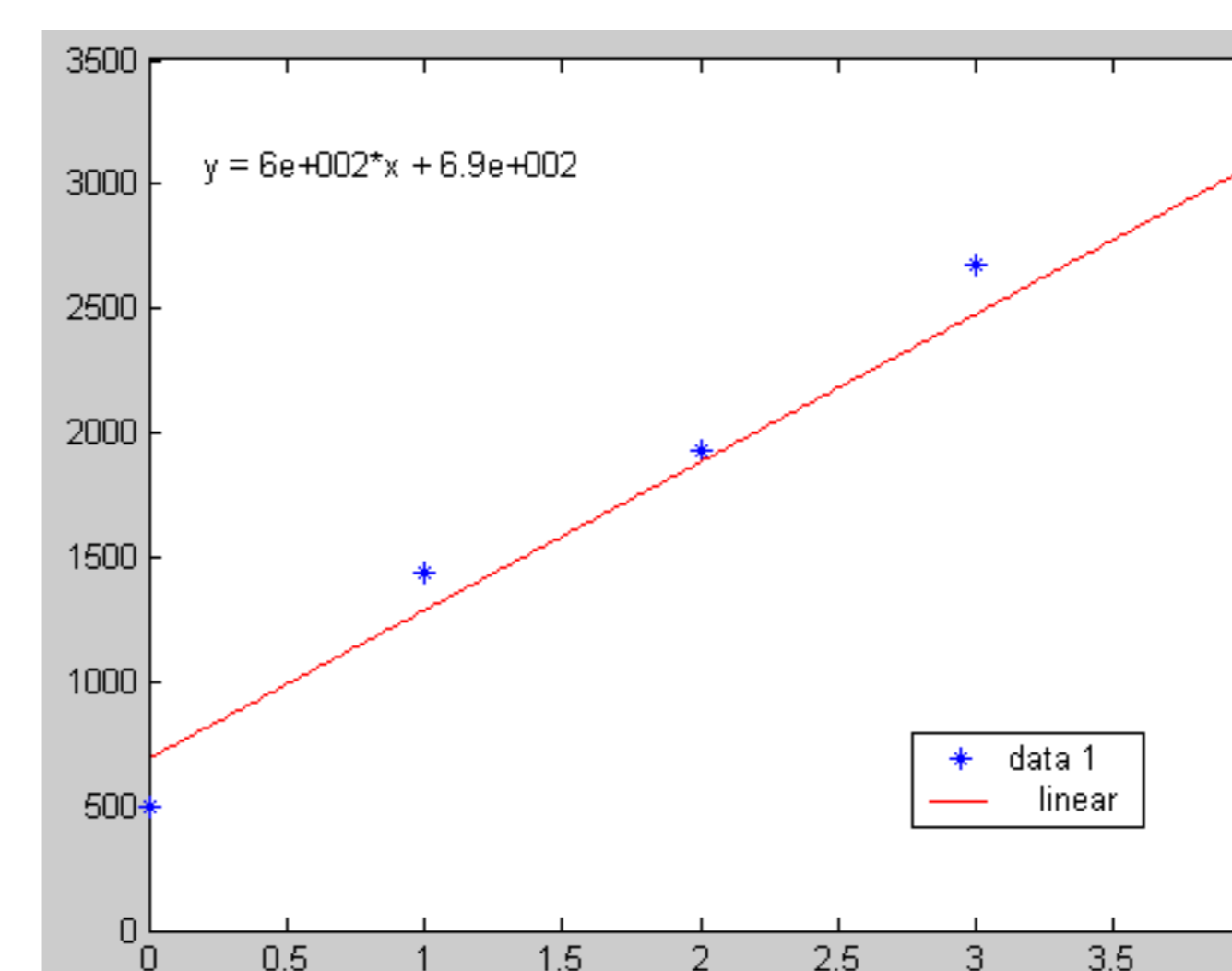


Figura 4. Curva de adição padrão de AAS (amostras preparadas)

A Figura 2 apresenta a superfície de emissão/excitação para uma preparação farmacêutica.

Nota-se um alto valor de intensidade na faixa de 340 a 350 nm no espectro de emissão.

A faixa linear de concentrações determinada para quantificação do AAS foi de 6% a 30% , segundo a Figura 3.

As condições com melhores resultados foram: abertura de fendas de 7 nm e decomposição em 3 fatores no PARAFAC.

O resultado de AAS obtido pela curva (Figura 4) foi de 172,5 mg, enquanto o esperado era de 150 mg.

Quando o último ponto é retirado da curva a quantidade AAS torna-se igual a 124 mg.

Conclusões

Foi demonstrada uma linearidade entre o teor de AAS nas amostras e o sinal de fluorescência recuperado pelo PARAFAC e foi possível construir uma curva de adição padrão.

O maior problema encontrado foi a falta de reprodutibilidade na aquisição dos espectros, o que impediu a análise em amostras reais.

Referências bibliográficas

ALVES, Júlio César Laurentino. **Aplicação de métodos quimiométricos de calibração de segunda ordem e transferência de calibração na determinação simultânea de misturas de fármacos utilizando espectroscopia de fluorescência molecular em fase sólida.** Campinas, 2008.