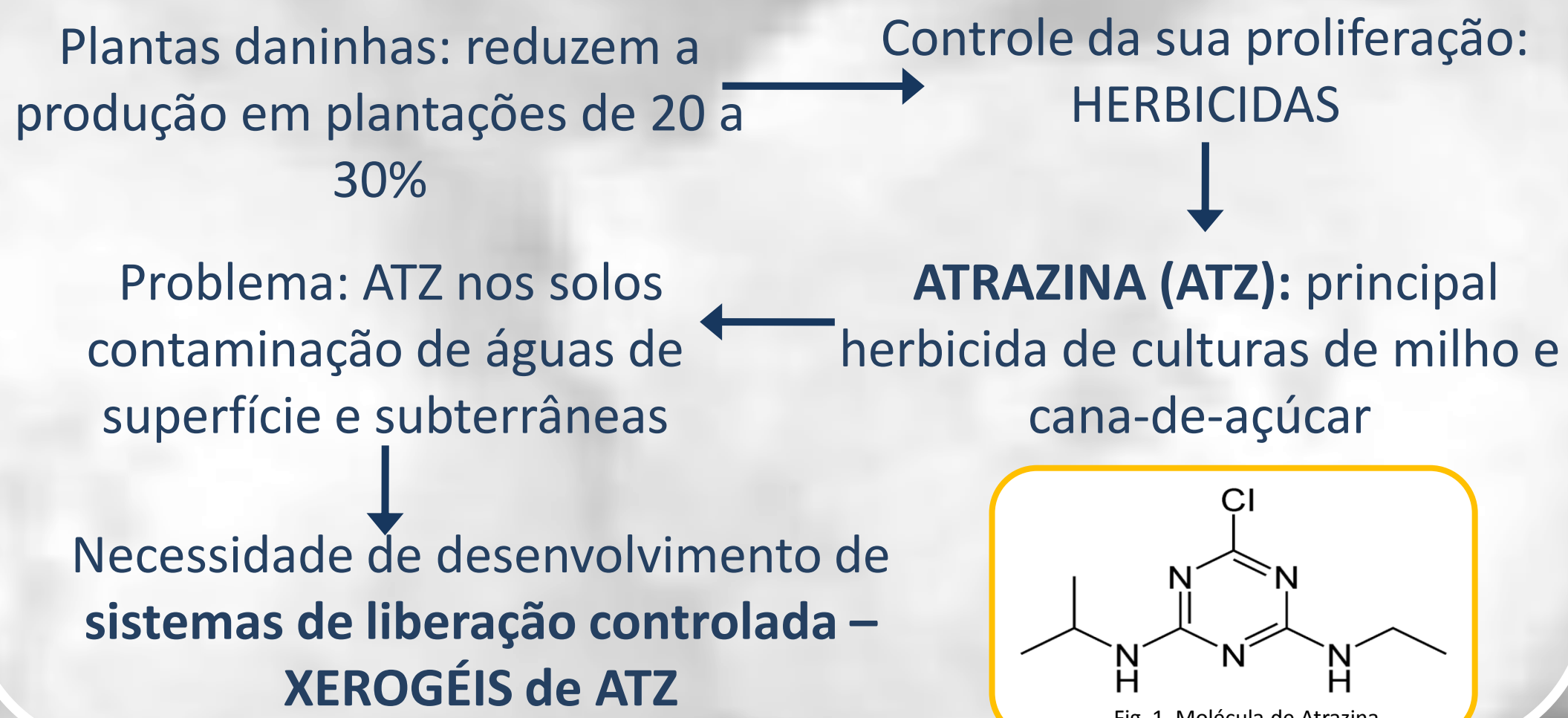


Síntese e Caracterização de Formulações de Xerogéis de Atrazina e Avaliação dos Perfis de Liberação

Lízia Baleeiro Brack; Mauro Mozael Hirsch; Deborah Pinheiro Dick

Introdução

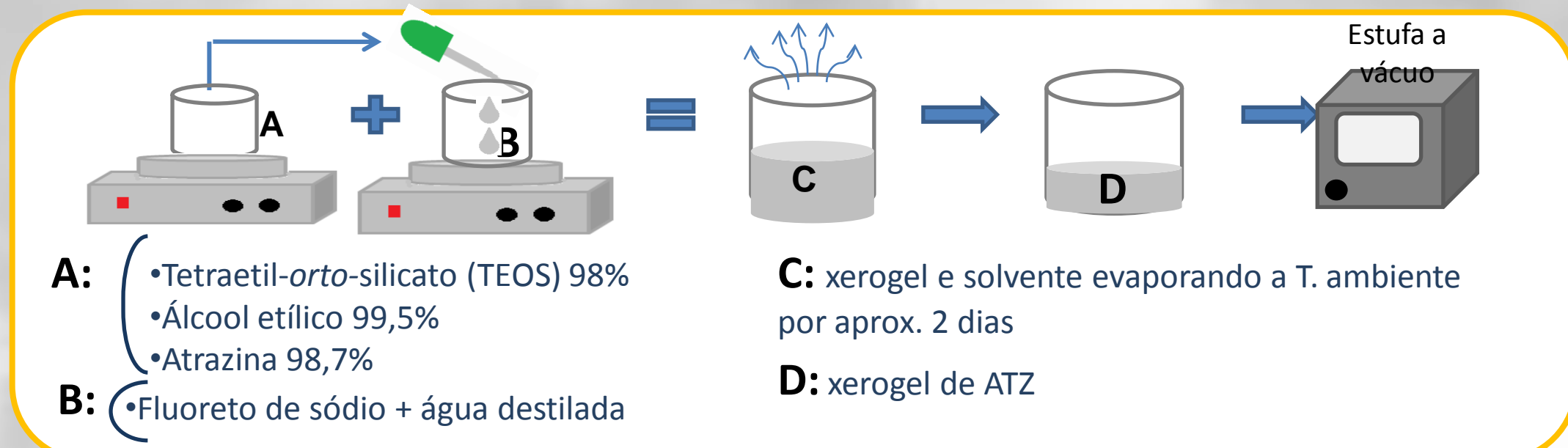


Objetivos

Os objetivos deste trabalho foram: testar condições de síntese de formulações de atrazina (ATZ) pelo método sol-gel; caracterizar os produtos formados e avaliar a cinética de liberação *in vitro* do ativo.

Materiais e Métodos

Síntese das formulações: através do método sol-gel com evaporação do solvente à temperatura ambiente. Foram realizadas sínteses de xerogel de ATZ em duas diferentes razões molares ATZ:TEOS (1:16 e 1:8), cada uma com duas diferentes razões volumétricas etanol:TEOS (5:5 e 10:5) e água:TEOS (2:5 e 4:5). Esquemáticamente:



Caracterização das formulações : análise elementar (CHN) para determinação do teor de ATZ; análise granulométrica por difratometria a laser; análise morfológica por Microscopia Eletrônica de Varredura; teste de liberação *in vitro*.

Teste de liberação *in vitro*:

Do meio externo retiraram-se periodicamente alíquotas (±2mL) para determinação da concentração de ATZ por espectrofotometria UV/Vis (222 nm). Os testes duraram cerca de 30 horas, e foram realizados sob agitação magnética e temperatura ambiente.



Resultados

Tabela 1. Teor e recuperação de ATZ nas formulações sintetizadas, diâmetro médio e distribuição de tamanho de partícula das formulações sólidas

| Formulações | C _{ATZ} (mg g ⁻¹) ± DP | Recuperação de ATZ (%) ^I | d _{4,3} (µm) ^{II} | SPAN ^{III} |
|-------------|---|-------------------------------------|-------------------------------------|---------------------|
| A2E5 - 0 | n.d. | n.d. | 34,363 | 4,63 |
| A2E10 - 0 | n.d. | n.d. | 54,503 | 16,67 |
| A4E5 - 0 | n.d. | n.d. | 38,857 | 4,60 |
| A4E10 - 0 | n.d. | n.d. | 47,059 | 32,33 |
| A2E5 - 16 | 160 ± 14 | 99 | 7,348 | 2,02 |
| A2E10 - 16 | 155 ± 10 | 93 | 5,975 | 2,41 |
| A4E5 - 16 | 145 ± 13 | 95 | 16,737 | 4,21 |
| A4E10 - 16 | 166 ± 7 | 113 | 8,180 | 4,34 |
| A2E5 - 8 | 261 ± 22 | 93 | 20,847 | 8,08 |
| A2E10 - 8 | 273 ± 14 | 98 | 4,577 | 1,64 |
| A4E5 - 8 | 261 ± 11 | 101 | 39,265 | 11,81 |
| A4E10 - 8 | 238 ± 17 | 93 | 7,036 | 2,29 |

I: relação entre a massa final de ATZ no xerogel e a massa adicionada; II: diâmetro volumétrico médio; III: distribuição granulométrica; n.d.: não determinado.

Resultados

Figura 3. ATZ liberada em função do tempo do produto técnico e comercial e das formulações com proporção ATZ:TEOS 1:16.

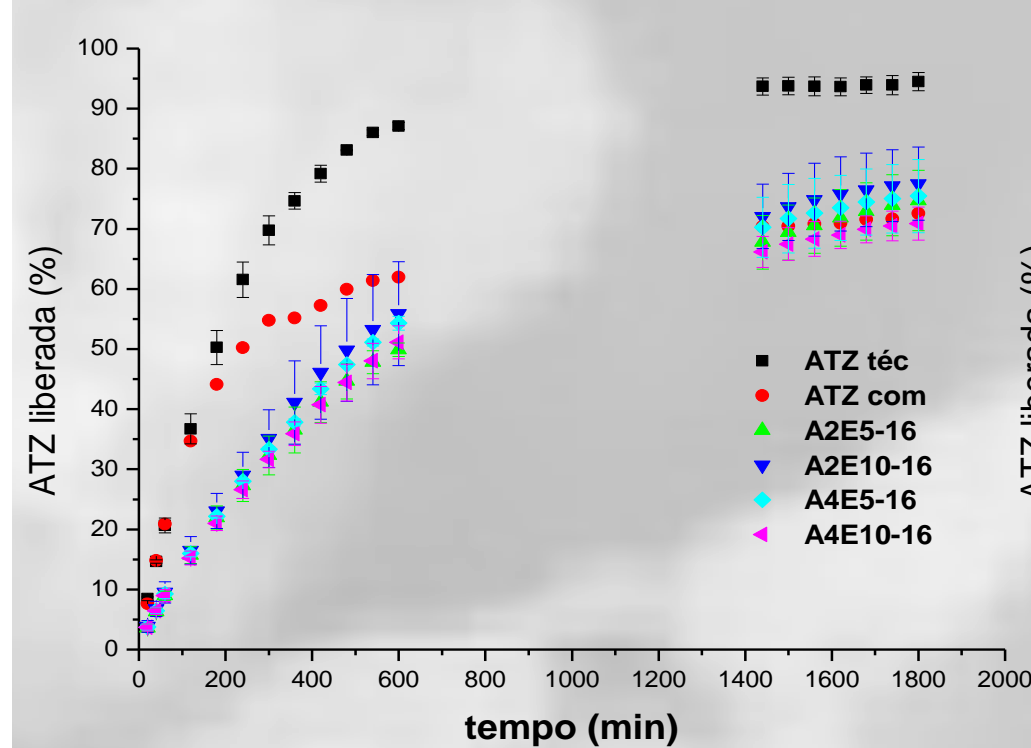


Figura 4. ATZ liberada em função do tempo do produto técnico e comercial e das formulações com proporção ATZ:TEOS 1:8.

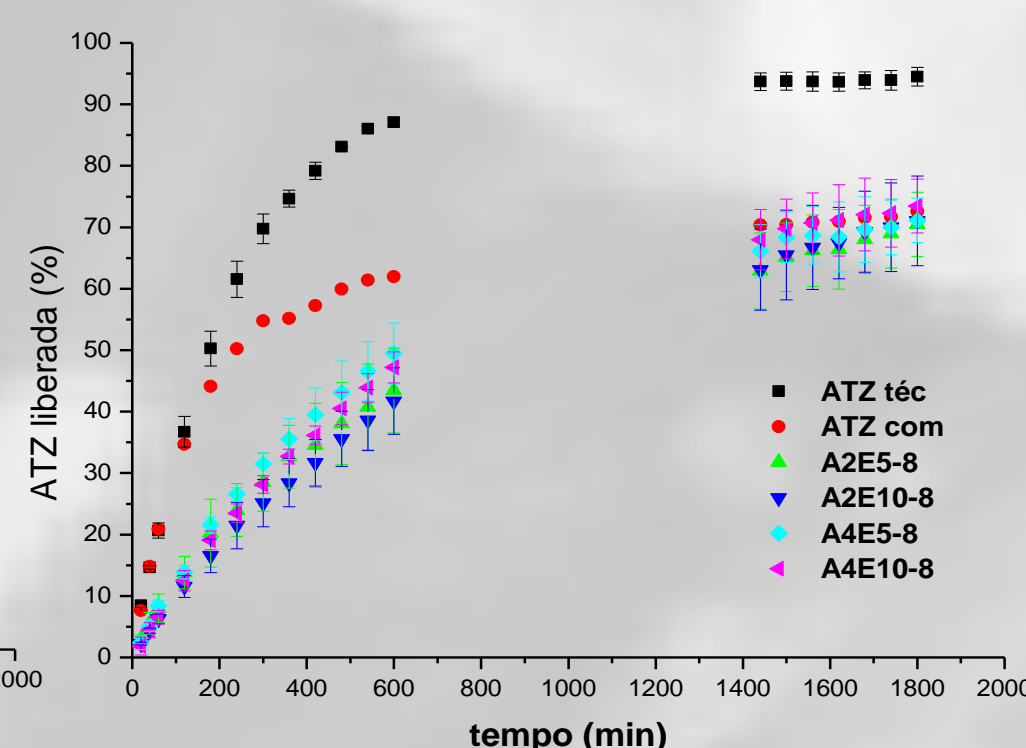
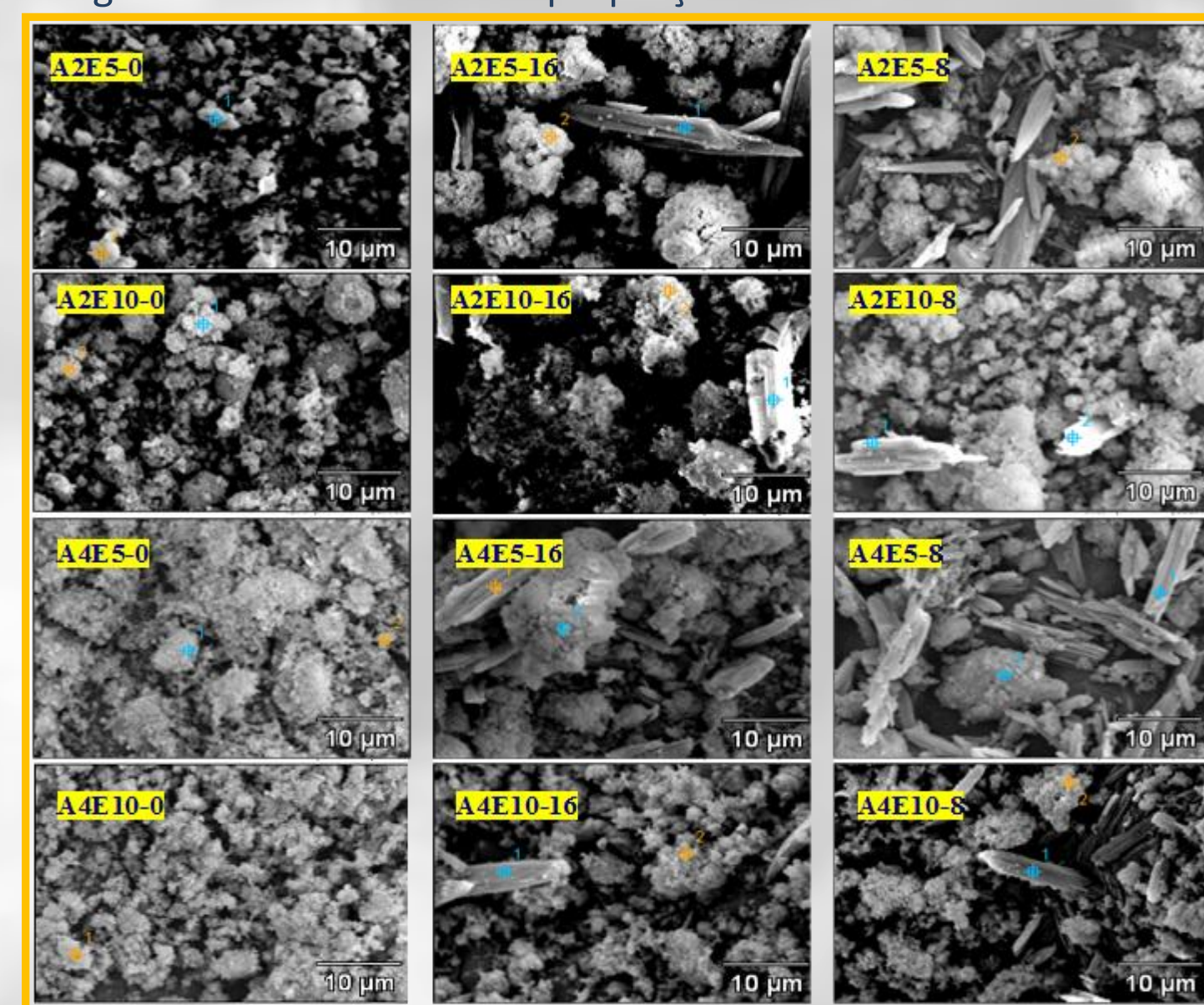


Tabela 2: Constantes cinéticas “k”, expoentes de liberação “n” e coeficientes de correlação (r) para o modelo de Korsmeyer-Peppas.

| Amostra | k (min ⁻¹) | n | r |
|---------------|------------------------|-------|------|
| A2E5-16 | 0,672 | 0,649 | 0,98 |
| A2E10-16 | 0,588 | 0,677 | 0,98 |
| A4E5-16 | 0,611 | 0,672 | 0,98 |
| A4E10-16 | 0,619 | 0,656 | 0,99 |
| A2E5-8 | 0,391 | 0,707 | 0,99 |
| A2E10-8 | 0,325 | 0,738 | 0,99 |
| A4E5-8 | 0,543 | 0,677 | 0,98 |
| A4E10-8 | 0,406 | 0,721 | 0,99 |
| ATZ comercial | 3,854 | 0,416 | 0,93 |
| ATZ técnica | 3,254 | 0,482 | 0,93 |

Figura 5. Micrografias de MEV das formulações em matriz inorgânica sem ATZ e com as proporções ATZ:TEOS 1:16 e 1:8.



Discussão e Conclusões

• Caracterização por CHN e análise granulométrica:

Os teores de C e N nas formulações aumentaram gradualmente com o aumento da quantidade de ATZ adicionada à síntese. A recuperação de ATZ foi sempre superior a 90%, indicando pouca perda de ATZ durante a síntese das formulações.

Para ambas as proporções ATZ:TEOS testadas (1:16 e 1:8), as formulações com menor teor de água e maior teor de etanol (A2E10) apresentaram os menores valores de d_{4,3} e uma baixa distribuição de tamanho (SPAN).

• Microscopia Eletrônica de Varredura:

As formulações apresentaram partículas de formas irregulares e cristais de ATZ livre, os quais são mais abundantes nas formulações com maior teor de ATZ e/ou menor teor de etanol.

• Teste de liberação *in vitro*:

Todas as formulações sintetizadas apresentaram perfis de liberação de ATZ mais sustentados que os produtos técnico e comercial (Figuras 3 e 4), com valores de “n” maiores que 0,5 (Tabela 2), indicando que a liberação de ATZ em meio aquoso é dominada por fenômenos de difusão anômala.