

Determinação simultânea de paracetamol e cafeína em matriz sólida por espectroscopia de fluorescência e PLS

^aAltair B. Moreira (PG)^{*}, ^bIara L. Tescarollo (PQ), ^aGraciliano O. Neto (PQ), ^aMárcia M. C. Ferreira (PQ), ^aLauro T. Kubota (PQ)

^aInstituto de Química - Universidade Estadual de Campinas - UNICAMP Campinas - SP; ^bUniversidade São Francisco, Bragança Paulista SP, Brasil

^{*}altair@igq.unicamp.br

Palavras Chave: fluorescência, paracetamol, cafeína.

Introdução

A espectroscopia de fluorescência tem sido muito empregada na determinação de compostos farmacêuticos. Entretanto, na maior parte deles as medidas são realizadas principalmente em meio líquido. Por isto, nos últimos anos tem havido uma preocupação por parte da comunidade científica em desenvolver métodos analíticos que minimizem ou excluam completamente o uso de reagentes e/ou solventes. Neste contexto, tanto nas indústrias químicas como farmacêuticas existe um grande interesse no desenvolvimento de métodos que se adequem nesses requisitos, para ser aplicado tanto em análises de rotina como no controle de qualidade, onde normalmente muitas análises se faz necessária e conseqüentemente elevado consumo de reagentes. Portanto, este trabalho tem como objetivo o desenvolvimento de uma metodologia para a determinação simultânea de paracetamol (PA) e cafeína (CF) por espectroscopia de fluorescência em matriz sólida, rápida e sem a necessidade de dissolução da amostra, sendo que para o tratamento dos dados foi empregado o método de regressão por mínimos quadrados parciais (PLS1), utilizando o programa estatístico pirouette.

Resultados e Discussão

As medidas espectrofluorimétricas foram realizadas num espectrômetro de Luminescência, modelo LS-55 Perkin Elmer, equipado com uma lâmpada de excitação de xenônio pulsada (20KW, 8 μ s), uma fotomultiplicadora (Hamamatsu), um fotodiodo de referência, um acessório de fibra-óptica e uma placa de ELISA onde as amostras pulverizadas foram colocadas. A abertura das fendas de excitação e emissão foram de 13 e 15 nm, respectivamente, e a voltagem da fotomultiplicadora foi de 800 mV.

Para a realização das medidas, as amostras de PA e CF foram misturadas com lactose, amido de milho, polivinilpirrolidona, talco e ácido esteárico nas proporções de 75:12:8:3:2, respectivamente, e maceradas em almofariz até obter uma mistura homogênea. Alguns parâmetros que influenciam na

intensidade do sinal de fluorescência foram otimizados, como: a distância da fibra óptica até a amostra, que ficou entre 0,7 - 0,9 cm e a quantidade de amostra utilizada nas medidas que foi de 25 mg.

O comprimento de onda de excitação utilizado, tanto para o PA como para a CF foi de 324 nm, por ser o mais adequado para obter um espectro de emissão comum aos dois compostos. A faixa linear para o PA foi de 80 - 500 mg g⁻¹ e 15 - 300 mg g⁻¹ para a CF. Desta forma, a faixa de concentração escolhida para a construção do modelo foi de 100 - 400 mg g⁻¹ para o PA e de 15 - 50 mg g⁻¹ para a CF, em proporções usualmente encontradas em amostras farmacêuticas. O modelo foi otimizado empregando-se validação cruzada (*leave one out*) com os dados centrados na média, e faixa espectral de 350 a 420 nm.

Tabela 1. Dados referentes a construção do modelo de calibração.

	VL	SEV	R ²
PA	3	10,4	0,995
CF	3	2,2	0,982

VL = número de variáveis latentes; SEV = Erro padrão de validação; R² = Coeficiente de correlação

O modelo construído foi aplicado em amostras com formulação semelhante às utilizadas no modelo de calibração e mostrou bom desempenho na previsão de PA e CF com desvio padrão relativo inferior a 5%

Conclusões

A partir dos resultados obtidos é possível concluir que o método proposto possibilita realizar a determinação de PA e CF em amostras sólida sem nenhum tratamento da amostra, de forma rápida, precisa, e além disso, dispensa o uso de reagentes. Assim, é perfeitamente adequada para controle de qualidade nos processos de produção

Agradecimentos

À FAPESP e CNPq