
Comparação de métodos analíticos na determinação de cloreto de sódio

Fernanda Fernandes FARIAS, Eliana Della Coletta YUDICE, Luiz Fernando Ortiz GASPARIN, Valéria Adriana Pereira MARTINS, Helena Miyoco YANO, Maria Cristina SANTA BÁRBARA

Centro de Medicamentos Cosméticos e Saneantes - Instituto Adolfo Lutz

O cátion sódio e o ânion cloreto são os íons mais importantes do espaço extracelular, e a manutenção do volume do líquido extracelular depende do balanço de sódio. A concentração na solução injetável de cloreto de sódio é importante para manutenção da osmolaridade no organismo, devido ao sódio ser mantido em níveis estreitos ($\text{Na} = 136$ a 145 mEq/L); os vários mecanismos envolvidos no seu controle são: osmorreceptores, barorreceptores, mecanismos extra-renais e sistema justaglomerular. Pode haver alterações no equilíbrio de sódio plasmático, aumentando ou diminuindo sua concentração, acarretando na hipernatremia ou hiponatremia. A importância clínica do cloreto de sódio a 0,9 %, se faz a medida que este se encontra na lista dos 15 medicamentos mais vendidos no Brasil, além de estar no ranking daqueles com maiores erros de medicação ^(1,2,3). O soro fisiológico (cloreto de sódio a 0,9 %) possui diversas aplicações como em uso oral, tópico e injetável. É utilizado no tratamento ou profilaxia de deficiências tanto dos íons sódio como cloreto, na reposição do fluido em desidratação e veículo isotônico ou diluente para administração parenteral. Seu uso tópico é feito por irrigação em lesões da pele ou membranas mucosas, redução do edema córneo, alívio da congestão nasal, nebulização para asma, bem como na higienização das lentes de contato ⁽⁴⁾.

Para a determinação do teor de cloreto de sódio em solução injetável aplica-se a técnica de titulação por precipitação, utilizando a solução

de nitrato de prata (AgNO_3) como titulante e a eosina (tetrabromofluoresceína) como indicador em solução de ácido acético ($\text{pH} < 3$), onde se verifica a mudança de cor no ponto final mais nítida (rosa) ⁵.

O objetivo deste estudo foi de mudar o método de determinação de cloreto de sódio (solução injetável) por titulação manual para o automático. A automatização da técnica analítica é importante devido a sua maior precisão, rapidez, detecção do ponto de equivalência (primeira e segunda derivada). Os dados ficam armazenados no próprio sistema, eliminando assim os prováveis erros sistemáticos de procedimentos tais como: ajuste inadequado do menisco, indicador em menor ou maior quantidade e até mesmo a precisão no ponto de viragem ^{6,7}.

Para a comparação da metodologia utilizou-se o titulador automático da Metrohm Pensalab cujas buretas estavam devidamente calibradas de acordo com a Rede Brasileira de Calibração (RBC), escolheu-se o eletrodo de platina pois este é o mais frequentemente indicado para as reações óxido redução onde o potencial redox mede a posição de equilíbrio do par redox. A reação, procedeu-se da mesma maneira que o ensaio oficial exceto por não fazer uso do indicador.

O método analítico farmacopeico utilizado foi o doseamento do teor de cloreto de sódio por titulometria. Transferiu-se o equivalente a 90 mg de cloreto de sódio para um erlenmeyer e adicionou-se água para obter um volume de 10 mL. Em seguida, adicionou-se 10 mL de ácido acético glacial e 75 mL

de metanol. Realizou-se a titulação com solução de nitrato de prata 0,1 M e eosina como indicador para a verificação do ponto final da reação que corresponde ao surgimento da coloração rósea. Em comparação a esta técnica, utilizou-se o mesmo método com substituição da bureta de vidro pelo titulador automático e do indicador pelo eletrodo de platina. A determinação do cloreto de sódio foi realizada 06 (seis) replicatas para ambos os métodos analíticos para 03 (três) amostras diferentes (A, B e C). A tabela 1 apresenta os resultados das análises das amostras A, B e C. Para os dois métodos a repetibilidade foi realizada em seis replicatas, cujo desvio padrão relativo se mostrou baixo (Tabela 1). Utilizou-se um nível de significância igual a 0,05 ($\alpha = 0,05$) nos testes descritos a seguir.

Considerando a replicata das três amostras ($n = 18$), a ANOVA fator duplo com repetição revelou

que a interação entre os fatores não foi significativa ($F_{\text{calculado}} = 0,35 / F_{\text{crítico}} = 3,3$) assim como também não foi significativa a diferença entre os métodos ($F_{\text{calculado}} = 0,42 / F_{\text{crítico}} = 4,2$); porém, as amostras apresentaram diferença significativa ($F_{\text{calculado}} = 27,0 / F_{\text{crítico}} = 3,3$). Dessa forma, a comparação entre os métodos foi realizada em cada amostra.

Os testes t pareado ($\alpha = 0,05$) indicaram que não há diferença significativa entre as médias obtidas pelos dois métodos para as 3 amostras, mas os testes F mostraram que o método automático foi mais preciso para as amostras B e C (Tabela 1).

Conclui-se que os métodos avaliados produzem resultados (médias) sem diferença significativa, mas a titulação automática com uso de eletrodo de platina mostrou-se uma técnica alternativa mais adequada para determinação em soluções injetáveis de cloreto de sódio no que tange à precisão.

Tabela 1. Resultados de análise por titulação manual e automática das amostras de solução de cloreto de sódio 0,9 g %

Replicata	Manual Amostra (A)	Automático Amostra (A)	Manual Amostra (B)	Automático Amostra (B)	Manual Amostra (C)	Automático Amostra (C)
1	0,9305	0,9186	0,8950	0,8962	0,9127	0,9178
2	0,9187	0,9277	0,8950	0,8988	0,9127	0,9185
3	0,9246	0,8950	0,9009	0,8976	0,9127	0,9193
4	0,9246	0,9305	0,9187	0,8978	0,9305	0,9192
5	0,9127	0,9243	0,8950	0,8996	0,9127	0,9178
6	0,9246	0,9263	0,9068	0,8972	0,9246	0,9206
Média	0,9226	0,9204	0,9019	0,8979	0,9177	0,9189
DP*	0,0061	0,013	0,0095	0,0012	0,0079	0,0011
DPR**	0,66	1,42	1,05	0,13	0,86	0,12
Variância	0,000038	0,00017	0,000090	0,0000014	0,000062	0,0000011
<i>t</i> calculado		0,34		1,00		- 0,40
<i>t</i> crítico		2,57		2,57		2,57
valor - <i>p</i>		0,75		0,36		0,70
<i>F</i> calculado		4,55		62,8		54,3
<i>F</i> crítico		7,15		7,15		7,15
valor - <i>p</i>		0,122		0,00033		0,00046

* DP = Desvio padrão, **DPR = Desvio padrão relativo

REFERÊNCIAS

1. Vieira Neto OM, Moysés Neto M. Distúrbios do equilíbrio hidroeletrolítico. Simpósio: Urgências e Emergências Nefrológicas. Capítulo II. Ribeirão Preto-SP. Brasil, 2003; 36: 325-337.
2. Cassiani SHB. A segurança do paciente e o paradoxo no uso de medicamentos. Rev Bras Enferm. Brasília, 2005; 58(1):95-99. <http://dx.doi.org/10.1590/S0034-71672005000100019>.
3. Almeida HI, Mascarenhas MI, Loureiro HC, Abadesso CS, Nunes PS, Moniz MS, Machado MC. Efeito do NaCl a 0,9 % e do NaCl a 0,45 % sobre o sódio, cloreto e equilíbrio ácido-base em uma população de UTIP. J Pediatr.,2015; 91(5):499-505. <https://dx.doi.org/10.1016/j.jpmed.2014.12.003>
4. Amaral MPH, Medeiros MR, Fonseca, BG, Mendonça AE, Pinto MAO. Avaliação da segurança e eficácia de soluções fisiológicas dispensadas em farmácias e drogarias. Rev Bras Farm., 2008; 89(1): 21-23.
5. Voguel A.I. Análise Química Quantitativa. 6ed. Rio de Janeiro. 2011. LTC.
6. FARMACOPEIA BRASILEIRA. 5 ed. volume I. Brasília: Agência Nacional de Vigilância Sanitária. 2010.
7. Hottes S, Clain AF. Estimativa dos erros de medição associado ao uso inadequado e condições extremas do indicador em uma titulação ácido-base. Revista Eletrônica TECCEN. Vassouras, 2010; 3(3): 45-56.