

Separações rápidas de compostos básicos utilizando temperaturas de 60 °C em uma nova fase estacionária.

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

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

Palavras Chave: CLAE-FR, compostos básicos, temperatura, entalpia de retenção.

Introdução

Normalmente em CLAE-FR a temperatura é uma variável pouco explorada que possibilita alterações na seletividade, melhor assimetria de pico e menores tempos de análise devido a redução dos fatores de retenção e do aumento da vazão¹. A temperatura é um fator que intensifica a dissolução da sílica e diminui a vida útil das fases estacionárias, no entanto o uso de tampões orgânicos com fase móvel neutra permite que as fases estacionárias apresentem uma longa vida útil, mesmo a 60 °C. Neste trabalho é mostrado como o aumento da temperatura permite que a separação de alguns compostos farmacêuticos básicos seja separados rapidamente em uma fase estacionária preparada pela imobilização térmica do poli(metiltetradecil siloxano) sobre a superfície da sílica (PMTDS-SiO₂).

Resultados e Discussão

Na **Tabela 1** são as entalpias de retenção de alguns solutos básicos analisados em uma coluna de 50x3.9 mm recheada com a fase estacionária PMTDS-SiO₂ que contem um percentual de carbono de 14%. Devido às altas entalpias de retenção observadas para os compostos básicos com esta coluna os mesmos são altamente retidos e como as entalpias de retenção são muito próximas na fase móvel com tampão tricina o aumento da temperatura resulta na diminuição dos fatores de retenção sem que a seletividade seja alterada, como é mostrado na **Figura 1**. Adicionalmente o aumento da temperatura de resulta em menores tempos de análise devido a diminuição dos fatores de retenção e do aumento da vazão.

Tabela 1. Entalpias (ΔH) e entropias (ΔS) de retenção, para alguns compostos básicos na fase estacionária PMTDS-SiO₂ em fase móvel metanol:tampão aquoso (pH 7.5; 20 mmol/L) 80:20 (v/v) para os tampões tricina e fosfato. R é a constante dos gases perfeitos (8.31441 JK⁻¹mol⁻¹) e β a razão de fases

solutos	ΔH kJ/Kmol fosfato	ΔH kJ/Kmol tricina	$\Delta S/R +$ $\ln(\beta)$ fosfato	$\Delta S/R +$ $\ln(\beta)$ tricina
Difenidramina (1)	76,3	66,4	3,2	3,0
Amitriptilina (2)	62,7	70,1	2,9	3,4
Fluoxetina (3)	85,1	77,4	3,8	3,7
Nortriptilina (4)	79,0	71,4	3,7	3,6
Dexmetorfano (5)	91,9	70,7	4,2	3,7

Na **Figura 1** a separação feita a 23 °C com vazão de 0,5 ml/min demora 50 minutos, a separação feita a 40 °C com vazão de 1,0 mL/min dura 20 minutos, enquanto a separação feita a 60 °C com vazão de 1.5 ml/min dura apenas 7 minutos e possui altura de pico seis vezes maior do que na separação feita a 23 °C. Esta coluna apresenta alta estabilidade nestas condições e não apresenta nenhuma perda de eficiência após 120 horas de purga a 0,5 mL/min com fase móvel metanol:tampão tricina (pH 7.5; 10 mmol/L) 65:35 (v/v) a 60 °C.

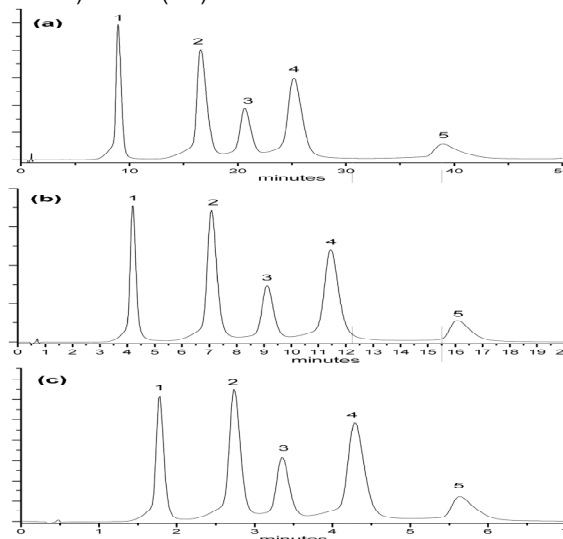


Figura 1. Efeito da temperatura na separação de alguns compostos básicos com tampão tricina. a) vazão: a) 0,5; b) 1,0; c) 1.5 mL/min. Temperatura a) 23; b) 40; c) 60 °C. Condições e identificação dos solutos como na **Tabela 1**.

Conclusões

A fase estacionária PMTDS-SiO₂ apresenta alta seletividade para compostos básicos e alta estabilidade nas condições utilizadas neste trabalho. Adicionalmente, a temperatura é uma variável poderosa em CLAE-FR e permitiu uma separação rápida de seis fármacos.

Agradecimentos

CAPES, CNPq e FAPESP pelas bolsas concedidas e pelo apoio financeiro.

¹ Borges, E.M., Bottoli, C.B.G., Collins, C.H., *Quim. Nova* **2010**, 33, 945-953