

Determinação Condutométrica de Sulfato de Glucosamina em Formulações Farmacêuticas

Caio F. Fernandes (IC), Viviane Gomes Bonifacio* (PQ).

viviane.bonifacio@ueg.br

Universidade Estadual de Goiás - Campus Henrique Santillo
Rodovia BR 153, 3105 - Fazenda Barreiro do Meio, Anápolis - GO, 75132-903

Resumo: O sulfato de glucosamina é um fármaco utilizado principalmente como tratamento para artroses primária e secundária, podendo ser também usado como cosmético para pele, unhas, rugas e cabelo. Neste trabalho foi utilizado o método condutométrico para a determinação deste fármaco. Este método é de fácil execução, barato e prático, podendo assim ser empregado por farmácias, bem como por indústrias farmacêuticas para o controle de qualidade de seus produtos.

Palavras-chave: Sulfato de Glucosamina. Titulação Condutométrica.

Introdução

No mundo atual tem-se uma necessidade cada vez maior de métodos e técnicas de determinação que visam à simplicidade, qualidade e menores custos no espaço da indústria. Deste modo, percebe-se que os métodos eletroanalíticos para quantificação de fármacos possuem qualidades que a farmacopeia brasileira atual precisa, pois são métodos simples e que visam minimizar os erros causados nas etapas de preparação da amostra.

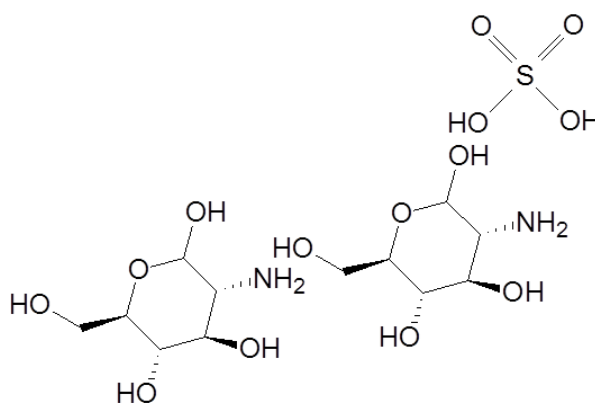
Neste trabalho foi utilizada a técnica de titulação condutométrica, uma técnica baseada nas medidas de condutância das soluções iônicas¹.

Toda solução iônica possui sua própria condutância elétrica (o recíproco da resistência elétrica). Na titulação condutométrica, à medida que o titulante entra em contato com o analito e reage, sua condutância muda, sendo, no caso, diminuída. Até que atinja o ponto final, onde todo o analito reagiu com o titulante, aumentando a partir deste ponto a condutância, a partir do ponto de inflexão do gráfico, se determina o ponto de equivalência da titulação, e com esse dado é possível determinar a concentração do analito na amostra².

O equipamento utilizado para a medida condutométrica é o condutivímetro, o qual mede a condutância a partir da diferença de potencial gerada pelos seus dois eletrodos, que estão mergulhados na solução.

O fármaco estudado foi o sulfato de glucosaminana (Figura 1), ou Bis (2-ammonio-2-deoxy-D-glucose) sulphate. Ele é utilizado para tratamento de artroses primárias e secundárias. Ele também estimula e promove a síntese de colágeno endógeno, e por isso, pode ser usadas também como cosmético, no tratamento de rugas, pele, cabelo e unhas.

Figura 1: Estrutura química do sulfato de glucosamina.



O objetivo deste trabalho foi determinar sulfato de glucosamina em formulações farmacêuticas utilizando como técnica a titulação condutométrica.

Material e Métodos

Foram utilizados para a pesquisa, um condutivímetro, uma bureta de 50 mL, além de béqueres, agitador magnético e barra de agitação.

O titulante, $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$, Foi padronizado com K_2SO_4 , como padrão primário.

Para as titulações condutométricas utilizou-se diferentes massas de Sulfato de glucosamina (SG) diluído em 60 mL de água destilada.

As titulações foram feitas em triplicatas.

Na primeira parte do projeto foi avaliado os limites de concentração da técnica, observando-se o valor máximo e mínimo de concentração do fármaco que pode ser determinada utilizando a titulação condutométrica.

A partir desses dados escolheu-se a melhor concentração para a determinação do fármaco. Neste trabalho foi analisado o medicamento sulglic que contém como princípio ativo o sulfato de glucosamina.

Para a etapa final foram feitos testes de repetibilidade (varias titulações no mesmo dia) e reprodutibilidade (titulações em dias diferentes). Esses testes foram feitos em quintuplicatas.

Na titulação condutométrica descrita neste trabalho, o nitrato de bário, ao entrar em contato com o sulfato de glucosamina, sofre reação formando como precipitado o sulfato de bário, BaSO_4 . Isto ocorre pois o íon Ba^{2+} do titulante reage com o SO_4^{2-} do fármaco. É uma reação iônica de precipitação com proporção de um para um.

À medida que o fármaco vai reagindo e forma-se precipitado, e a condutância vai diminuindo, pois diminui a concentração de SG na solução. Deste modo, quando todos os íons sulfato do analito reagirem e titulante em excesso for adicionado, haverá um aumento da condutância, permitindo identificar o ponto de equivalência da titulação, e em sequência quantificar o fármaco.

Resultados e Discussão

Os resultados obtidos para valores máximos e mínimos de concentração que podem ser determinados de sulfato de glucosamina empregando este método estão expressos na tabela a seguir:

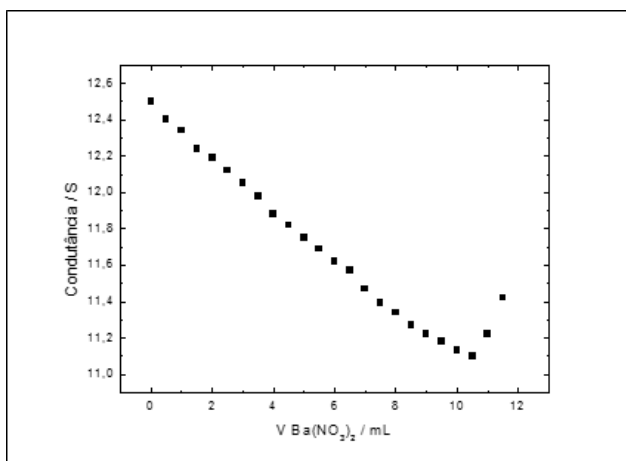
Tabela 1. Limites máximo e mínimo de concentração de sulfato de glucosamina.

Referência / mol L^{-1}	Titulação condutométrica / mol L^{-1}	Er / %
$1,000 \times 10^{-3}$	$(0,960 \pm 0,04000) \times 10^{-3}$	4
$5,000 \times 10^{-3}$	$(5,100 \pm 0,00200) \times 10^{-3}$	2
$1,000 \times 10^{-2}$	$(0,909 \pm 0,00020) \times 10^{-2}$	9
$5,000 \times 10^{-4}$	$(4,000 \pm 0,00002) \times 10^{-4}$	25

Como é observado na Tabela 1, a concentração que obteve o melhor resultado foi a de $5,000 \times 10^{-3}$, portanto esta foi escolhida para os estudos posteriores.

A Figura 2 mostra um gráfico de curva de titulação condutométrica para o Sulfato de Glucosamina. Esta reação possui estequiometria de 1 mol de sulfato de glucosamina para 1 mol de nitrato de bário, e a partir desta estequiometria pode-se calcular a concentração do fármaco.

Figura 2: Curva de titulação do Sulfato de Glucosamina.



Foi escolhido dentre os fármacos disponíveis o Sulglic, o qual possui grande parte da sua composição de sulfato de glucosamina, 37,9% (produto que será quantificado). Esta etapa utiliza o mesmo procedimento da anterior, porém o analito agora é o fármaco Sulglic ao invés do padrão.

Ao preparar o fármaco para a titulação condutométrica, observou-se que o condutivímetro não estava lendo a condutância da solução. Isto ocorreu pois a solução do analito estava com uma condutância muito alta, que se estendia do limite de leitura do aparelho. Essa situação se deve ao fato de que o fármaco, Sulglic, possui em sua composição outros compostos, interferentes, que também conduziam eletricidade, ocasionando o aumento exacerbado da condutância.

Um dos meios para resolver este problema foi empregar o método de adição de padrão, que consiste em adicionar o padrão (sulfato de glucosamina) na solução contendo a amostra (Sulglic), deste modo é minimizada a ação dos interferentes na determinação do fármaco.

Os resultados obtidos para análise do fármaco estão mostrados na tabela a seguir:

Tabela 2. Resultados da determinação de sulfato de glucosamina

Referência / mol L ⁻¹	Condutância / mol L ⁻¹	Er / %
$5,03 \times 10^{-3}$	$(5,10 \pm 0,03) \times 10^{-3}$	1,4

Após as análises das formulações farmacêuticas, foram realizados os testes de repetibilidade e reprodutibilidade, obtendo-se os seguintes resultados:

Tabela 3. Resultados dos testes de repetibilidade e reprodutibilidade, $5 \times 10^{-3} \text{ mol L}^{-1}$.

	Referência / mol L^{-1}	Condutância / mol L^{-1}	Er / %
Repetibilidade	$5,00 \times 10^{-3}$	$(5,18 \pm 0,04) \times 10^{-3}$	3,6
Reprodutibilidade	$5,00 \times 10^{-3}$	$(5,22 \pm 0,02) \times 10^{-3}$	4,4

A Tabela 3, nos mostra que o método é repetitivo e reprodutivo, apresentando erros aceitáveis, inferiores a 5 %.

Considerações Finais

A quantificação do fármaco sulfato de glucosamina utilizando a titulação condutométrica é eficiente, simples e barata. Observou-se que o método condutométrico, é eficiente na determinação do sulfato de glucosamina utilizando a adição de padrão. Portanto, este método pode facilmente ser empregado para controle de qualidade em laboratórios farmacêutico.

Agradecimentos

À UEG (CCET) e ao PIBIC/UEG.

Referências

1. Denaro, A. R. Fundamentos de Eletroquímica. ed. Edgard Blücher Ltda São Paulo, 1974.
2. Ohlweiler, O. A. Fundamentos da Análise Instrumental. ed. LTC. Rio de Janeiro, 1981.