

Introdução

Biossensores eletroquímicos são ferramentas analíticas que combinam biomoléculas com transdutores químicos, permitindo a medição direta de um analito específico, mesmo sem pré-tratamento da amostra. Esses dispositivos têm se tornado cada vez mais atrativos já que apresentam tamanho reduzido, facilitando sua manipulação e transporte, além de apresentar um método simplificado de produção.

A utilização de eletrodos carbono-cerâmicos no desenvolvimento dos biossensores se dá em decorrência das propriedades resultantes do material. A estrutura polimérica à base de sílica confere rigidez e porosidade, sendo a esta estrutura polimérica incorporado grafite em pó, de forma ao material apresentar condutividade.

Entretanto, um fator determinante na eficiência do biossensor está na imobilização e estabilização das biomoléculas. Por isso, há a necessidade de utilizar um mediador de elétrons, a fim de facilitar a transferência eletrônica para o eletrodo. Nesse contexto se dá a imobilização de um filme de nanopartículas de ouro (AuNP) de forma a aumentar a área de superfície ativa, aumentando a sensibilidade do biossensor.

Por isso, esta pesquisa tem por objetivo o desenvolvimento de um material carbono-cerâmico microporoso com propriedades condutoras, visando sua potencial aplicação para a produção de um biossensor eletroquímico.

Procedimento experimental

Síntese Matriz SiO₂/C-grafite

Foram produzidos dois materiais (M1 e M2), que apresentaram diferença apenas quanto a solidificação do material



Montagem do eletrodo de trabalho

Pastilhas: 20 mg prensadas com 2 ton por 4 min.

As pastilhas foram coladas com adesivo de cianoacrilato de etila em tubo de vidro e vedados com fita veda-rosca, produzindo-se eletrodos denominados MX-EY.

Preparação da dispersão de AuNP



Aplicação de um filme fino de AuNP sobre as pastilhas

Técnica de *spin coating* - 1ª gota | 1500 rpm | 500 rpm/s | 15 s
2ª gota | 1500 rpm | 500 rpm/s | 3 min

Com essas pastilhas foram produzidos eletrodos M1AuX

Resultados

Caracterização Microestrutural

A caracterização microestrutural dos materiais produzidos evidenciou que as matrizes M1 e M2 apresentam áreas superficiais específicas de 262 m²g⁻¹ e 236 m²g⁻¹, respectivamente. A análise por adsorção e dessorção de nitrogênio resultou em isotermas do tipo I, característica de materiais microporosos, sendo, conseqüentemente, evidenciado pelo método de DFT poros de 1,5 nm e 1,2 nm, respectivamente.

Figura 1 – Isotermas de adsorção e dessorção de nitrogênio

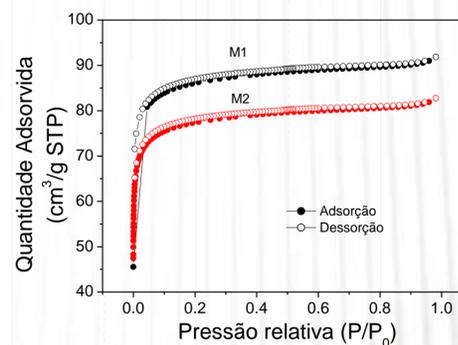
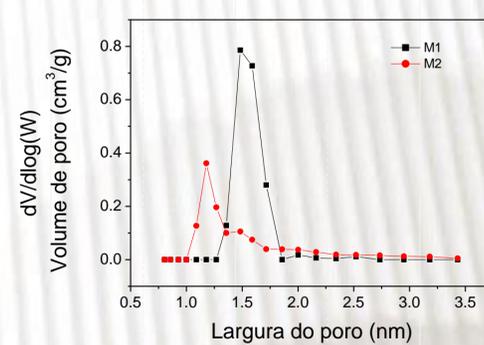


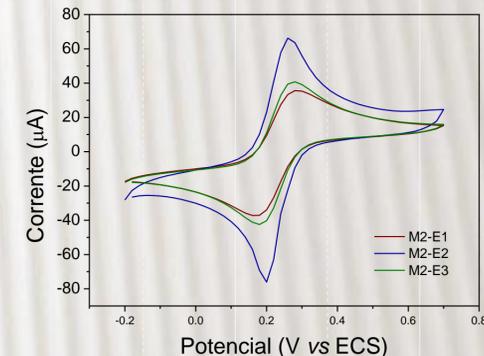
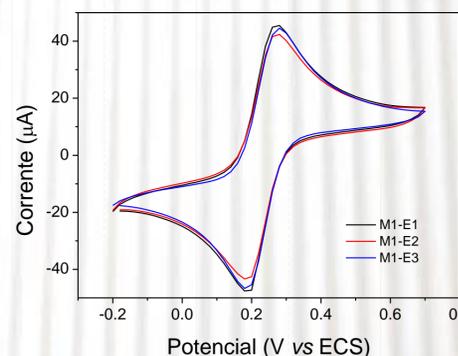
Figura 2 – Largura dos poros pelo método DFT



Caracterização Eletroquímica

Os voltamogramas obtidos por voltametria cíclica em meio Fe³⁺/Fe²⁺ indicam grande resistividade dos eletrodos, com picos de oxidação e redução pouco definidos, antes da renovação das superfícies. Os resultados apresentados pelos eletrodos polidos são mostrados nas Figuras 3 e 4 e evidenciam uma maior reprodutibilidade dos eletrodos produzidos a partir do material M1, com desvio padrão de 1,6 da corrente de pico anódico, em comparação com o material M2, que apresentou um valor 10 vezes maior.

Figura 3 e 4 - Voltamogramas cíclicos dos eletrodos polidos



Dispersão de Nanopartículas de Ouro

Por espectroscopia UV-visível a dispersão de AuNP apresentou banda de absorção máxima em 519,5 nm, resultado típico de dispersão de nanopartículas de ouro com tamanho aproximado de 20 nm e conformação esférica.

Pastilhas do material M1 sem polimento foram revestidas com filmes finos de AuNP utilizando a técnica de *spin coating*, e a Figura 5 mostra os voltamogramas do sistema Fe³⁺/Fe²⁺ dos eletrodos com elas preparados. Na figura observa-se voltamogramas com picos bem definidos e correntes de pico anódico com desvio padrão de aproximadamente 2,3.

Por fim, a Figura 6 apresenta uma comparação entre voltamogramas dos eletrodos M1 sem polimento, polido e revestido com filme fino AuNP.

Figura 5 - Voltamogramas cíclicos dos eletrodos revestidos com filme fino de AuNP

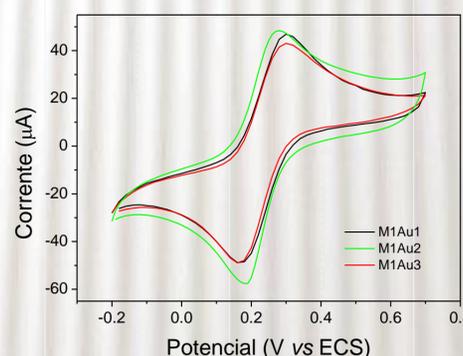
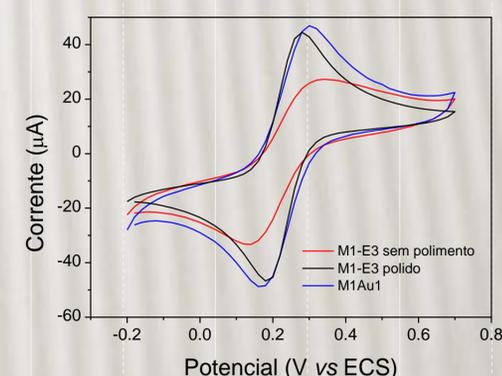


Figura 6 - Comparação entre eletrodos do material M1



Conclusões

As duas matrizes apresentam estruturas semelhantes, correspondendo perfeitamente ao que se buscava inicialmente quanto ao tamanho de poros. Entretanto a solidificação em repouso do material M2 acabou produzindo um material com baixa reprodutibilidade. Além disso, é possível concluir que os materiais apresentam elevada melhora em sua resposta eletroquímica quando submetidos a renovação da superfície.

Contudo, observa-se também melhora na resposta eletroquímica do material M1 quando revestido com um filme fino de AuNP, não precisando o material ser previamente polido. Indicando que as AuNP, facilitam a transferência de elétrons.