

Compósito condutor de sílica carbono modificado com nanopartículas de prata: aplicação como sensor eletroquímico para detecção de fármacos na indústria farmacêutica

Danielle S. da Rosa (IC), Edilson V. Benvenutti (PQ).

INTRODUÇÃO

Os materiais de carbono cerâmico possuem características que os tornam muito atrativos para o desenvolvimento de sensores eletroquímicos, pois produzem sistemas estáveis, robustos, de baixo custo, e, principalmente, com superfície renovável. A modificação dos mesmos com nanopartículas metálicas (NPs), como a Ag, amplia as possibilidades de aplicação dos métodos eletroanalíticos, tornando os eletrodos mais seletivos, mais sensíveis e com maiores taxas de transferência eletrônica para os processos redox em comparação com o substrato não modificado.

Neste trabalho, um compósito de carbono cerâmico condutor, modificado com AgNPs, estabilizadas por um silsesquioxano iônico foi obtido e caracterizado. Esse material foi aplicado na detecção quantitativa de sulfametoxazol (SMX) e trimetoprim (TMP), e sua performance como sensor eletroquímico para detecção desses analitos foi avaliada por voltametria de pulso diferencial (PD).

EXPERIMENTAL

O material carbono cerâmico (SiO_2/C) foi sintetizado, por policondensação de tetraetilortossilicato na presença de partículas de grafite. Uma dispersão de AgNPs foi preparada em meio aquoso utilizando o Dabco-silsesquioxano iônico, $\text{SiDb}(\text{NO}_3)_2$, como agente estabilizante, e foi colocada em contato com a matriz. Após a lavagem, e secagem do material, foram construídos discos de 6 mm de diâmetro e 0,5 mm de espessura por meio da prensagem do material os quais foram usados como eletrodos (Figura 1).

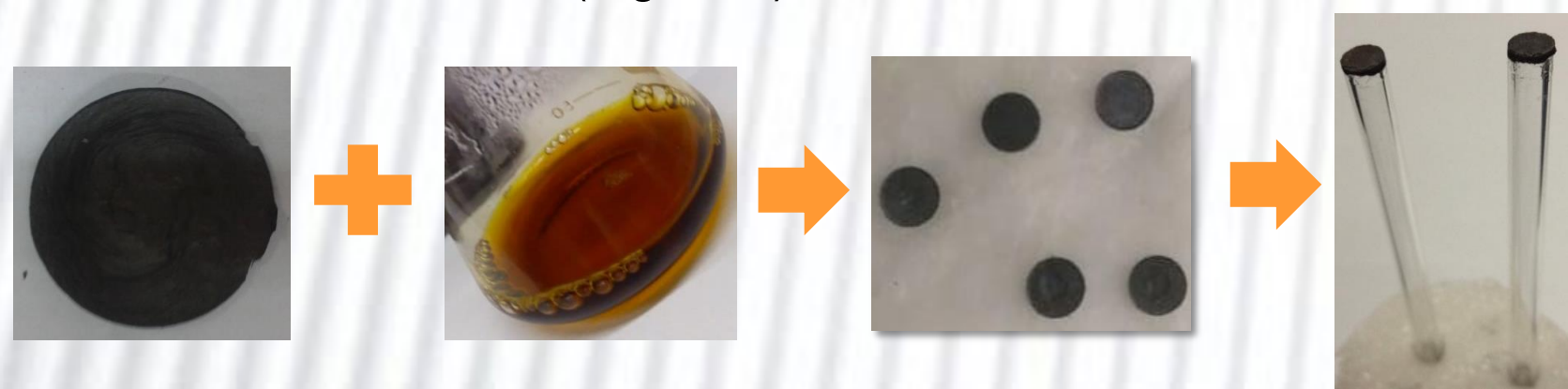


Figura 1: Esquema representativo do processo de imobilização de AgNPs em SiO_2/C , e preparação dos eletrodos de trabalho.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

A dispersão de AgNPs apresentou coloração amarela intensa e um máximo de absorção em 401 nm no espectro UV-Vis (Figura 2 (A)). A presença dessa banda indica a formação de AgNPs esféricas com diâmetro médio entre 2-10 nm. Pela imagem de microscopia eletrônica de transmissão (TEM) é possível observar nanopartículas com diâmetro médio de 5,7 nm e desvio padrão de 2,0 nm (Figura 2 (B) e (C)).

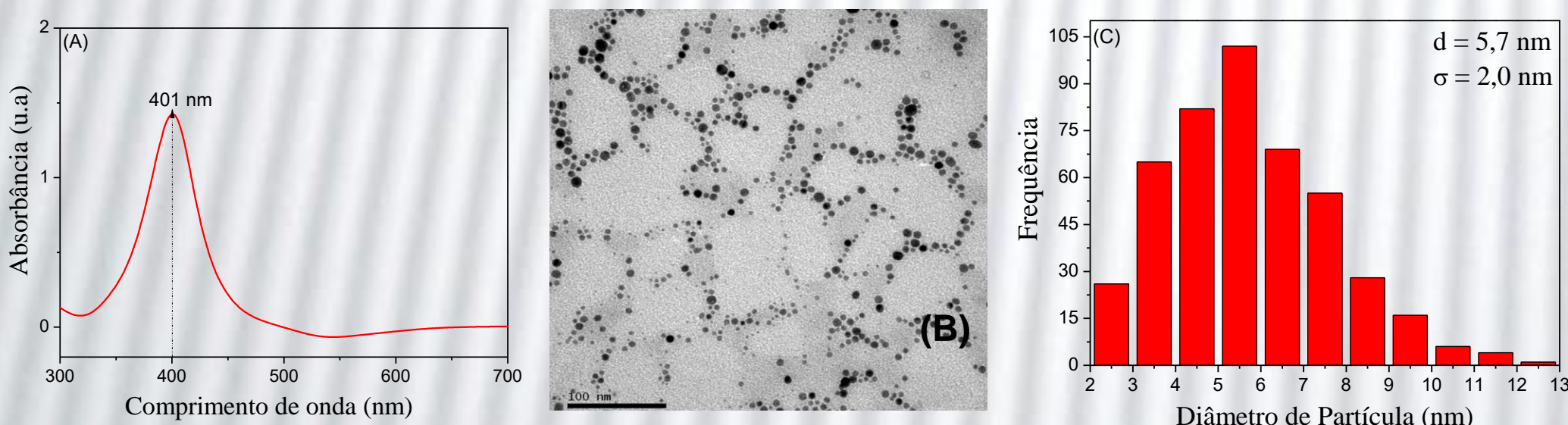


Figura 2: (A) Espectro de absorção na região do UV-Vis da dispersão de AgNPs. (B): Imagem de TEM da dispersão de AgNPs. (C): Histograma de distribuição de tamanho das AgNPs.

As isotermas de adsorção e dessorção de N_2 , obtidas na temperatura de ebulição do nitrogênio líquido, são características de materiais mesoporosos, pode-se constatar que a presença das AgNPs não produz alterações marcantes na isoterma e no diâmetro de poros. Indicativo da formação de um filme na superfície do material (Figura 3 (A) e (B)).

Na imagem de microscopia eletrônica de varredura (MEV) obtida para o material de $\text{SiO}_2/\text{C}/\text{AgNPs}$, com os elétrons retroespalhados, as AgNPs podem ser distinguidas pelos pontos brancos e brilhantes as quais estão dispersas pela superfície do material (Figura 4 (A)).

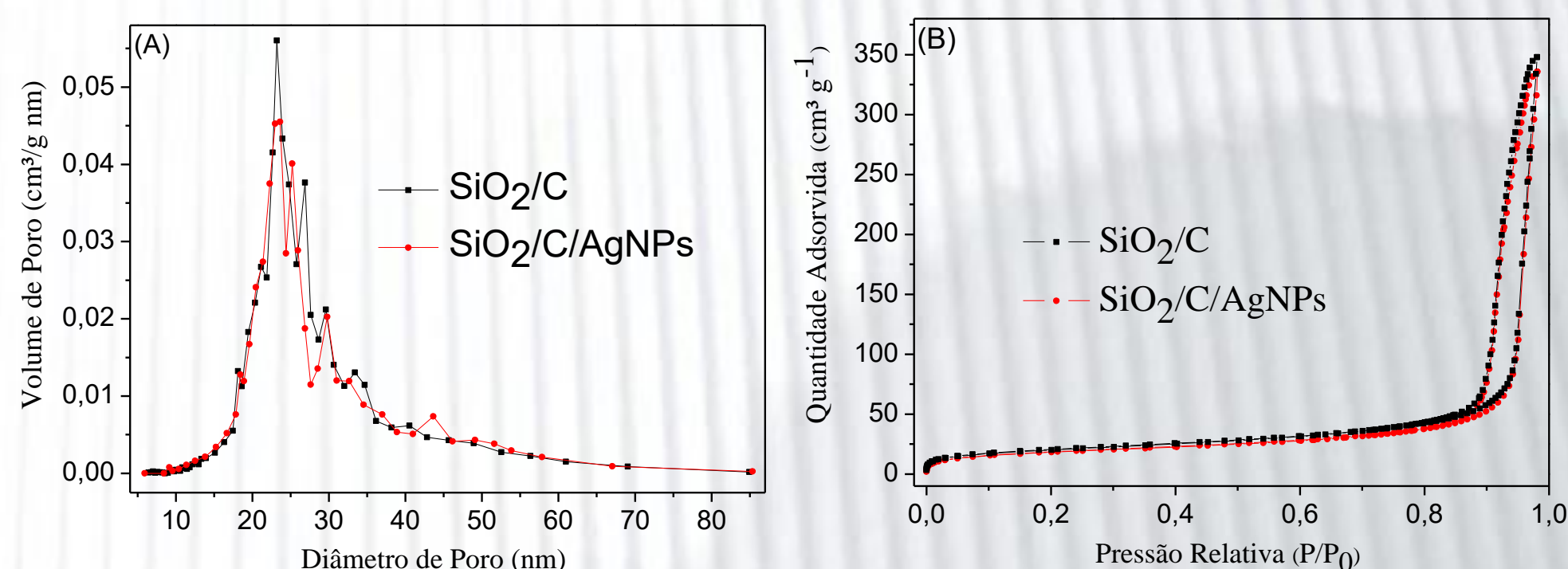


Figura 3: (A) Isotermas de adsorção e dessorção de N_2 e (B) Curvas de distribuição de tamanho de poros para os materiais SiO_2/C e $\text{SiO}_2/\text{C}/\text{AgNPs}$.

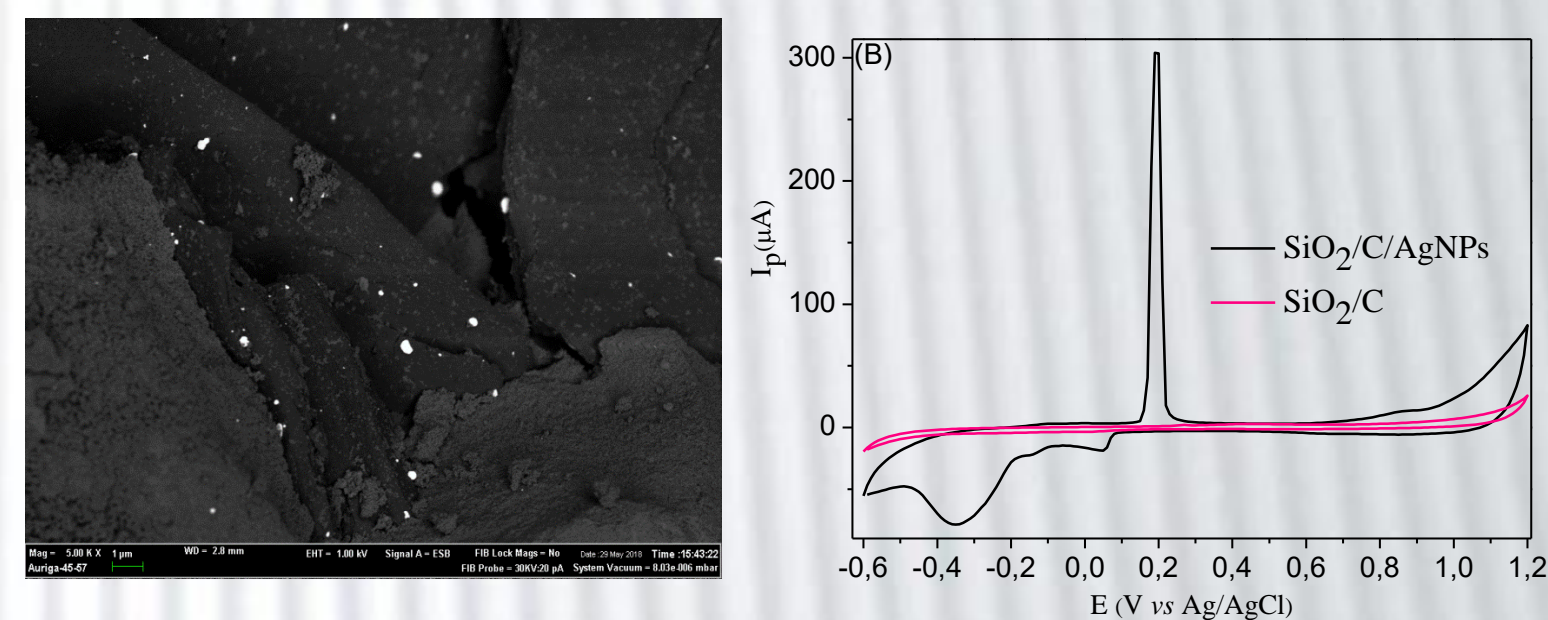


Figura 4: (A) Imagem de MEV do material de $\text{SiO}_2/\text{C}/\text{AgNPs}$ obtidas com magnificação de 5000 vezes e (B) VCs dos materiais SiO_2/C e $\text{SiO}_2/\text{C}/\text{AgNPs}$ com $v = 20 \text{ mV s}^{-1}$ em tampão Britton-Robinson $0,1 \text{ mol L}^{-1}$ pH = 5,5.

Nos ensaios de voltametria cíclica (VC) (Figura 4 (B)) foi possível observar os picos característicos das reações de oxirredução da prata no material $\text{SiO}_2/\text{C}/\text{AgNPs}$, sendo esse mais um indicio da ancoragem das AgNPs na matriz de sílica carbono.

Através da análise de PD foi possível observar que a intensidade da corrente de pico como uma função da concentração de SMX (Figura 5 (A)) e TMP (Figura 5 (B)) exibe uma relação linear no intervalo de concentração entre 24,9 e $169,0 \mu\text{mol L}^{-1}$.

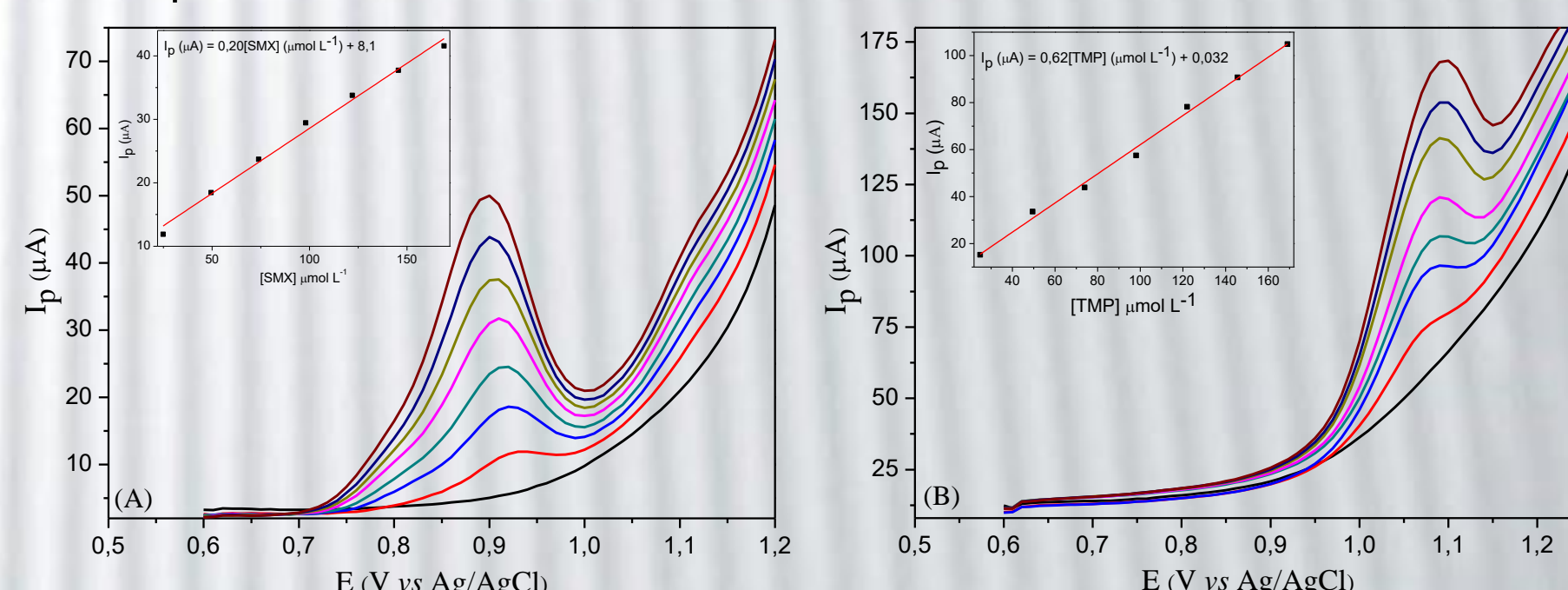


Figura 5: Voltamogramas de PD obtidos para o material $\text{SiO}_2/\text{C}/\text{AgNPs}$ frente a adições consecutivas de (A) SMX e (B) TMP na faixa de 24,9 a $169,0 \mu\text{mol L}^{-1}$, em tampão Britton-Robinson $0,1 \text{ mol L}^{-1}$ $v=20\text{mV s}^{-1}$, e pH=5,5.

CONCLUSÃO

O material $\text{SiO}_2/\text{C}/\text{AgNPs}$ apresentou respostas bastante sensíveis para os analitos estudados, o que conduziu a baixos valores de limite de detecção e ressaltou sua potencial aplicabilidade para a detecção de SMX e TMP em indústrias farmacêuticas, visto que trata-se de um sistema bastante simples, de baixo custo, e que pode ser reutilizado através de um simples processo envolvendo o polimento e renovação da superfície eletroativa.

AGRADECIMENTOS