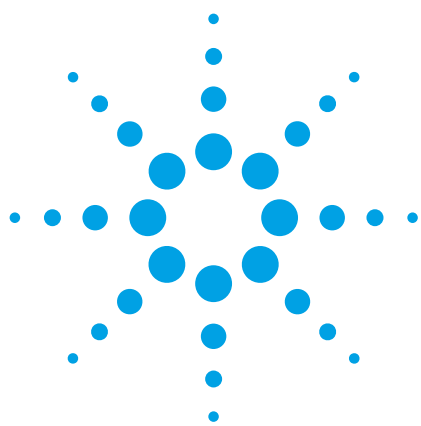




Análise de medicamentos fitoterápicos chineses através da espectrometria de emissão atômica com plasma por micro-ondas (MP-AES)

Nota de aplicação

Testes em alimentos

Autores

Chunhua Wu, Yuhong Chen, Kun
Ouyang e Zhixu Zhang

Agilent Technologies
Pequim, China

Craig Taylor

Agilent Technologies
Melbourne, Austrália



Introdução

Os medicamentos fitoterápicos tradicionais chineses (TCMs) e seus produtos relacionados são amplamente usados na China há séculos e o governo chinês, assim como cientistas de pesquisas acadêmicas, estão dando uma atenção especial às questões de segurança dos TCMs no uso clínico.

Com o desenvolvimento recente da ciência e da tecnologia, há uma maior consciência em relação a metais pesados como Pb, Cr, Cu, Ni, As, K, Na e Ca presentes em alguns TCMs. Consequentemente, a análise de metais tóxicos e benéficos é crucial no controle de qualidade dos TCMs e foram implementadas normas para restringir os níveis dessas substâncias. Para aprimorar a segurança e o gerenciamento do TCM, a farmacopeia chinesa (edição de 2010) foi criada em julho de 2010 e agora é o padrão dos cultivos medicinais chineses, partes de ervas chinesas, medicamentos patenteados chineses e extratos de ervas.



Agilent Technologies

Com o objetivo de controlar o conteúdo de metais pesados e elementos tóxicos na medicina tradicional chinesa, foram criados limites para vários produtos, como as injeções médicas, a fruta do goji chinês, o ginseng, o dangshen, o espinheiro, entre outros, e também para os produtos usados em crianças e para os medicamentos administrados por períodos prolongados. A exportação de TCMs é realizada sob análise detalhada devido às estritas normas, e o elevado conteúdo de metais pesados na medicina tradicional chinesa resultou em uma resposta internacional. Por natureza, os TCMs são muito complexos e contêm muitos elementos com níveis de concentração diferentes, tanto altos como baixos.

Um método rápido, simples e preciso foi desenvolvido para determinar os principais elementos nas amostras de fitoterapia chinesa usando uma nova técnica de análise elementar, a espectrometria de emissão atômica com plasma por micro-ondas (MP-AES). A MP-AES oferece uma solução ideal e de baixo custo para análises multielementares de TCMs, com excelente estabilidade em longo prazo, custos operacionais reduzidos e melhor segurança laboratorial.

O MP-AES Agilent 4100 é um rápido espectrômetro de emissão atômica que usa a energia de micro-ondas acoplada magneticamente para gerar um plasma estável e robusto usando o nitrogênio. Essa técnica elementar inovadora produz uma faixa linear dinâmica, limites de detecção e velocidades de análise superiores ao AAS de chama convencional. Ao usar um plasma de nitrogênio, o MP-AES 4100 dispensa o uso de gases caros e inflamáveis como o acetileno, o que reduz os custos operacionais, permite a operação sem supervisão e acaba com preocupações relacionadas à segurança devido ao uso do acetileno e óxido nitroso. Além disso, o MP-AES 4100 elimina a necessidade de usar uma lâmpada de cátodo oco, e quando usado em conjunto com o gerador de nitrogênio Agilent 4107, os custos operacionais são significativamente reduzidos.

Os resultados estavam de acordo com as técnicas tradicionais. As recuperações do método ocorreram entre 90% e 110%, e os limites de detecção do método para a maioria dos elementos foi inferior a 3 µg/ml na amostra sólida. A recuperação e a precisão também foram excelentes, demonstrando a capacidade do MP-AES 4100 de atender às necessidades de um setor muito exigente.

Experimento

Instrumento

Um MP-AES Agilent 4100 foi usado para a determinação total de metal em uma variedade de analitos em medicamentos fitoterápicos. A posição de visualização e as pressões do nebulizador foram otimizadas automaticamente com o uso do software Agilent MP Expert. A Tabela 1 relaciona as condições do instrumento.

Tabela 1. Condições do instrumento

Parâmetros do instrumento	Ajuste
Nebulizador	Concêntrico de vidro
Câmara de nebulização	Ciclônica de vidro tipo único passo
Tubulação de amostras	Laranja/verde
Tubulação de resíduos	Azul/azul
Tempo de leitura	3 s
Pressão do nebulizador	160 a 220 kPa
Número de replicações	3
Tempo de estabilização	15 s
Correção do sinal de fundo	Automática

Preparação de amostras

As amostras foram preparadas através de digestão por micro-ondas. Aproximadamente 0,40 g de amostras de folha de West Gan, da folha da galanina endógena e de ginseng foram pesadas e depositadas em um recipiente de politetrafluoretileno. As amostras foram preparadas em duplicata usando 5 ml de HNO₃, 0,5 ml de HCL e 1 ml de H₂O₂. Após a digestão, o recipiente foi resfriado à temperatura ambiente antes da diluição até um volume final de 30 ml.

Resultados e discussão

Curvas de calibração

A calibração foi preparada usando uma solução padrão multielementar em uma matriz de HNO₃ de 5%. Os coeficientes de correlação lineares de todos os analitos foram melhores que 0,999. A Figura 1 mostra algumas curvas de calibração de elementos típicos.

Resultados das amostras

Três medicamentos fitoterápicos típicos foram analisados com o uso do método descrito e os resultados foram comparados com técnicas tradicionais de análise. Os resultados obtidos para a MP-AES são totalmente compatíveis com as técnicas tradicionais de análise, conforme exibido na Tabela 2.

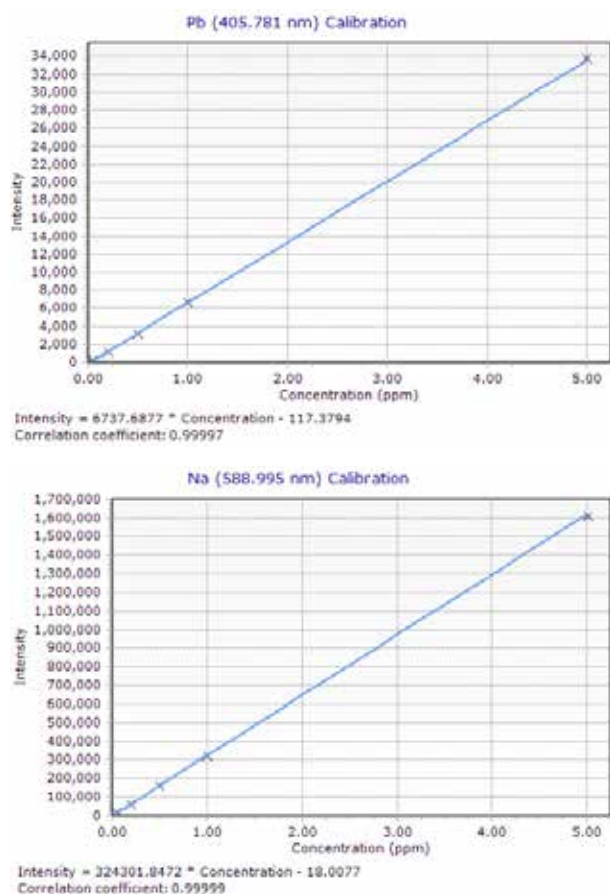


Figura 1. Curvas de calibração de elementos típicos

Tabela 2. Resultados das amostras em µg/ml

Elemento da amostra	Folha de West Gan		Folha da galanina endógena		Ginseng	
	MP-AES	Técnicas tradicionais	MP-AES	Técnicas tradicionais	MP-AES	Técnicas tradicionais
Al	420	425	411	418	294	289
Ba	47,6	47,5	17,8	17,7	42,1	41,6
Ca	18622	18659	13247	13305	2168	2212
Cr	22,6	23,0	5,88	5,96	1,16	1,06
Cu	9,07	9,04	6,75	6,80	6,17	6,16
Fe	820	821	457	458	193	199
K	18510	18651	17797	17829	11374	11220
Mg	5065	5018	4973	4951	1296	1337
Mn	297	299	372	371	33,5	33,8
Na	45,8	45,9	57,8	56,7	252	243
Ni	1,40	1,58	1,61	1,63	1,68	1,65
P	3579	3588	2030	2030	2296	2245
Pb	-	-	1,25	1,21	-	-
Zn	29,9	29,8	40,1	39,5	19,4	20,1

Limite de detecção do método

A amostra em branco foi analisada 11 vezes sob condições otimizadas. Os limites de detecção do método (MDLs) para cada elemento foram calculados e podem ser vistos na Tabela 3.

Tabela 3. Os limites de detecção do método como ppb na amostra

Elemento	MDL (ppb)
Al	0,2
Ba	0,05
Ca	0,02
Cr	0,1
Cu	0,07
Fe	0,35
K	0,05
Mg	0,03
Mn	0,06
Na	0,03
Ni	0,5
P	2,9
Pb	0,6
Zn	0,4

Para confirmar o método, o padrão National Standard Substances (folhas de aspen) GBW07604 foi preparado e analisado ao mesmo tempo. Visto que essa amostra também é um tipo de material vegetal, ela tem características similares à maioria dos tipos de medicamentos fitoterápicos chineses e é frequentemente usada para o controle de qualidade da análise do TCM. Conforme pode ser visto na Tabela 4, os valores medidos coincidem com os valores certificados.

Tabela 4. Resultados do GBW07604

Elemento	Unidade	Certificado	MP-AES
Al	%	0,104 ± 0,06	0,06
Ba	µg/g	26 ± 4	25
Ca	%	1,81 ± 0,13	1,68
Cr	µg/g	0,55 ± 0,07	0,55
Cu	µg/g	9,3 ± 1	9,0
Fe	µg/g	274 ± 17	269
K	%	1,38 ± 0,07	1,35
Mg	%	0,65 ± 0,05	0,66
Mn	µg/g	45 ± 4	49
Na	µg/g	200 ± 13	188
Ni	µg/g	1,9 ± 0,3	1,7
P	µg/g	1680 ± 60	1720
Zn	µg/g	37 ± 3	39

Conclusões

O MP-AES Agilent 4100 demonstrou ser uma solução ideal para a análise de metais pesados em medicamentos fitoterápicos tradicionais chineses (TCMs). O estudo mostra que a preparação de amostras através de digestão por micro-ondas e as análises subsequentes com o MP-AES 4100 permitem analisar com boa precisão três TCMs típicos quanto a elementos maiores e em nível de traços. O MP-AES Agilent 4100 tem os menores custos operacionais em relação a técnicas semelhantes, como o AA com chama. Além disso, por usar gases não inflamáveis, ele acaba com as preocupações relacionadas à segurança do laboratório devido ao uso de acetileno e óxido nitroso.

Para realizar essa análise com custos de gás significativamente reduzidos ou para fazer análises em locais remotos ou nos quais o abastecimento de gases é caro ou dificultoso, também é possível adicionar o gerador de nitrogênio Agilent 4107.

www.agilent.com/chem

A Agilent Technologies não será responsável por erros contidos neste documento ou por danos incidentais ou consequenciais em relação ao fornecimento, desempenho ou uso deste material.

As informações, descrições e especificações nesta publicação estão sujeitas a mudanças sem aviso prévio.

© Agilent Technologies, Inc. 2012

Publicado em 23 de março de 2012

Número da publicação: 5990-9791PTBR



Agilent Technologies