

Síntese e caracterização de um polímero molecularmente impresso para a determinação de fluoroquinolonas empregando a HPLC/DAD

Hanna L. de Oliveira (PG)¹, Matheus C. Fonseca (PG)¹, Anny T. M. Silva (PG)¹, Ricky C. S. Silva (PG)¹, Valdir Mano (PQ)¹, Arnaldo C. Pereira (PQ)¹, Eduardo C. Figueiredo (PQ)², Keyller B. Borges (PQ)^{1,*}

¹ Universidade Federal de São João del-Rei (UFSJ), Departamento de Ciências Naturais, Campus Dom Bosco, Praça Dom Helvécio, 74, Fábricas, 36301-160, São João del-Rei, MG, Brasil. ² Universidade Federal de Alfenas (UNIFAL-MG), Faculdade de Ciências Farmacêuticas, Rua Gabriel Monteiro da Silva, 700, Centro, 37130-000, Alfenas, MG, Brasil. *e-mail: keyller@ufs.edu.br

Palavras-Chave: Síntese, polímero molecularmente impresso, fluoroquinolonas, HPLC.

Introdução

A crescente utilização de agentes antibacterianos como, ciprofloxacino (CIPRO), enrofloxacino (ENRO), marbofloxacino (MARBO) e norfloxacino (NOR), é devida aos seus amplos espectros de atuação, tanto em seres humanos quanto em animais, pois são muito indicados nos casos de infecções da pele, infecções do sistema respiratório e do sistema urinário. Com isso, para a quantificação desses fármacos, diversas técnicas de preparo de amostras vêm sendo amplamente utilizadas para pré-concentrá-los em amostras biológicas e melhorar a resposta da técnica instrumental e reduzir o efeito de matriz e de interferentes. Emprega-se, normalmente, a extração em fase sólida (SPE) utilizando C18 e C8, entre outras, como adsorventes, mas atualmente nota-se uma crescente e promissora utilização de polímeros molecularmente impressos (MIPs) em substituição às fases estacionárias citadas anteriormente.¹ Isto se deve a uma maior seletividade dos MIPs em relação aos fármacos de interesse em comparação a outros materiais.^{2,3} Portanto, o objetivo deste trabalho foi sintetizar e caracterizar MIPs para posterior utilização em procedimentos de preparo de amostra para determinação de fluoroquinolonas empregando a HPLC/DAD.

Resultados e Discussão

O MIP foi sintetizado misturando-se 1 mmol de molécula molde (ENRO), 4 mmol de monômero funcional (ácido metacrílico), 20 mmol de agente de ligação cruzada (etilenoglicoldimetacrilato) e, finalmente, 84 mg de iniciador radicalar (4,4'-azobis-(4-ciano pentaenólico)). A solução foi sonicada por 10 min, deixada sob fluxo de nitrogênio por 10 min e em seguida deixada por 24 h na estufa a aproximadamente 80 °C. O MIP obtido foi triturado e lavado para a retirada do ENRO com solução de metanol: ácido acético (9: 1, v/v). Após a lavagem, o MIP foi seco em estufa a 65 °C durante dois dias. O MIP e o NIP (polímero molecularmente não impresso) foram caracterizados utilizando espectroscopia infravermelho (FT-IR), em cujos espectros foram observadas bandas a cerca de 38ª Reunião Anual da Sociedade Brasileira de Química

1638 cm⁻¹, características de carbonos com hibridização sp². Foram também observadas, bandas típicas de carbonila, a 1730 cm⁻¹, de hidroxila a 3538 cm⁻¹ e C-O a 1262 e 1163 cm⁻¹. Foi feita também termogravimetria (TG) e foi possível observar que em torno 400 °C, o material começou a se degradar. Por microscopia eletrônica de varredura (MEV) foi possível observar que o MIP apresenta-se como material poroso. As condições de separação das fluoroquinolonas (Figura 1) foram otimizadas utilizando HPLC/DAD após a avaliação em diferentes condições, tendo sido obtidas: fase móvel constituída de tampão fosfato (pH 3,29) e acetonitrila (85,7: 14,3, v/v); vazão 1,5 mL min⁻¹; temperatura 25 °C; coluna Synergi[®] C18 (250 mm x 4,6 mm I.D., 4 µm); λ = 290 nm.

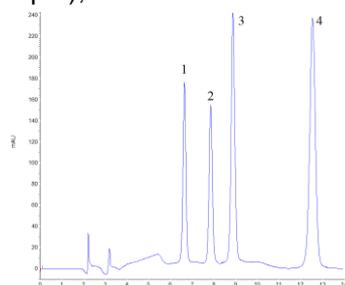


Figura 1. Cromatograma de separação de: 1) MARBO, 2) NOR, 3) CIPRO e 4) ENRO.

Conclusões

Um novo MIP à base de poli(ácido metacrílico) foi sintetizado com o objetivo de determinação de fluoroquinolonas em amostras biológicas. Esse MIP foi caracterizado por FT-IR, TG e MEV e apresentou capacidade de rápida ligação, alta seletividade e boa adsorção das fluoroquinolonas estudadas. A separação das fluoroquinolonas utilizando a HPLC/DAD se mostrou eficiente e reproduzível para posterior aplicação do método.

Agradecimentos

CNPq, FAPEMIG, CAPES, Rede Mineira de Química e UFSJ.

¹ Samanidou, V. F.; Christodoulou, E. A.; Papadoyannis, I. N. *Curr. Pharm. Anal.* **2005**, *1*, 155.

² Haupt, K.; Mosbach, K. *Chem. Rev.* **2000**, *100*, 2495.

³ Turiel, E.; Esteban, A. M. *Anal. Chim. Acta.* **2010**, *668*, 87.