

Análise de compostos farmacêuticos básicos por CLAE-FR utilizando sílica nua como fase estacionária

Endler M. Borges (PG) & Carol H. Collins (PQ) (eborges@iqm.unicamp.br)

Instituto de Química, Universidade Estadual de Campinas, Campinas, SP, Brasil

Palavras Chave: CLAE, compostos farmacêuticos, sílica, Química Verde.

Introdução

A técnica de CLAE-FR é largamente utilizada na indústria farmacêutica, onde a maioria dos compostos farmacêuticos são bases fortes e não voláteis. No entanto interações secundárias dos analitos com os silanos residuais presentes nas fases estacionárias (FE) comumente utilizadas em CLAE-FR resulta em más eficiências e assimetria dos picos, comprometendo a qualidade e a reprodutibilidade das análises.

Recentemente observou-se que a sílica nua pode ser utilizada como fase estacionária na análise de compostos básicos utilizando fases móveis aquosas comumente utilizadas em modo reverso de eluição [1-3]. Desta forma, diversas bases hidrofílicas (nicotina (ni), salbutamol (as), codeína (co), procainamida (pro) e propanolol (pr)) e hidrofóbicas (amitriptilina (ami), nortriptilina (nor), difenidramina (D) e clorfenilamina (Ch)) foram avaliadas em diferentes valores de pH, concentração de tampão e quantidades de modificadores orgânicos usando-se sílica Kromasil como fase estacionária.

Resultados e Discussão

Na **Figura 1** a maior retenção para os compostos teste foi obtida com fase móvel tamponada com tampão tricina a pH 8 e TRIS a pH 8,5 e os melhores fatores de assimetria foram obtidos com tampão fosfato a pH 7.

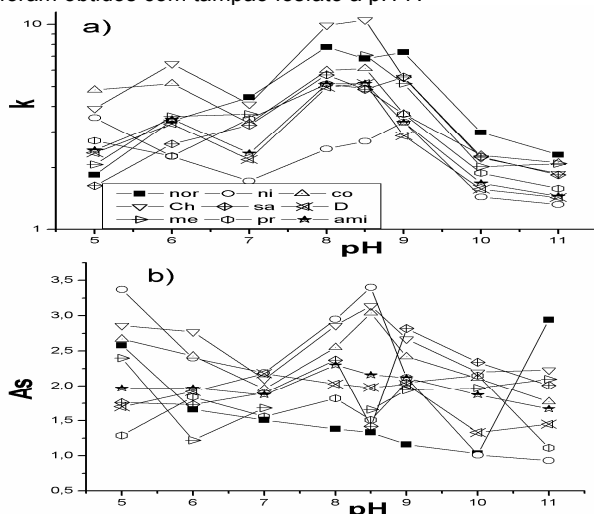


Figura 1. Variações dos fatores de retenção (a) e de assimetria (b) em função do pH. FE: Sílica Kromasil; FM: metanol-tampão (80:20, v/v). Tampões: pH 5 citrato; pH 6, 7 e 11: fosfato; pH 8: tricina; pH 8,5: TRIS; pH 9 e 10: borato.

A **Tabela 1** mostra que a sílica Kromasil interage pouco com os compostos teste a pH 2,7 enquanto a pH 7,6 a mesma apresenta fatores de assimetria maiores que a sílica do tipo A Hypersil³. O aumento da quantidade de metanol para 65% aumenta a retenção das bases hidrofóbicas, diminui a retenção das bases hidrofílicas e reduz o fator de assimetria. O aumento da quantidade de metanol para 80% melhora o fator de assimetria, mas reduz a retenção. A grande quantidade de modificador orgânico diminui os fenômenos de partição. Com 95% de etanol a retenção dos compostos teste aumenta e o fator de assimetria diminui, permitindo uma análise eficiente e ecológica.

Tabela 1. Variações dos fatores de retenção (k) e assimetria (As) com diversas fases móveis.

	nor	ni	co	Ch	as	D	me	pr	ami	pro
metanol-tampão fosfato (pH 2,7; 0,02 mol/L), (30:70, v/v)										
k	1,5	2,1	1,7	2,1	1,3	1,7	1,7	1,4	1,7	1,7
As	1,9	2,6	2,3	3,1	1,6	2,7	0,9	2,1	2,3	1,8
metanol-tampão fosfato (pH 7,6; 0,02 mol/L), (30:70, v/v)										
k	5,3	12,3	14,3	6,8	4,0	7,3	7,7	4,6	9,7	11,8
As	20	5,7	4,4	8,4	2,8	7,9	10	5,0	18	3,2
metanol-tampão fosfato (pH 7; 0,01 mol/L), (65:35, v/v)										
k	6,8	2,8	5,3	9,6	5,5	4,6	7,5	4,8	5,0	8,4
As	2,4	2,9	2,1	2,9	1,3	1,5	1,5	1,5	1,8	1,6
metanol-tampão fosfato (pH 7; 0,02 mol/L), (80:20, v/v)										
k	4,4	1,7	3,3	4,1	3,2	2,2	3,7	3,5	2,4	3,8
As	1,5	2,2	2,0	2,1	1,9	2,2	1,7	1,6	1,9	1,5
etanol-tampão fosfato (pH 7; 0,02 mol/L), (95:5, v/v)										
k	6,3	3,3	6,8	8,6	4,4	2,5	3,0	4,0	2,6	6,3
As	1,1	3,1	2,3	4,0	1,6	1,4	1,5	1,4	1,4	2,8

Conclusões

A sílica Kromasil pode ser utilizada sem funcionalização com FM de 95% etanol na análise de compostos farmacêuticos básicos, obedecendo aos princípios de Química Verde.

Agradecimentos

Capes, CNPq e FAPESP

¹ Neue, U. D.; Serowik, E.; Iraneta P.; Alden, B.A.; Walter, T.H.; *J. Chromatogr. A* **1999**, 849, 87.

² McKeown, A.P.; Euerby, M.R.; Lomax, H. Johnson, C.M.; Ritchie, H.J.; Woodruff, M.; *J. Sep. Sci.* **2001**, 24, 835.

³ McCalley, D.V.; *J. Chromatogr. A* **2007**, 1171, 46.