



INSTITUTO SUPERIOR DE ENGENHARIA DE LISBOA
Área Departamental de Engenharia Química

ISEL

Cromatografia Preparativa: caracterização e purificação de produtos e impurezas com aplicação na indústria de APIs

Célia Maria Farinha Lourenço

Trabalho Final de Mestrado para obtenção do grau de Mestre em Engenharia Química

Resumo:

Neste trabalho efectuou-se o desenvolvimento de métodos de purificação de princípios activos farmacêuticos utilizando a cromatografia preparativa em coluna (eluição *batch*). Por motivos de confidencialidade as amostras tiveram a denominação de Amostra Projecto A, Amostra Projecto B, Amostra Projecto C e Amostra 2 - Projecto A. Estudou-se a *performance* de coluna para cada projecto utilizando colunas pré-preparadas e colunas preparadas com a tecnologia DAC (*Dynamical Axial Compression*). Elaborou-se o procedimento experimental de enchimento de colunas preparativas sob compressão axial. As impurezas isoladas por cromatografia preparativa foram sujeitas a caracterização HPLC e LC-MS.

Com colunas pré-preparadas, obteve-se para a amostra do projecto A um rendimento de 70,59% e relativamente à amostra projecto B obteve-se u, rendimento de 15,39%.

Relativamente à impureza isolada da amostra do projecto A, o estudo por HPLC revelou 98,69% de pureza, quanto à impureza da amostra projecto B obteve-se 88,80% de pureza.

A impureza da amostra do projecto A exibiu por LC-MS a massa de 467,15 enquanto que a impureza da amostra do projecto B obteve 503,31.

O enchimento de colunas preparativas sob pressão axial dinâmica foi realizado numa coluna de dimensão 260 X 25 mm, onde 76,60% da coluna foi compactada com o material de enchimento SepTech ST150-C18, 10 µm. A coluna foi testada com a impureza isolada do projecto A. Isolou-se o pico referente à impureza, e por LC-MS verificou-se que a impureza foi isolada eficientemente com 97,20% de pureza e massa 467,15 como indicado anteriormente.

Em relação à preparação de colunas com a tecnologia DAC concluímos que, neste caso, é mais vantajoso realizar o enchimento das colunas do que efectuar a compra de colunas pré-preparadas.

Com estes resultados pode-se concluir que a cromatografia preparativa é um método eficaz no isolamento de impurezas de APIs (*Active Pharmaceutical Ingredients*) face a métodos de purificação clássicos que foram realizados previamente noutros estudos. Com futuros desenvolvimentos e investimentos, facilmente poderá tornar-se num método de purificação indispensável na Indústria de Química Fina.

Palavras-Chave – Cromatografia preparativa, Princípios activos farmacêuticos, Tecnologia DAC, HPLC, LC-MS.

Janeiro de 2010