

pensalab

# Determinação de Nitrogênio Total em Oligonucleotídeos Farmacêuticos

## Método Dumas



# Desafio

Análise via metodologia oficial Dumas para APIs de alto valor, como oligonucleotídeos análogos a semaglutida, com apenas 5 mg de amostra.

## Introdução

A análise de oligonucleotídeos e peptídeos terapêuticos requer alta precisão e rapidez, com uso mínimo de amostra devido ao elevado custo das matérias-primas. O método oficial Dumas, com combustão otimizada e controle rigoroso de temperatura, apresenta-se como alternativa eficiente ao balanço de massa tradicional, permitindo a determinação direta do nitrogênio, parâmetro essencial para controle de qualidade, avaliação de pureza e validação de processos farmacêuticos.

O N-Realyzer, baseado no método Dumas, foi desenvolvido para atender aos requisitos de integridade e rastreabilidade da FDA 21 CFR Part 11.

Equipado com forno ultraestável patenteado e capaz de operar com apenas 5 mg de amostra, fornece resultados rápidos e robustos, reduzindo custos com insumos de alto valor.

Para maximizar a eficiência analítica, foi estabelecida uma metodologia de combustão otimizada no N-Realyzer, garantindo queima completa e limpa, sem formação de subprodutos interferentes. Essa abordagem assegura análises entre 3 e 5 minutos, com excelente reprodutibilidade, mesmo em matrizes complexas como oligonucleotídeos e peptídeos.

Para maximizar a eficiência analítica, foi estabelecida **uma metodologia de combustão B2,0**, com queima completa e limpa da amostra. O sistema é altamente econômico, utilizando apenas **10 mL de oxigênio por análise**.



**A seguir, descrevem-se os parâmetros experimentais e condições operacionais aplicados para obtenção dos resultados.**

## Método

Temperatura do forno de combustão:  
**980°C.**

Massa de amostra:  
**5 mg de API (liofilizado/sólido pulverizado).**

Padrão de calibração:  
**THAM (0,05% N), com suporte para acetanilida e nicotinamida como padrões alternativos.**

Correlação mínima aceitável para curva de calibração:  
 **$R^2 \geq 0,999$ .**

## Preparação da amostra

**01**

Pesagem de 5 mg do API em folhas de estanho (DumaFoil);

**02**

Compactação e inserção direta da amostra no N-Realyzer;

**03**

Validação da curva analítica usando padrões sólidos MRC ou amostras de referência.

# Resultados e precisão

Ensaio com oligonucleotídeos farmacêuticos mostraram RSD < 2,0%, mesmo com apenas 5 mg de amostra.

Amostra	Massa pesada	% Nitrogênio	% Proteína
Oligonucleotídeo	5,12	14,818	92,61
	5,17	14,789	92,43
	<b>Média</b>	<b>14,8035</b>	<b>92,5205</b>
	<b>Desvio padrão</b>	<b>0,021</b>	<b>0,127</b>
	<b>Desvio padrão relativo</b>	<b>0,139</b>	<b>0,137</b>

## Conclusão

Combinando tecnologia de ponta, precisão analítica e total conformidade regulatória, o N-Realyzer se destaca como a solução ideal para análises de oligonucleotídeos, peptídeos e demais APIs de alto valor agregado. Ao oferecer resultados confiáveis com mínimo consumo de amostra, o equipamento otimiza o controle de qualidade e a validação de processos, reduzindo custos e acelerando o desenvolvimento farmacêutico. Sua compatibilidade com normas internacionais e farmacopéias garante não apenas segurança, mas também credibilidade em auditorias e processos regulatórios.

**pensalab**