# PREPARAÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DE ELETRODOS COM SUPERFÍCIES MODIFICADAS COM NANOPARTÍCULAS METÁLICAS

Thaylla Cruz Oliveira (PIBIC/UEPG), André Victor Bassani, Christiana A. Pessôa, Karen Wohnrath (Orientador)
e-mail: karen.woh@gmail.com
Departamento de Química, Universidade Estadual de Ponta Grossa, UEPG, PR, Brasil.

**Química; Química Inorgânica; Físico-química inorgânica.**

Palavras-Chave: *nanopartículas de ouro, eletrodos de pasta de carbono, síntese verde.*

## Resumo

Eletrodos de pasta de carbono (EPC) foram modificados com nanopartículas de ouro (AuNPs) sintetizadas a partir do extrato etanólico de *Monteverdia Ilicifolia (MI)* na identificação do medicamento succinato de desvenlafaxina (DVX).

## Introdução

O fármaco DVX é utilizado no tratamento da depressão, o que torna fundamental o desenvolvimento de métodos analíticos eficientes para sua quantificação. Eletrodos de pasta de carbono (EPC) podem ser empregados pois permitem análises seletivas e sensíveis, uma vez que apresentam estabilidade, baixa corrente residual, custo reduzido, são de fácil modificação, além de sua versatilidade em diferentes meios eletroquímicos (Soni, Jayaprakash, 2012). Dentre os modificadores, destacam-se as nanopartículas metálicas (MNps). O extrato bruto de plantas pode auxiliar na redução e estabilização de MNps de forma sustentável. Neste estudo, foi utilizado o extrato bruto das folhas de MI para sintetizar nanopartículas de ouro (AuNPs) a serem utilizadas na modificação de EPC utilizados para a detecção eletroquímica de DVX.

## Materiais e Métodos

Foi preparado um extrato etanólico das folhas secas e picotadas de *MI* (30 g de folhas em 300 mL de etanol 99%), deixado em repouso por 15 dias. Para síntese de AuNPs, foi adicionado $HAuCl_4$ e extrato de *MI*, com o pH ajustado para 10 com NaOH e aquecidos a 60ºC por 40 min. Um planejamento fatorial foi realizado para otimizar os valores de concentração do precursor, pH e volume de extrato utilizados neste trabalho. A eficiência da síntese foi avaliada por espalhamento dinâmico da luz (DLS) e potencial ζ. As AuNPs foram caracterizadas por DLS, Potencial-ζ, microscopia eletrônica de varredura (MEV) e transmissão (TEM), espectroscopia de absorção molecular na região do ultravioleta-visível (UV-Vis) e do infravermelho (FTIR). Para a construção dos EPCs foi utilizado grafite e Nujol ®. Já para os EPCs modificados os mesmos valores foram usados e acrescentada AuNPs-MI. A caracterização eletroquímica dos eletrodos foi realizada em uma cela de três eletrodos, usando $[Fe(CN)_6]^{3-/4-}$ como sonda redox e PBS como eletrólito de suporte. As caracterizações eletroquímicas dos eletrodos foram realizadas por voltametria cíclica (VC), espectroscopia de impedância eletroquímica (EIE). Para a construção de curva analítica, foi utilizado uma solução estoque de DVX e analisada a partir da técnica de voltametria de pulso diferencial (VPD).

## Resultados e Discussão

A análise do espectro de UV-Vis da suspensão de AuNPs-MI confirmou a presença de AuNPs pela única banda em 525 nm, correspondente à ressonância plasmônica de superfície (Johnson, Christy, 2012). A partir da análise do gráfico de Tauc, determinou-se o valor do band gap do material (2,8 eV). A análise de MEV confirmou o tamanho médio das partículas em 35,99 nm ± 6,254. As partículas apresentaram formato esférico e baixa dispersão de tamanho. No espectro FTIR observaram-se bandas em comum do extrato de MI e as AuNPs em 3445-3479 $cm^{-1}$, 2929-2897 $cm^{-1}$,1621-1618 $cm^{-1}$,1457-1424 $cm^{-1}$ e 1040-1038 $cm^{-1}$ mostrando que há conexões entre o extrato e as AuNPs-MI. O estudo de volume do agente modificador AuNPs-*MI* no *bulk* do EPC foi realizado por VC, onde 160 µL apresentou melhores resultados em comparação ao EPC. A influência do pH nas análises foi realizada por VC, indicando o pH 10 com maiores valores de corrente e menores valores de potencial.

| Eletrodo | Sensibilidade (µA L mol $^{-1}$) | LOD (mmol $L^{-1}$) | LOQ (mmol $L^{-1}$) | Equaçao da reta |
|---|---|---|---|---|
| **EPC** | 0,31 | 2,17 | 7,25 | y = 0,31x+0,23 |
| **EPC/ AuNPs-MI** | 1,15 | 0,46 | 1,56 | y = 1,15x+1,03 |

**Tabela 1.** Valores obtidos da curva analítica.

A curva analítica por VPD resultou em limites de quantificação (LOQ) e limites de detecção (LOD) menores para o EPC/AuNPs-MI, além de valores de sensibilidade maiores, indicativo do êxito da modificação destes eletrodos para a detecção de DVX.

## Conclusão ou Conclusões

A suspensão de AuNPs-*MI* apresentou-se estável e adequada como modificador de EPC. Nas condições utilizadas, o EPC/AuNPs-*MI* teve caráter promissor na detecção de DVX.

## Agradecimentos

Ao CNPq, UEPG, GDEM, FNDE, PET e C-LABMU.

JOHNSON, P. B.; CHRISTY, R. W. *Plasmonic Properties of Gold Nanoparticles: Influence of Size and Shape*. **Nanotechnology**, v. 20, n. 5, p. 456-463, 2012.
SONI, I.; KUDUR JAYAPRAKASH, G. A short review on the analysis of the adsorptive behavior of surfactants at carbon paste electrodes for electrochemical sensing. **Journal of Molecular Liquids**, v. 388, p. 122737, 2023.