



M.A.P.A

QUÍMICA ANALÍTICA E INSTRUMENTAL

Nome: Suháila Orba Abib

R.A: 23260509-5

Disciplina: Química Analítica e Instrumental

INSTRUÇÕES PARA REALIZAÇÃO DA ATIVIDADE

2. **Todos os campos acima (cabeçalho) deverão ser devidamente preenchidos.**
3. O(A) aluno(a) deverá utilizar este modelo padrão para realizar a atividade.
4. Esta atividade deverá ser realizada individualmente. Caso identificada cópia indevida de colegas, as atividades de ambos serão zeradas. Também serão zeradas atividades que contiverem partes de cópias da Internet ou livros sem as devidas referências e citações de forma correta.
5. Para realizar esta atividade, leia atentamente as orientações e atente-se ao comando da questão. Procure argumentar de forma clara e objetiva, de acordo com o conteúdo da disciplina. Certifique-se que tenha assistido aos vídeos de apoio disponíveis na sala do café.
6. Neste arquivo resposta, coloque apenas as respostas identificadas de acordo com as questões.
7. Após terminar o seu arquivo resposta, salve o documento em PDF e o nomeie identificando a disciplina correspondente, para evitar que envie o MAPA na disciplina errada. Envie o arquivo resposta na página da atividade MAPA, na região inferior no espaço destinado ao envio das atividades.

FORMATAÇÃO EXIGIDA

2. O documento deverá ser salvo no formato PDF (.pdf).

3. Tamanho da fonte: 12

4. Cor: Automático/Preto.

5. Tipo de letra: Arial.

6. Alinhamento: Justificado.

7. Espaçamento entre linhas de 1.5.

8. Arquivo Único.

ATENÇÃO

VALOR DA ATIVIDADE: 3.5

Esta atividade deve ser realizada utilizando o formulário abaixo. Apague as informações que estão escritas em vermelho, pois são apenas demonstrações e instruções para te auxiliar, e, posteriormente, preencha todos os campos com suas palavras/imagens. **Coloque as referências utilizadas nas normas da ABNT**

1 - Determine qual a melhor condição cromatográfica que você poderia utilizar para realizar esse procedimento. Descreva o método analítico na íntegra: qual a coluna utilizada, a fase estacionária, a fase móvel (eluente) e a forma de detecção que escolheria.

Para fazer a análise do antigripal usaremos a Cromatografia Líquida de Alta Eficiência (CLAE) e algumas condições cromatográficas para fazer o procedimento que são as seguintes:

Coluna Cromatográfica: Seu tipo é a Coluna de Fase Reversa (RP), o material sendo Sílica modificada com grupos hidrofóbicos (por exemplo, C18) e suas dimensões Coluna com 150-250 mm de comprimento, 4.6 mm de diâmetro interno e 3-5 µm de tamanho de partícula. A coluna de fase reversa é ideal para a separação de

compostos orgânicos com diferentes polaridades. O C18 é uma fase estacionária comum e eficaz para separar princípios ativos em antigripais.

Fase Estacionária: O tipo vai ser Fase Reversa (C18). A fase reversa é amplamente utilizada na CLAE devido à sua capacidade de separar compostos com base em suas interações hidrofóbicas com a fase estacionária.

Fase Móvel (Eluente): A sua composição é composta de Mistura de água (solvente A) e um solvente orgânico (solvente B), tipicamente acetonitrila ou metanol. Exemplos de gradiente nos tempos de 0 min: 80% de água (contendo 0.1% de ácido fórmico ou trifluoracético) e 20% de acetonitrila; 10 min: 60% de água e 40% de acetonitrila; 20 min: 30% de água e 70% de acetonitrila; 25 min: 80% de água e 20% de acetonitrila (para reequilíbrio da coluna). O gradiente de eluição permite a separação de componentes com diferentes polaridades ao variar a composição da fase móvel. O ácido fórmico ou trifluoracético ajuda a melhorar a ionização e a estabilidade dos picos.

Forma de Detecção: Seu tipo é Detector de Absorção UV-Visível, o comprimento de onda é 254 nm ou 280 nm (dependendo dos princípios ativos). A detecção UV-Vis é comum na CLAE devido à capacidade de muitos princípios ativos e impurezas absorverem luz UV em comprimentos de onda específicos. O comprimento de onda escolhido deve ser ajustado para maximizar a sensibilidade dos picos dos princípios ativos.

Os Métodos Analítico na Ínegra são:

1- A preparação da Amostra: Dissolva a amostra de antigripal ALFA em um solvente apropriado (como água ou uma mistura de água e acetonitrila) e filtre a solução usando um filtro de 0.45 µm.

2- Preparação da Fase Móvel: Prepare a fase móvel com uma mistura de água (com 0.1% de ácido fórmico ou trifluoracético) e acetonitrila. Filtre e degase a fase móvel antes da utilização.

3- Configuração do Sistema CLAE: Na coluna Instale a coluna C18 de 150-250 mm x 4.6 mm (diâmetro) com partículas de 3-5 μm ; a fase móvel configure o gradiente de eluição conforme descrito; na Detecção Ajuste o detector UV-Vis para o comprimento de onda adequado (254 nm ou 280 nm).

4– Execução da Cromatografia: Inicie a análise cromatográfica, injetando a amostra e monitorando o cromatograma para a separação dos princípios ativos e possíveis impurezas.

5– Análise dos Dados: A identificação compare os tempos de retenção dos picos com os padrões de referência e na quantificação utilize a área dos picos para quantificar os princípios ativos em comparação com as quantidades esperadas.

6– Manutenção da Coluna : Após a análise, lave e reequilibre a coluna com a fase móvel inicial para garantir sua longevidade.

Essas condições fornecem uma boa separação dos componentes do medicamento e permitir a análise detalhada da conformidade com a bula. Sendo que se precisar de ajustes específicos, pode adaptar as condições necessárias.

2 - Determine, com base na estrutura dos medicamentos, qual a possível ordem de eluição dos compostos citados e justifique sua resposta com base nas interações intermoleculares que essas substâncias realizam com a fase estacionária escolhida.

Para definir a ordem de eluição dos compostos paracetamol, clorferinamina e fenilefrina, analisamos as características estruturais e como elas afetam na fase estacionária que é hidrofílica e fase móvel que geralmente contém água e um solvente orgânico. No caso usei a ordem de eluição com uma fase estacionária hidrofóbica.

FENILEFRINA: A fenilefrina possui um anel fenil que é altamente hidrofóbico. Mesmo com grupos hidroxila e etanolamina, a presença do anel benzênico faz com que a

fenilefrina tenha uma afinidade menor pela fase móvel e uma maior afinidade pela fase estacionária hidrofóbica. Portanto, ela tende a ter um tempo de retenção mais longo e será eluída mais lentamente.

CLORFERINAMINA: A clorferinamina tem um anel benzênico e um grupo etilamina, que são relativamente menos polares do que o paracetamol. A presença do grupo cloro também contribui para a sua natureza hidrofóbica. Assim, a clorferinamina tem uma afinidade maior com a fase estacionária em comparação ao paracetamol, mas não tão alta quanto a fenilefrina, pois possui grupos mais polares do que a fenilefrina.

PARACETAMOL: O paracetamol possui grupos hidroxila e amida, que conferem polaridade ao composto. Esses grupos polares interagem mais fortemente com a fase móvel (hidrofílica) e têm menor afinidade com a fase estacionária hidrofóbica C18. Como resultado, o paracetamol será eluído mais rapidamente, pois tem menos interação com a fase estacionária e uma maior tendência a permanecer na fase móvel.

A ordem de eluição deve ser o Paracetamol (menos hidrofóbico, mais polar), eluído primeiro, logo depois a Clorferinamina (menos polar do que o paracetamol, mas mais polar do que a fenilefrina), eluído em segundo lugar e por fim a Fenilefrina (mais hidrofóbico, menos polar), eluído por último. Essa ordem é baseada na teoria de que compostos menos polares (mais hidrofóbicos) têm maior retenção em colunas de fase reversa devido às suas interações mais fortes com a fase estacionária, enquanto compostos mais polares tendem a ser eluídos mais rapidamente.

3 - Considerando que foi analisado 1 grama do medicamento, qual a composição percentual de cada um dos componentes da formulação a partir das informações do cromatograma?

Analisando o cromatograma percebemos que os picos remetem a cada composto e que a área do pico é proporcional a concentração deste elemento. Primeiro identificamos os picos de cada elemento e medimos com o considerável valor do medicamento que estamos medindo. O paracetamol está em um pico de 10% de

1000mg do medicamento, resultado em 100mg, a clorferinamina está em um pico de 80% de 1000mg, resultado em 800mg e a fenilefrina também está em um pico de 10% de 1000mg, sendo sua solução de 100mg.

4 - Com os dados da composição percentual obtida na análise da amostra em comparação com a tabela, o medicamento está dentro das normativas esperada? Justifique seu parecer.

Paracetamol = Dado: 100mg; Esperado: 380-420mg; Alterar: Necessita de 280 mg no mínimo.

Clorfeniramina = Dado: 800mg; Esperado: 3-5mg; Alterar: Preciso retirar 795mg no mínimo.

Fenilefrina = Dado: 100mg; Esperado: 3-5mg; Alterar: Deve ser removido 95mg no mínimo.

O medicamento não está nas normativas esperadas, pois tem desvios significativos e fora dos limites aceitáveis, sendo preciso uma investigação mais detalhada e ações corretivas, que podem ser necessárias para garantir a qualidade e a segurança do produto.

REFERÊNCIAS

- BULLA, DRA. MILENA KELLER; BARBOSA, VALÉRIA AQUILINO Química Analítica e Instrumental. Maringá - PR: UniCesumar, 2021. Reimpresso em 2024.