

## Desenvolvimento de um polímero molecularmente impresso (MIP) para determinação de carvedilol empregando HPLC/DAD

Anny T. M. Silva (PG)<sup>1</sup>, Matheus C. Fonseca (PG)<sup>1</sup>, Hanna L. Oliveira (PG)<sup>1</sup>, Ricky C. S. Silva (PG)<sup>1</sup>, Valdir Mano (PQ)<sup>1</sup>, Eduardo C. Figueiredo (PQ)<sup>2</sup>, Keyller B. Borges (PQ)<sup>1,\*</sup>

<sup>1</sup> 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; <sup>2</sup> Faculdade de Ciências Farmacêuticas, Universidade Federal de Alfenas (UNIFAL-MG), Rua Gabriel Monteiro da Silva, 700, Centro, 37130-000, Alfenas, MG, Brasil. \*e-mail: keyller@ufsj.edu.br

Palavras-chave: MIP, carvedilol, HPLC, microextração em fase sólida.

### Introdução

A recente busca pelo emprego de técnicas menos nocivas ao meio ambiente, tem priorizado as técnicas minituarizadas, devido ao seu baixo consumo de solventes.<sup>1</sup> Seguindo essa vertente, foi desenvolvida a microextração em fase sólida (SPME), empregando uma fibra sintetizada a partir de polímeros molecularmente impressos (MIPs) com o intuito de obter fibras mais seletivas. Os MIPs possuem a capacidade de reconhecer as moléculas alvo por meio de suas cavidades, sendo estas capazes de mimetizar o comportamento de sítios de sorção dos receptores naturais, possuindo as vantagens de boa seletividade, fácil preparo e baixo custo.<sup>2</sup>

O carvedilol (CAR) é um agente hipotensor não seletivo dos receptores  $\beta$ -adrenérgicos, os quais diminuem os batimentos cardíacos, e dos receptores  $\alpha$ -adrenérgicos que promovem a diminuição da resistência vascular periférica.<sup>3</sup> Desta forma, neste trabalho relatamos a síntese e caracterização de uma fibra baseada em MIPs para a determinação de CAR em fluidos biológicos empregando HPLC/DAD. O MIP foi caracterizado por espectroscopia infravermelho (FT-IR), termogravimetria (TG) e microscopia eletrônica de varredura (MEV).

### Resultados e Discussão

O MIP foi sintetizado utilizando 0,4 mmol de ácido metacrílico, 2 mmol de etilenoglicol dimetacrilato, 0,03 mmol de 4,4-azo-bis-(4-ciano pentaenóico) e 0,1 mmol de CAR. Todos os reagentes foram solubilizados em 1 mL de clorofórmio, 100  $\mu$ L de acetonitrila e 100  $\mu$ L de metanol, formando a solução de polimerização. A solução foi colocada dentro de tubos capilares com 0,53 mm de diâmetro, para a formação do MIP em formato de fibra, e deixada em estufa a 80 °C por 24 h. Por meio de FT-IR foi possível obter informações sobre a estrutura química do material, sendo observadas bandas em 1649  $\text{cm}^{-1}$ , característica de carbonos com hibridização  $\text{sp}^2$ , a qual acredita-se que seja proveniente de insaturações nos reagentes que não

foram consumidos. Além disso, foram observadas bandas características de carbonila, em 1729  $\text{cm}^{-1}$ , O-H, em 3563  $\text{cm}^{-1}$  e C-O em 1264  $\text{cm}^{-1}$  e 1160  $\text{cm}^{-1}$ , comuns tanto ao MIP quanto ao NIP. Por TG foi possível avaliar a estabilidade térmica do material, sendo observado que a decomposição se dá em torno de 300 °C, ou seja, uma temperatura relativamente elevada que permite concluir que o polímero é termicamente estável na temperatura de trabalho. Finalmente, pelas análises por MEV foi possível observar uma superfície porosa propícia para processos de adsorção.

Utilizando o equipamento de cromatografia líquida de alta eficiência com detector de arranjo de diodos (HPLC/DAD) foi otimizada a separação dos enantiômeros do carvedilol, utilizando uma coluna Chiralpak<sup>®</sup> IA (100 x 4,6 mm; 3  $\mu$ m) e uma mistura de metanol: etanol: água: dietilamina (75:21:4:0,03, v/v/v/v) como fase móvel. Outras condições foram: temperatura de 35 °C e vazão de 0,5 mL  $\text{min}^{-1}$ . A separação dos enantiômeros do CAR apresentou tempos de retenção satisfatórios, bons números de pratos teóricos e boa resolução.

### Conclusões

A síntese do polímero mostrou-se adequada para obtenção das fibras de MIP e NIP. A caracterização destas fibras apresentou resultados condizentes ao descrito na literatura. O método proposto exibiu comportamento promissor para a utilização em técnicas de extração seletiva de CAR em fluidos biológicos.

A separação dos enantiômeros do CAR mostrou-se eficaz e favorável para posteriores determinações de em matrizes complexas.

### Agradecimentos

FQMat, UFSJ CNPq, FAPEMIG e CAPES.

<sup>1</sup> Valente A. P.; Augusto F. *Quím. Nova*, **2000**, *23*, 523.

<sup>2</sup> Zhu X.; Cai J.; Yang J.; Su Q.; Gao Y. *J. Chromatogr. A*, **2006**, *1131*, 37.

<sup>3</sup> Jiang J.; Tian L.; Huang Y.; Yan Y.; Li Y. *J. Chromatogr. B*, **2014**, *960*, 92.