

ANÁLISE TÉRMICA DO ANTIBIÓTICO DOXICICLINA

Jonatha de Freitas*, Ana Paula G. Ferreira, Éder T. G. Cavalheiro

¹ Instituto de Química de São Carlos, Universidade de São Paulo (USP),
São Carlos, Brasil

* E-mail: fjonatha26@usp.br

Objetivos

Investigar a decomposição térmica da doxiciclina mono-hidratada por técnicas termo-analíticas e propor um mecanismo de seu comportamento térmico em N₂.

Métodos e Procedimentos

As curvas termogravimétricas (TG) foram obtidas em nitrogênio, a 50 mL min⁻¹, razão de aquecimento de 10 °C min⁻¹ de 25 a 1000 °C, no módulo Q600 da TA Instruments.

Na obtenção das curvas DSC a razão de aquecimento utilizada foi de 5 °C min⁻¹, sob atmosfera dinâmica de nitrogênio (50 mL min⁻¹), no módulo Q10 da TA Instruments.

Os gases evolvidos foram analisados por TG-FTIR utilizando o módulo SDT-Q600 acoplado ao espectrômetro Nicolet S10. As medidas foram feitas sob atmosfera de nitrogênio com fluxo de 60 mL min⁻¹, de 25 a 1000 °C, com razão de aquecimento de 10 °C min⁻¹.

Resultados

A curva TG em nitrogênio apresentou três perdas de massa. A primeira foi da temperatura ambiente até 136,5 °C, seguido de uma segunda perda de massa entre 168,7 a 419,2 °C e a pirólise de 419,2 até 1000 °C, com perdas de massa de 4,12, 35,8 e 19,8%, respectivamente e resíduo final de 39,8%. A curva DTA apresentou dois picos endotérmicos em 132 °C, relativo à desidratação e 174 °C, referente à fusão da doxiciclina [1]. Um pico exotérmico foi observado em 209 °C devido à sua decomposição.

As curvas DSC revelaram dois picos endotérmicos em 151,1 e 174,6 °C devido à

desidratação e fusão ($\Delta_{fus}H = 37.0 \text{ J g}^{-1}$), respectivamente.

A análise dos gases evolvidos indicou uma evolução máxima dos voláteis a 205, 315, 435, 475 e 535 °C. Os espectros de FTIR coletados nessas temperaturas foram comparados com os espectros de bancos de dados [2] e revelaram a liberação de ácido isociânico, dimetilamina, água, dioxido de carbono, amônia, metano e monóxido de carbono. De acordo com trabalhos anteriores, parte do dioxido de carbono e amônia é produto da decomposição do ácido isociânico [3].

Conclusões

De acordo com as curvas TG e DSC junto com os espectros obtidos por TG-FTIR, a decomposição térmica da doxiciclina se inicia com a saída dos voláteis no intervalo de 200 a 435 °C, sendo liberados o ácido isociânico, dimetilamina, água, dióxido de carbono e amônia, esses dois últimos provenientes da decomposição do ácido isociânico. Em 475 e 535 °C há continuação da liberação de água e amônia e ainda sinais relativos a metano e monóxido de carbono gasosos.

Referências Bibliográficas

1. I. Villax, Recovery of doxycycline and products thereof, U.S. patent documents (1977). augue.
2. 5. Nicolet TGA Vapor Phase. Omnic, Thermo Scientific.
3. 6. P. Cervini, L.C.M. Machado, A.P.G. Ferreira, B. Ambrozini E.T.G. Cavalheiro, Thermal decomposition of tetracycline and chlortetracycline. J. Anal. Appl. Pyrolysis, 118 (2016) 317-324.