



Eclética Química

ISSN: 0100-4670

atadorno@iq.unesp.br

Universidade Estadual Paulista Júlio de  
Mesquita Filho  
Brasil

Silva Junior, Humberto da; Freitas, Gutto Raffyson Silva de; Silva Pereira, Francisco Régis da; Farias,  
Robson Fernandes de; Pereira, Francisco Claudece  
DETERMINAÇÃO COLORIMÉTRICA DE METABISSULFITO  
Eclética Química, vol. 35, núm. 3, 2010, pp. 133-139  
Universidade Estadual Paulista Júlio de Mesquita Filho  
Araraquara, Brasil

Disponível em: <http://www.redalyc.org/articulo.oa?id=42915812013>

- Como citar este artigo
- Número completo
- Mais artigos
- Home da revista no Redalyc

redalyc.org

Sistema de Informação Científica  
Rede de Revistas Científicas da América Latina, Caribe, Espanha e Portugal  
Projeto acadêmico sem fins lucrativos desenvolvido no âmbito da iniciativa Acesso Aberto

## Conclusions

The analytical methods developed and validated for the simultaneous estimation and for dissolution testing of ofloxacin and ornidazole tablet dosage forms were considered satisfactory. The conditions that allowed the dissolution determination were 900 ml of 0.01M HCl, at  $37.0 \pm 0.5$  °C, paddle apparatus, 50 rpm stirring speed. The % drug delivery was higher than 80% in 30 minutes for all evaluated products. The analysis of variance of the recovery of dosage forms and dissolution values showed that the methods developed were similar ( $p < 0.05$ ). The methods were validated and showed to be linear, precise and accurate.

## Acknowledgments

We acknowledge our sincere thanks to GLPL, Vadodara.

## References

- [1] S. S. Incilay, T. Ayla, *Anal. Lett.*, 36 (2003) 1163–1181.
- [2] M. D. Bethesda, Directors of the American Society of Hospital Pharmacists.
- [3] Drug information USA, 88 (1988) 415–420.
- [4] Proceedings of the World Health Organisation Meeting on Use of Quinolones in Food
- [5] Animals and Potential Impact on Human Health, Geneva, Switzerland, (1998).
- [6] A. Kucers, S. M. Crowe, M. L. Graysan, J. F. Hoy, *The Use of Antibiotics*, 55th Edn., 1997.
- [7] P. S. Francis, J. L. Adcock, *Analytica Chimica Acta*, 54 (2005) 3–12.
- [8] P. Gao, J. Shi, J. N. Li, S. M. Liu, *Chin. J. Appl. Chem.*, 22 (2005) 578–580.
- [9] C. L. Tong, G. H. Xiang, D. J. Huang, W. P. Liu, *Chin. J. Anal. Chem.*, 32 (2004) 619–621.
- [10] R. G. Finch, *Drugs*, 49 (1995) 144–151.
- [11] N. M. Lopez, A. M. Palermob, M. D. Mudryc, M. A. Carballo, *Toxicol. In Vitro.*, 17 (2003) 35–40.
- [12] H. M. Sílvia, P. Lutiane, Z. A. Marcela, B. Liziane, G. C. Simone, *Sci. Pharm.*, 76 (2008) 541–554.
- [13] J. Emami, *J. Pharm. Sci.*, 9 (2006) 169–189.
- [14] M. D. Rockville, *FDA Guidance for Industry*, 1997.
- [15] British pharmacopoeia, Licensing division HMSO, Norwich, (2003) 357.
- [16] United State Pharmacopoeia, United State Pharmacopoeial Convention, (2007) 1355.
- [17] European Pharmacopoeia, EDQM, Council of Europe, Strasbourg, 5<sup>th</sup> edn., (2005) 2131.
- [18] V. M. Shinde, B. S. Desai, N. M. Tendolkar, *Indian Drugs*, 35 (1998) 715.
- [19] A. P. Argekar, U. S. Kapadia, S. V. Raj, S. S. Kunjur, *Indian Drugs*, 33 (1996) 261.
- [20] Y. S. Krishnaiah, M. Y. Indira, P. Bhaskar, *Journal of Drug Targeting*, 11 (2003) 109.
- [21] P. U. Patel, B. N. Subaghia, M. M. Patel, *Indian Drugs*, 93 (2004) 28.
- [22] M. Bakshi, B. Singh, A. Singh, S. Singh, *J. Pharm. Biomed. Anal.*, 26 (2001) 891.
- [23] A. Behl, M. Ahuja, A. S. Dhake, *Indian J. Pharm. Sci.*, 67 (2005) 479.
- [24] N. S. Kamble, B. Venkatachalam, *Indian Drugs*, 42 (2005) 723.
- [25] M. Gandhimathi, T. K. Ravi, S. Nilima, *Indian J. Pharm. Sci.*, 68 (2006) 838–840.

inclui desordem no anticorpo imunoglobulina e processos de dermatites [6-7].

MBS apresenta os mesmos efeitos citotóxicos e genotóxicos observados para o dióxido de enxofre, uma vez que é responsável por aberrações cromossômicas. Possivelmente sua toxicidade está relacionada a perturbações celulares, comprometimento da permeabilidade da membrana e na peroxidação de lipídeos. Em adição, pessoas com alergias e tendências asmáticas devem evitar ingerir alimentos aditivados com MBS e seus precursores, uma vez que MBS induz a bronco constrição. Numerosos efeitos adversos têm sido atribuídos aos agentes sulfetados, incluindo sintomas de urticárias, pruridos, angiodemas, asma, dores de cabeça, lesões cutâneas, etc., [1, 4, 8-11].

Sais de MBS e correlatos são considerados tóxicos a determinados microorganismos, tais como, fungos e bactérias e, esta propriedade, explorada em diversas áreas a fim de combater estes agentes microbiológicos. Dentre estes, a *Erwinia carotovora* subsp. *Atroseptica* e *Erwinia carotovora* subsp. *carotovora* são responsáveis por consideráveis perdas econômicas na agricultura. O mecanismo de ação destas instituições químicas relaciona-se com a inativação de sistemas enzimáticos nos microorganismos, juntamente com o co-fator tiamina pirofosfato e a co-enzima NAD. Este efeito é capaz de exterminar estas espécies biológicas [12].

De acordo com a literatura o metabissulfito ( $S_2O_5^{2-}$ ) é prontamente convertido a bissulfito ( $HSO_3^-$ ) em contato com a água [3, 5, 8]. Sob a ação do oxigênio, soluções de MBS são facilmente transformados em outras espécies, tais como, sulfitos, sulfatos, sulfetos e tiosulfatos. Assim, distintas espécies sulfetadas podem estar presentes em matrizes comerciais como subproduto ou produto de decomposição [1].

Métodos analíticos para a determinação de oxianions de enxofre têm sido baseados em técnicas amperométricas [13], quimiluminescência [14], eletroforese capilar [15], polarográficas [16], titulações iodométricas [17], potenciométricas [18] e cromatografia iônica [19]. De uma forma geral, as metodologias empregam sofisticados equipamentos, tratamento prolongado dos padrões e das amostras e não são adequados para aplicações rotineiras [1].

De acordo com a literatura, o corante pararosanilina (P) tem encontrado largo emprego na análise quantitativa das mais variadas espécies, tais como,  $SO_2$  [20-25], alguns compostos orgânicos [26-37] e espécies como bromato [38, 39], brometo [40] e alguns metais [41, 42].

Diante do exposto e, considerando a importância no desenvolvimento de métodos analíticos capazes de monitorar MBS, o presente trabalho exhibe uma nova sistemática baseada na reação do MBS com o corante P (cloridrato de benzeno-4-(4-aminofenil)(4-imino-2,5-ciclohexadieno-1-ilideno)-metil; também conhecido como paramagenta, magenta ou fucsina básica (CAS 569-61-9), cuja fórmula é mostrada na Figura 1. A metodologia permite a determinação espectrofotométrica de MBS na região visível do espectro eletromagnético.

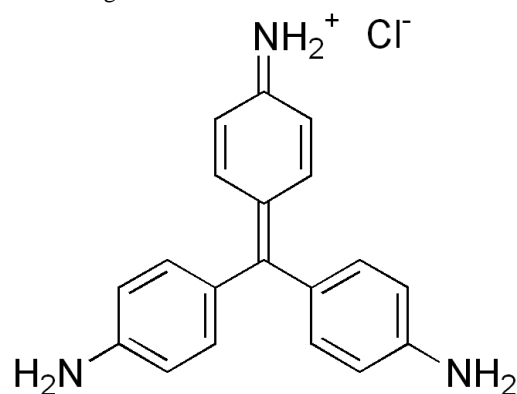
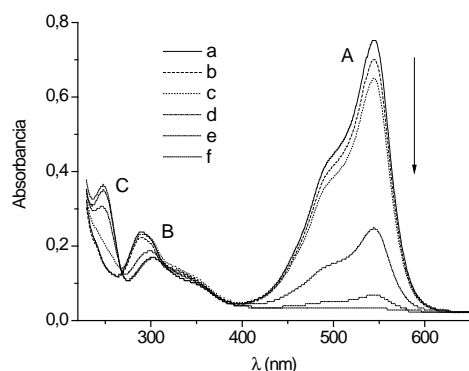


Figura 1. Fórmula estrutural da pararosanilina.

## Materiais e métodos

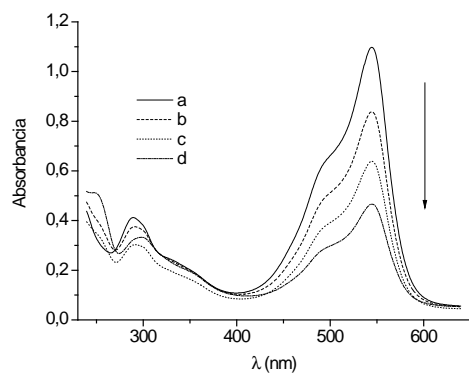
### Equipamentos

Espectrofotômetro UV-VIS 1650 PC da marca Shimadzu. Todos os experimentos foram conduzidos com cubetas de quartzo de 1 cm de caminho ótico. Para a preparação das soluções de trabalho foi empregada uma balança analítica da marca Marte Mict. Os valores de pH das soluções foram ajustados com um pHmetro da marca Mar-



**Figura 3.** Espectros de absorção UV-Vis de  $5 \times 10^{-5}$  mol  $L^{-1}$  de P em solução tampão B-R. Curvas: (a) pH 3,0; (b) pH 4,0; (c) pH 5,0; (d) pH 6,0; (e) pH 7,0 e (f) pH 8,0.

A seguir avaliou-se o efeito da mistura do corante P com o MBS em solução tampão B-R pH 4,0. Para este estudo fixou-se a concentração de P em  $8 \times 10^{-5}$  mol  $L^{-1}$  e adições de MBS no intervalo de concentração entre  $5 \times 10^{-5}$  a  $5 \times 10^{-4}$  mol  $L^{-1}$ . Os resultados são mostrados na Figura 4.

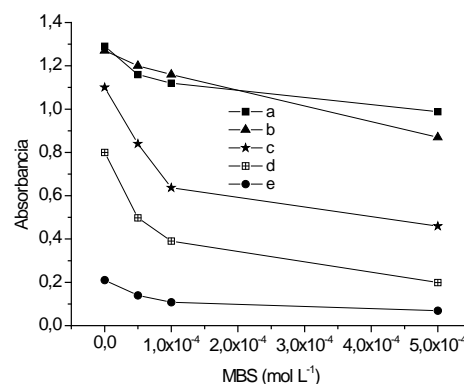


**Figura 4.** Espectros de absorção UV-Vis para a mistura de  $8 \times 10^{-5}$  mol  $L^{-1}$  de P com MBS em solução tampão B-R pH 4,0. Curvas: (a) 0,0 de MBS; (b) adição de  $5 \times 10^{-5}$  mol  $L^{-1}$  de MBS; (c) adição de  $1 \times 10^{-4}$  mol  $L^{-1}$  de MBS e (d) adição de  $5 \times 10^{-4}$  mol  $L^{-1}$  de MBS.

Os espectros mostram que, a banda correspondente a absorção da função quinoidal de P, diminui sua altura em função dos incrementos na concentração de MBS.

De acordo com a literatura, a interação de substâncias sulfuradas como o corante P, ocorre por uma reação de adição, no qual, a dupla ligação quinoidal do corante, sofre uma cisão e incorpora a espécie inorgânica através da ligação com o átomo de enxofre no carbono central de P, provocando a descoloração do pigmento [44, 45].

O efeito da mudança nos valores de pH, sobre o sinal da mistura de P com MBS, foi avaliado mantendo-se a concentração de P fixa em  $8 \times 10^{-5}$  mol  $L^{-1}$  e adições de MBS no intervalo de concentração entre  $5 \times 10^{-5}$  mol  $L^{-1}$  a  $5 \times 10^{-4}$  mol  $L^{-1}$ . O estudo foi conduzido em solução tampão B-R e os resultados mostrados na Figura 5.



**Figura 5.** Efeito do pH sobre o sinal de absorbância obtido da mistura de  $8 \times 10^{-5}$  mol  $L^{-1}$  de P e adições de MBS no intervalo de  $5 \times 10^{-5}$  a  $5 \times 10^{-4}$  mol  $L^{-1}$  em solução tampão B-R. Curva: (a) pH 2,0; (b) pH 3,0; (c) pH 4,0; (d) pH 5,0 e (e) pH 6,0.

Em todos os valores de pH investigados, a adição de MBS provoca a queda do sinal do pigmento a partir da primeira alíquota de MBS. Adições posteriores do analito confirmam o decaimento do sinal do corante.

A influencia no aumento na concentração de MBS sobre o sinal de P foi avaliado em valores de pH 4,0 e 5,0 em distintas concentrações do pigmento. Em pH 4,0, independentemente da con-

**Abstract:** Metabisulfite anion is widely used as an antioxidant agent and preservative of a number of industrialized products. The interaction of this agent with pararosaniline dye can reduce the absorption band of the pigment within the visible area. From the best experimental conditions such as Britton-Robinson buffer solution, pH 5.0, and dye in a solution of  $1.0 \times 10^{-4}$  mol L<sup>-1</sup>, it was possible to obtain a relation between concentration of metabisulfite and absorbance in a range from  $1,3 \times 10^{-6}$  mol L<sup>-1</sup> to  $3.0 \times 10^{-5}$  mol L<sup>-1</sup>. The detection limit was calculated in  $5.0 \times 10^{-7}$  mol L<sup>-1</sup>. The methodology was applied on real samples.

**Keywords:** Metabisulfite, Pararosaniline, Spectrophotometry.

## Referências

- [1] M. Novakova, L. Krivankova, M. Bartos, V. Urbanova, K. Vytras, *Talanta*, 74 (2007) 183.
- [2] F. N. A. Lopez, J. B. Gallego, M. C. D. Quintana, A. G. Fernandez, *LWT*, 41 (2008) 551.
- [3] V. Madan, S. L. Walker, M. H. Beck, *Contact Dermatitis*, 57, (2007) 173.
- [4] M. Steiner, A. Scaife, S. Semple, G. Hulks, J. G. Ayres, *Occupational Medicine*, 58 (2008) 545.
- [5] O. Elmas, M. Aslan, S. Caglar, N. Derin, A. Agar, Y. Aliciguzel, P. Yargicoglu, *Regulatory Toxicology and Pharmacology*, 42 (2005) 77.
- [6] L. Stingeni, L. Bianchi, P. Lisi, *Contact Dermatitis*, 60 (2009) 52.
- [7] B. Jankovic, S. Mentus, M. Jankovic, *Journal of Physics and Chemistry of Solids*, 69 (2008) 1923.
- [8] S. Heshmati, H. I. Maibach, *Contact Dermatitis*, 41 (1999) 166.
- [9] A. Kayraldiz, M. Topaktas, *Russian Journal of Genetics*, 43(8) (2007) 905.
- [10] E. Rencuzogullari, H. B. Pila, A. Kayraldiz, M. Topaktas, *Mutation Research*, 490 (2001) 107.
- [11] T. J. Avis, M. Michaud, R. J. Tweddell, *Applied and Environmental Microbiology*, 73(9) (2007) 2820.
- [12] E. S. Yaganza, D. Rioux, M. Simard, J. Arul, R. J. Tweddell, *Applied and Environmental Microbiology*, 70(11) (2004) 6800.
- [13] M. S. M. Quintino, K. Araki, H. E. Toma, L. Angnes, *Talanta*, 68 (2006) 1281.
- [14] D. Y. He, Z. J. Zhang, Y. Huang, *Anal. Lett.* 38 (2005) 563.
- [15] G. Jankovskiene, Z. Daunoravicius, A. Padarauskas, *J. Chromatogr. A*, 934 (2001) 67.
- [16] M. L. Carvalho, G. Schwedt, *Anal. Chim. Acta*, 436 (2001) 293.
- [17] L. Brown, L. Szekeres, *Talanta*, 26 (1979) 414.
- [18] B. Meyer, M. Ospina, L. P. Peter, *Anal. Chim. Acta*, 117 (1980) 301.
- [19] P. L. Hildini, S. Cavalli, A. Trifiro, *J. Chromatogr.* 789 (1997) 529.
- [20] M. Kass, A. Ivaska, *Analytica Chim. Acta*. 449 (2001) 189.
- [21] M. A. Segundo, A. O. S. S. Rangel, *Analytica Chim. Acta*, 427 (2001) 279.
- [22] M. A. Segundo, A. O. S. S. Rangel, A. Cladera, V. Cerda, *Analyst*, 125 (2000) 1501.
- [23] H. Vekisquez, H. Ramfrez, J. Dfaz, M. G. Nava, B. S. Borrego, J. Morales, *Journal of Chromatography A*, 739 (1996) 295.
- [24] K. Irgum, *Anal. Chem.* 57 (1985) 1335.
- [25] S. K. Goyal, *Environmental Monitoring and Assessment*, 120 (2006) 461.
- [26] M. Wahbi, H. Abdine, M. A. Koranyand, M. H. A. Hay, *Analyst*, 103 (1978) 876.
- [27] M. C. Wu, C. M. Jiang, Y. Y. Ho, S. C. Shen, H. M. Chang, *Food Chemistry*, 100 (2007) 412.
- [28] J. M. B. Sendra, S. Pescarolo, L. C. Rodríguez, A. M. G. Campaña, E. M. A. López, *Fresenius J. Anal. Chem.* 369 (2001) 715.
- [29] L. G. Gracia, M. D. L. Castro, *Analyst*, 124 (1999) 1119.
- [30] W. J. Groah, J. Bradfield, G. Gramp, R. Rudzinski, G. Heroux, *Environ. Sci. Technol.* 25 (1991) 117.
- [31] P. E. Georghiou, L. Harlick, L. Winsor, D. Snow, *Analytical Chemistry*, 55(3) (1983) 567.
- [32] R. R. Milksch, D. W. Anthon, L. Z. Fanning, C. D. Hollowell, K. Revzan, J. Glanville, *Anal. Chem.* 53 (1981) 2118.
- [33] L. T. Gibson, W. J. Kerra, A. Nordona, J. Reglinskia, C. Robertson, L. Turnbulla, C. M. Watt, A. Cheungb, W. Johnstoneb, *Analytica Chim. Acta*, 623 (2008) 109.
- [34] Q. Li, P. Sriharathikhum, M. Oshima, S. Motomizu, *Analytica Chim. Acta*, 612 (2008) 165.
- [35] Y. Y. Maruo, J. Nakamura, M. Uchiyama, M. Higuchi, K. Izumi, *Sensors and Actuators B*, 129 (2008) 544.
- [36] S. K. Dangwal, S. Mithbavkar, *Ann Occup. Hyg.* 39(1) (1995) 115.
- [37] E. Chirila, I. Carazeanu, S. Dobrin, *Talanta*, 53 (2000) 271.
- [38] M. Achilli, L. Romele, *Journal of Chromatography A*, 847 (1999) 271.
- [39] L. Romele, M. Achilli, *Analyst*, 123 (1998) 291.
- [40] J. F. Goodwin, *Clinical Chemistry*, 17(6) (1971) 544.