

UNIVERSITAT DE BARCELONA

FACULTAT DE FARMÀCIA

DEPARTAMENT DE FARMACOLOGIA I QUÍMICA TERAPÈUTICA

SÍNTESI DE NOVES PANTOLACTAMES *N*-SUBSTITUÏDES. NOVES APLICACIONS DE
L'(*R*)- I (*S*)-*N*-FENILPANTOLACTAMA EN LA SÍNTESI DE FÀRMACS I COMPOSTOS
D'INTERÈS BIOLÒGIC EN FORMA ENANTIOPURA

LAURA SÁNCHEZ SALGUERO
2006

ANNEX

Dins l'estudi analític per HPLC cal descriure alguns paràmetres que es poden calcular fàcilment a partir de mesures directes sobre el cromatograma i que determinen una correcta separació dels pics.

Així doncs, un cromatograma es caracteritza per:

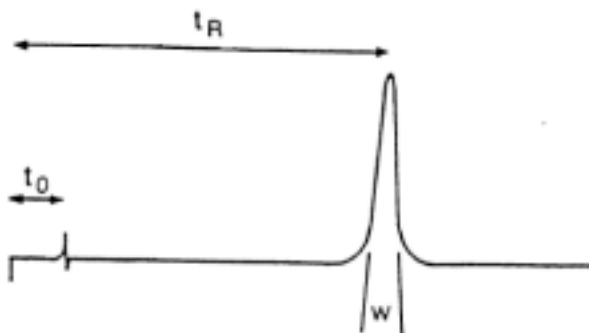


Figura 41. Representació d'un cromatograma.

-temps de retenció (t_r): és el temps que transcorre entre la injecció del compost i la seva sortida de la columna. És característic per a cada compost en unes condicions cromatogràfiques determinades (fase estacionària, columna, composició de la fase mòbil, fluxe de la fase mòbil,...).

-temps o volum mort (t_0 o V_0): és el temps que triga a sortir de la columna el líquid intersticial, o el volum de la fase mòbil contingut dins de la columna. Es pot considerar que la sortida del dissolvent de la mostra coincideix amb el volum mort de la columna. Es determina utilitzant un solut ideal no retingut en absolut per la fase estacionària o, quan el dissolvent és diferent de l'eluent, el senyal observat en el cromatograma es pot fer servir com a mesura del t_0 .

-amplada del pic (w): en el pas del solut a través de la columna es produeix un eixamplament del pic degut a diversos efectes de dispersió. Es pot fer la mesura d'aquesta amplada en diferents posicions del pic cromatogràfic, tot i que el més habitual és realitzar-la a l'alçada de la línia de base, en la intersecció d'aquesta amb les tangents dibuixades en el punt d'inflexió dels dos costats del pic.

Aquests tres factors es determinen directament sobre el cromatograma i serveixen pel càlcul del factor de capacitat (k'), la selectivitat (ζ) i la resolució (Res.):

-factor de capacitat (k'): El factor de capacitat que caracteritza la retenció d'un solut s'empra per tal d'evitar l'efecte de paràmetres relacionats amb la geometria de la columna. Aquest factor es defineix com la relació de la quantitat de solut de la fase estacionària (Q_e) i de la fase mòbil (Q_m):

$$k' = Q_e / Q_m = C_e V_e / C_m V_m = K (V_e / V_m)$$

Com que el factor de repartiment (K) es pot expressar en funció dels volums de retenció (V_r) de la fase estacionària (V_e) i de la fase mòbil ($V_m = V_0$), es dedueix que el factor de capacitat pot calcular-se a partir dels temps de retenció i mort:

$$k' = (V_r - V_0) / V_0 = (t_r - t_0) / t_0$$

-factor de selectivitat (ζ): Per caracteritzar la distància entre dos pics s'utilitza el factor de selectivitat (ζ) que es defineix:

$$\zeta = k_2' / k_1' = (t_2 - t_0) / (t_1 - t_0)$$

-resolució (Res.): és un paràmetre de separació que no només indica la separació dels pics sinó el seu solapament. Així, un valor de Res. inferior a 0'8 es considera insuficient des del punt analític, per Res. = 1 es considera que existeix un solapament del 2% entre els pics i quan Res. = 1'5 hi ha una separació completa. Res. es pot calcular amb els paràmetres directament mesurables sobre el cromatograma:

$$\text{Res.} = 2 [(t_2 - t_1) / (w_2 + w_1)]$$