

INTRODUÇÃO

- Preparações e aplicações de acetato de celulose modificada com óxidos metálicos, CA/M_xO_y , têm sido um assunto de grande interesse nos últimos anos, especialmente envolvendo as suas aplicações analíticas. Podem ser citados os processos de troca iônica, adsorção seletiva de contaminantes, preparação de filmes, sensores eletroquímicos e estudos de imobilização de enzimas [1-4].

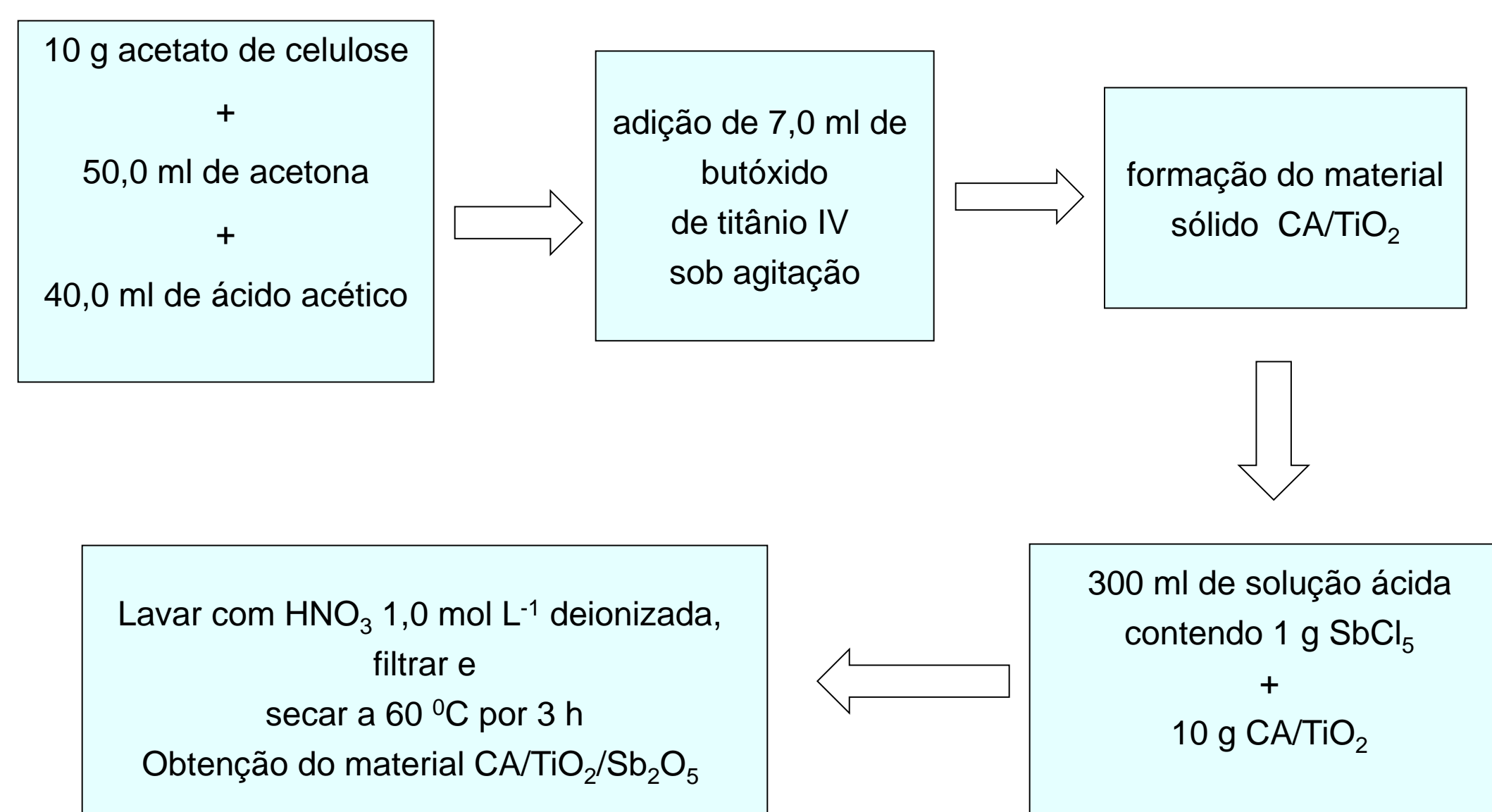
OBJETIVOS

- Modificar acetato de celulose com óxidos mistos TiO_2/Sb_2O_5 e aplicar como matriz para sensores eletroquímicos.

- Estudar a aplicação do material obtido $CA/TiO_2/Sb_2O_5$ na eletrocatalise de ácido ascórbico.

PARTE EXPERIMENTAL

Preparação do Óxido Compósito $CA/TiO_2/Sb_2O_5$



Imobilização da p-benzoquinona sobre a superfície da $CA/TiO_2/Sb_2O_5$

- p-benzoquinona ($1,0 \times 10^{-3} \text{ mol L}^{-1}$) dissolvida em isopropano + 0,5 g de $CA/TiO_2/Sb_2O_5$
- agitação por 1 h
- lavar com etanol e água
- secar a 60 °C por 30 min

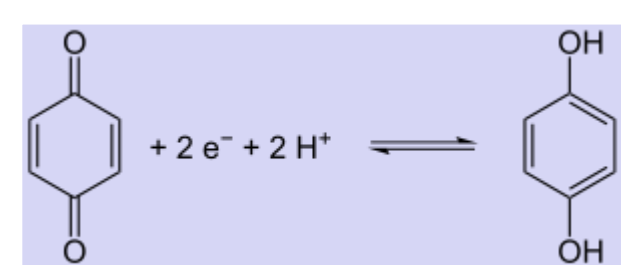


Figura 1 – Representação do processo redox da p-benzoquinona (p-BQ).

RESULTADOS E DISCUSSÕES

Microscopia Eletrônica de Varredura - MEV

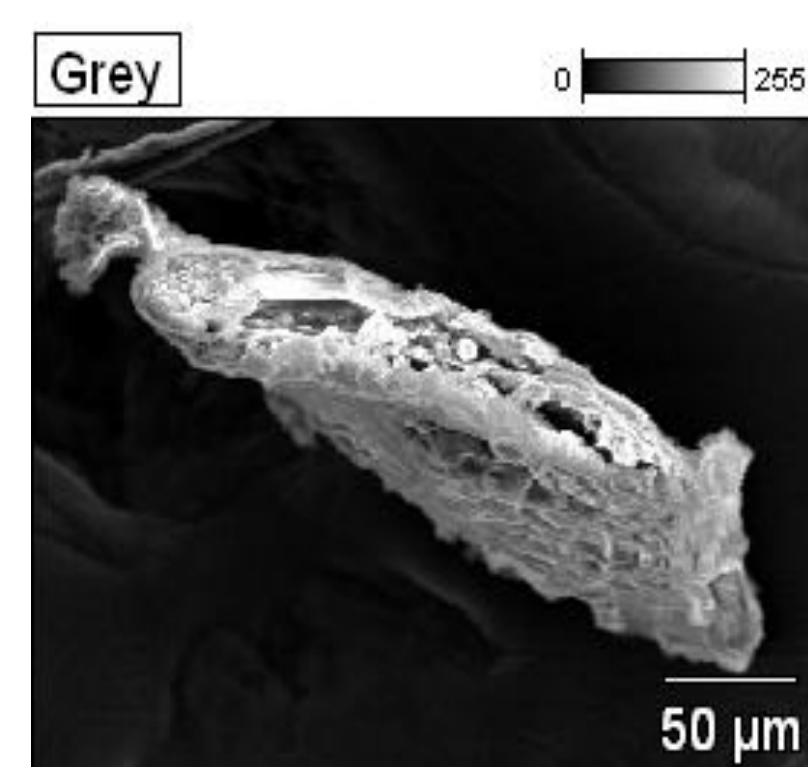


Figura 2 - MEV para fibra de $CA/TiO_2/Sb_2O_5$.

ANÁLISE DE EDS

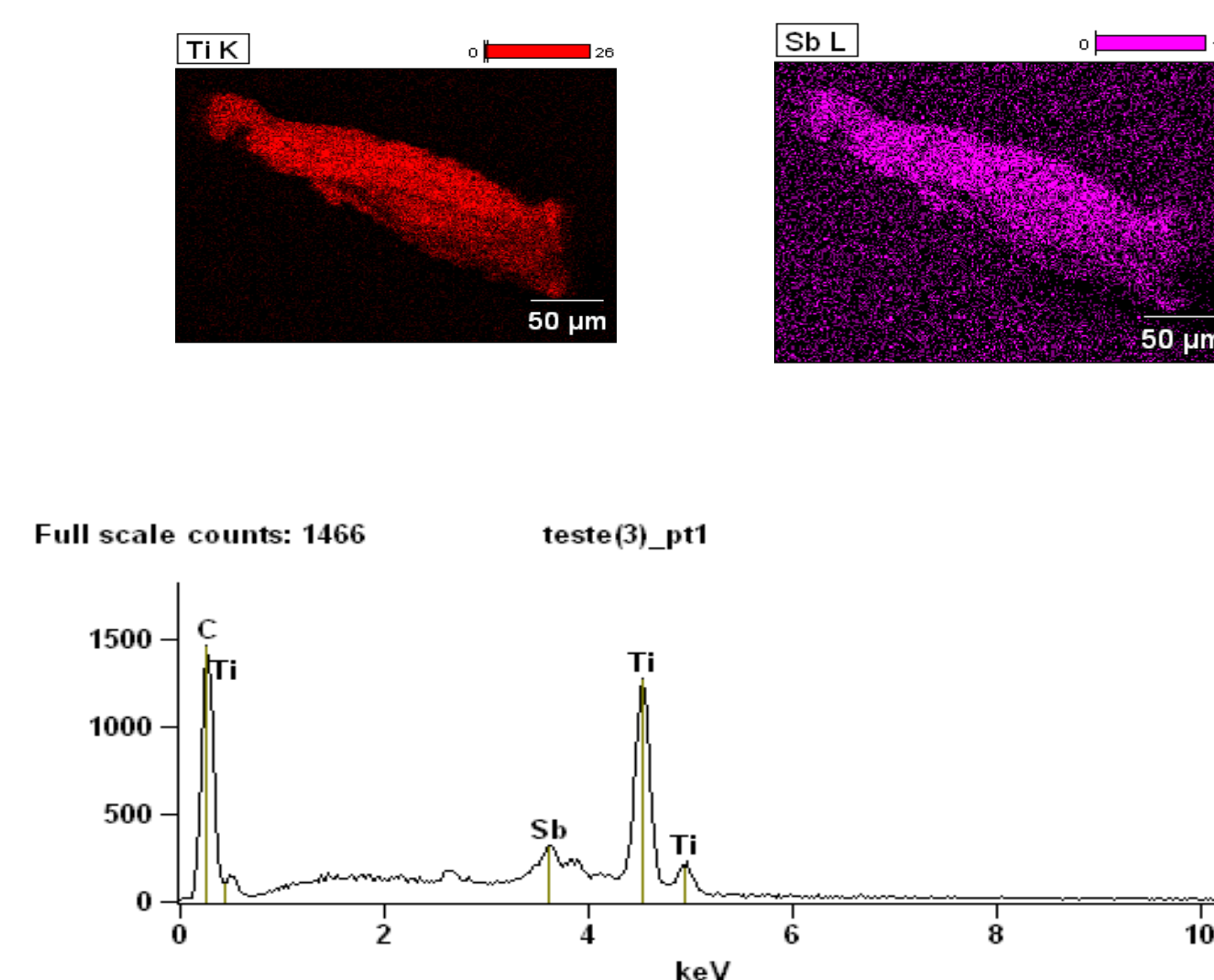


Figura 3: EDS para o compósito $CA/TiO_2/Sb_2O_5$.

Medidas Eletroquímicas

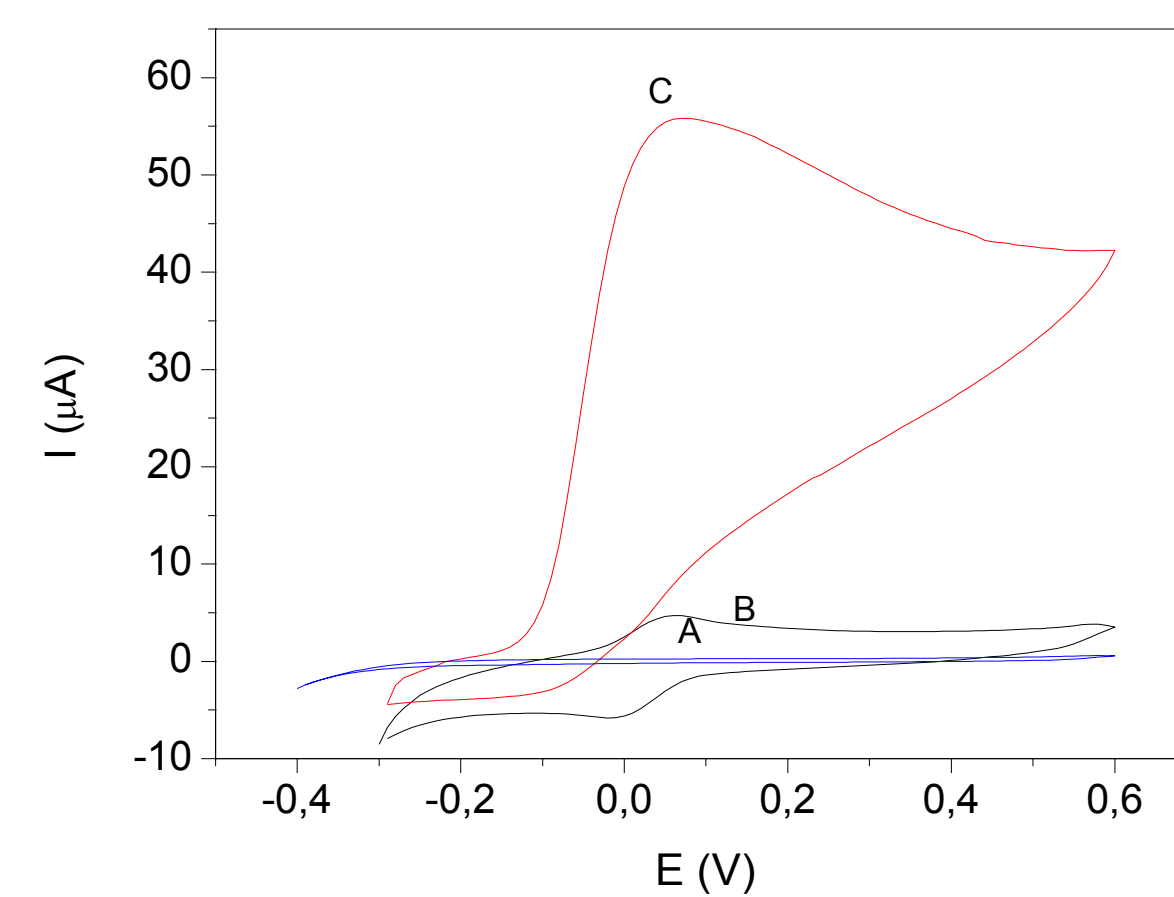


Figura 4: Voltamogramas cíclicos: (A) $CA/TiO_2/Sb_2O_5$ na ausência de H_2AA , (B) $CA/TiO_2/Sb_2O_5BQ$ na ausência de H_2AA e (C) $CA/TiO_2/Sb_2O_5BQ$ na presença de $8 \times 10^{-5} \text{ mol L}^{-1}$ de H_2AA .

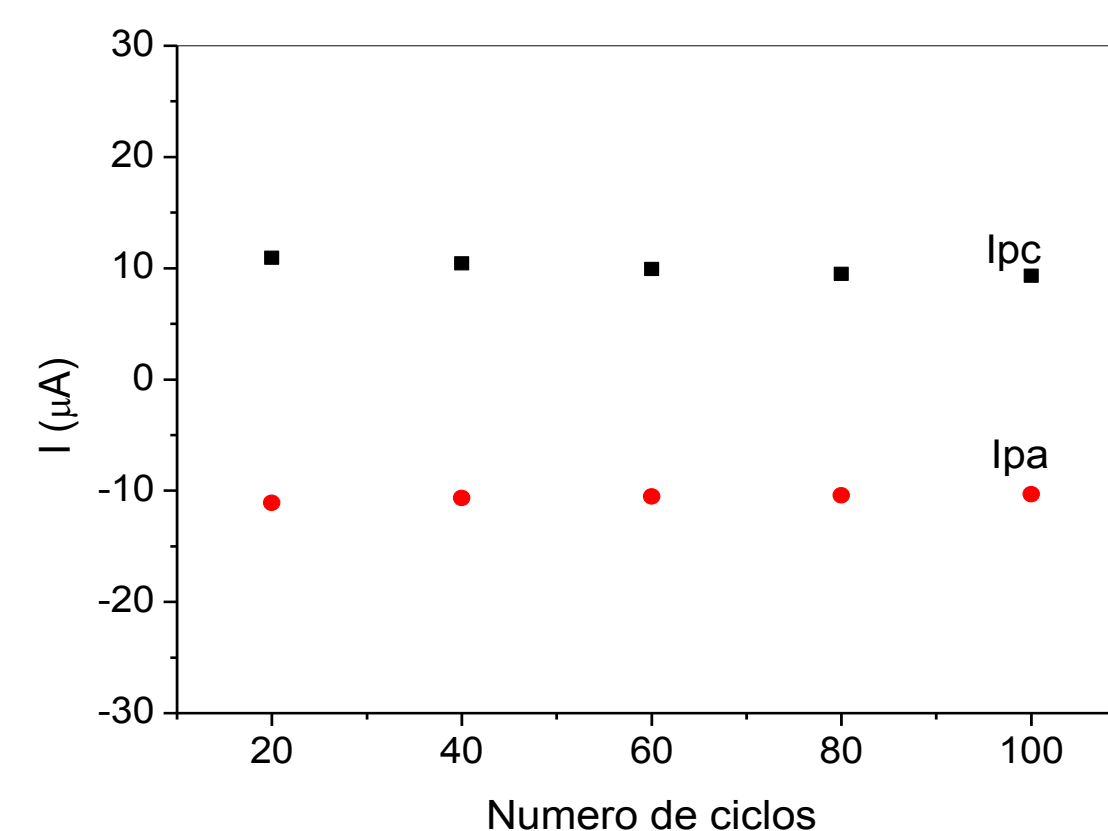


Figura 5: Estabilidade química do eletrodo $CA/TiO_2/Sb_2O_5BQ$ após 100 ciclos redox. Tampão Britton-Robinson e velocidade de varredura 20 mV s^{-1} .

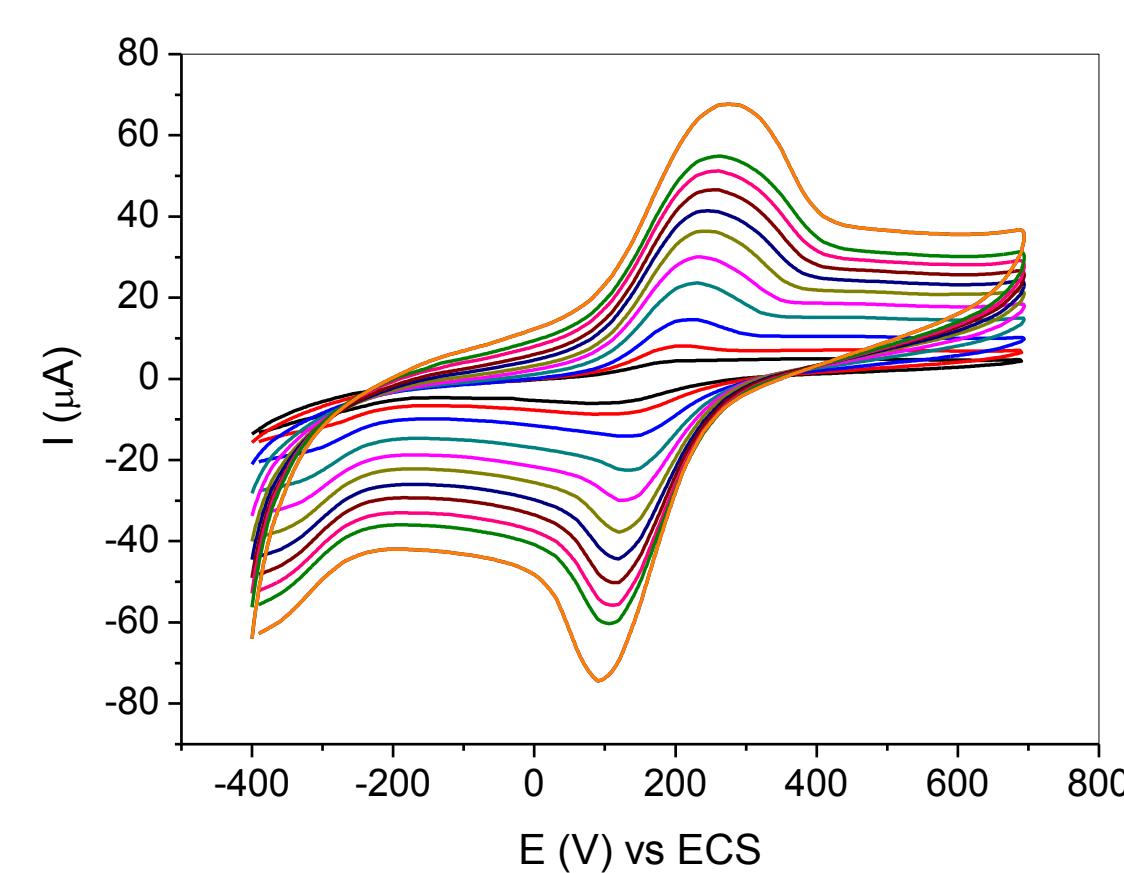


Figura 6: Voltamogramas cíclicos obtidos utilizando-se $CA/TiO_2/Sb_2O_5BQ$ em diferentes velocidades de varredura ($2, 5, 8, 10, 20, 30, 40, 50, 60, 70, 80, 90, 100 \text{ mV s}^{-1}$) em tampão Britton-Robinson pH 7.

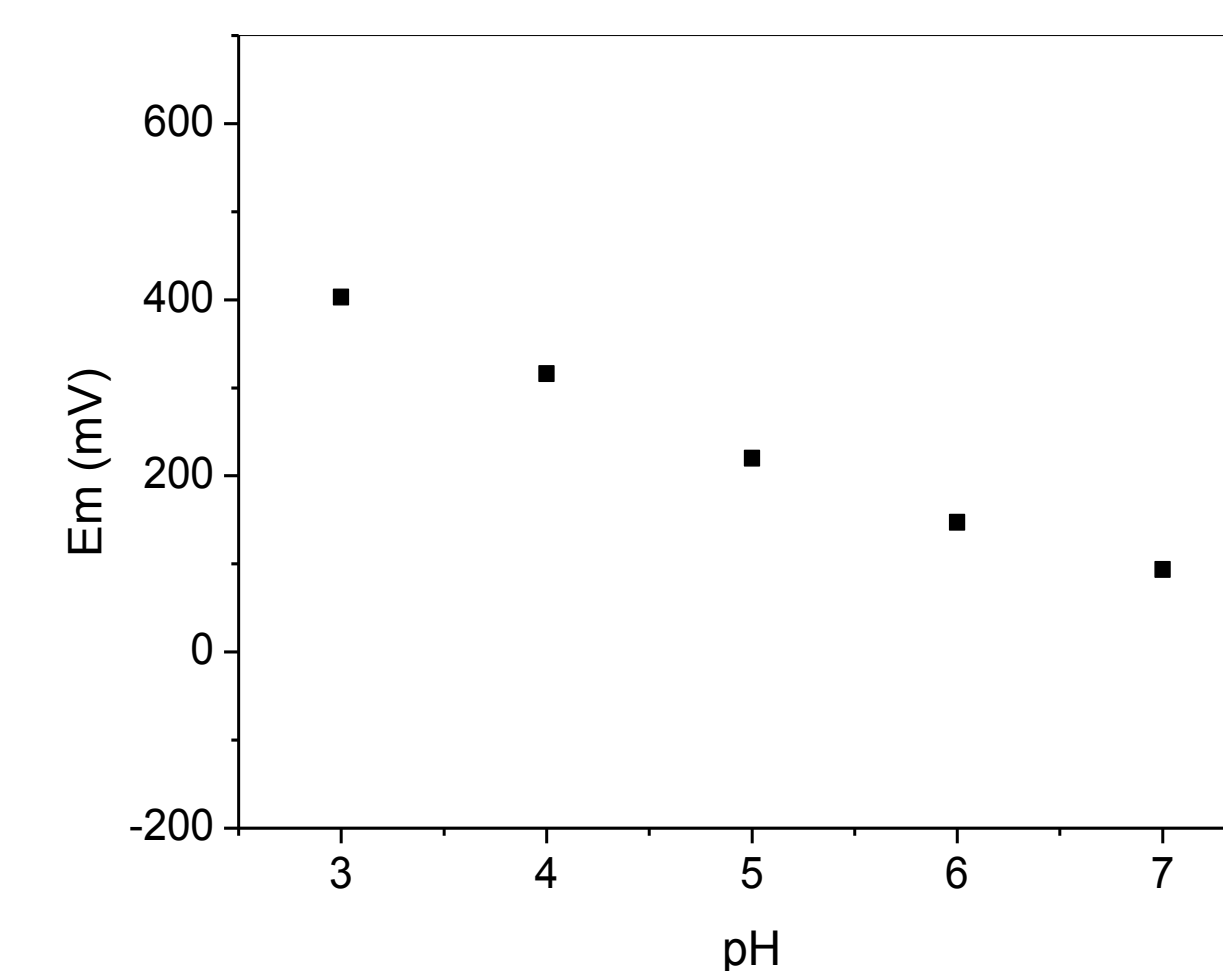


Figura 7: Dependência entre o E_m e o pH para o $CA/TiO_2/Sb_2O_5BQ$ em tampão Britton-Robinson e velocidade de varredura 20 mV s^{-1} .

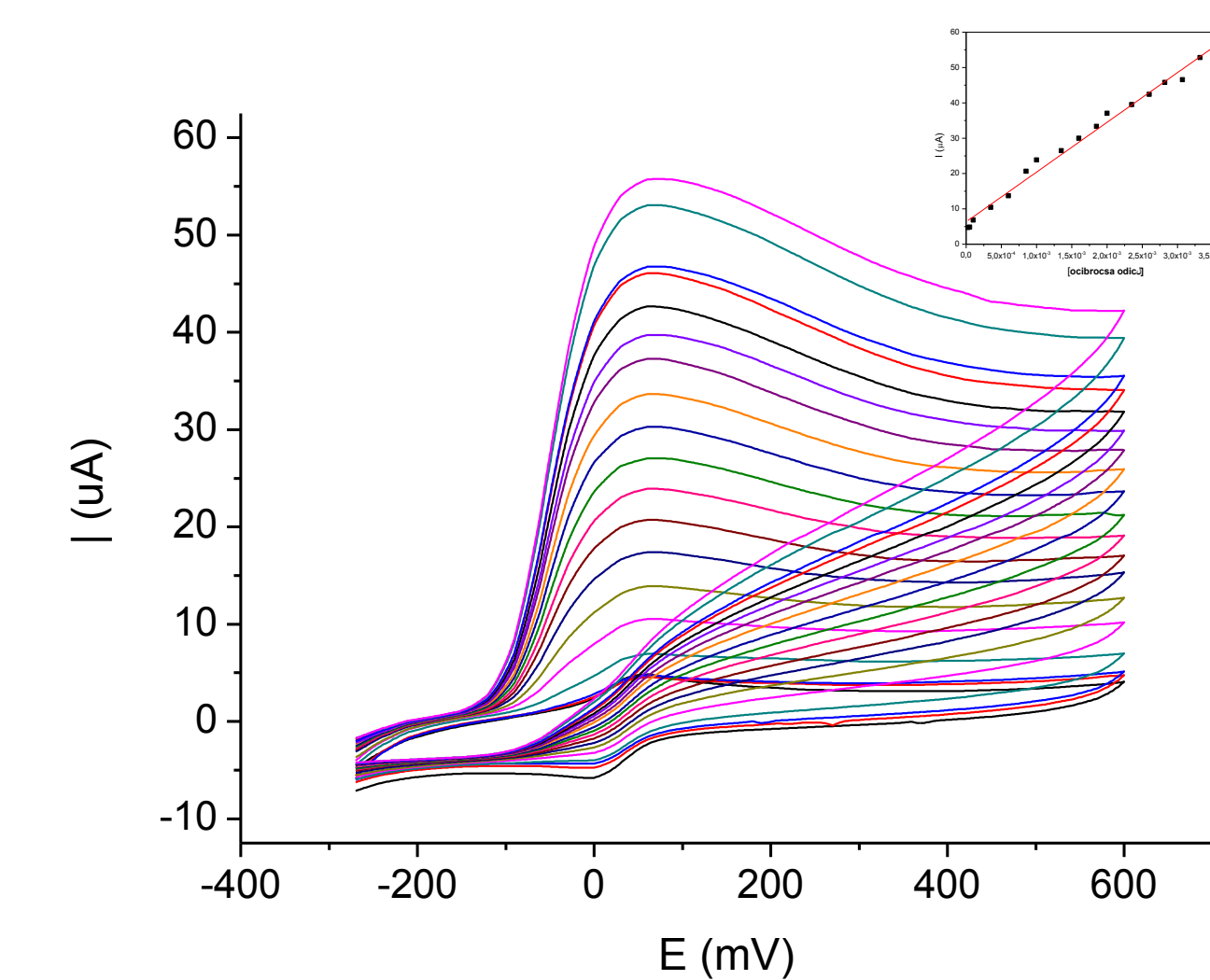


Figura 8: Voltamogramas cíclicos obtidos para o eletrodo $CA/TiO_2/Sb_2O_5BQ$ na ausência de ácido ascórbico (A) e na presença de H_2AA nas concentrações em mol L^{-1} : (B) $2,50 \times 10^{-5}$; (C) $5,00 \times 10^{-5}$; (D) $1,00 \times 10^{-4}$; (E) $3,50 \times 10^{-4}$; (F) 6×10^{-4} ; (G) $8,50 \times 10^{-4}$; (H) $1,00 \times 10^{-3}$; (I) $1,35 \times 10^{-3}$; (J) $1,60 \times 10^{-3}$; (L) $1,85 \times 10^{-3}$; (M) $2,00 \times 10^{-3}$; (N) $2,35 \times 10^{-3}$; (O) $2,6 \times 10^{-3}$; (P) $2,85 \times 10^{-3}$; (Q) $3,07 \times 10^{-3}$; (R) $3,32 \times 10^{-3}$; (S) $3,56 \times 10^{-3}$; (P) $3,82 \times 10^{-3}$. Figura inserida: Relação entre a intensidade de corrente de pico versus a concentração de H_2AA .

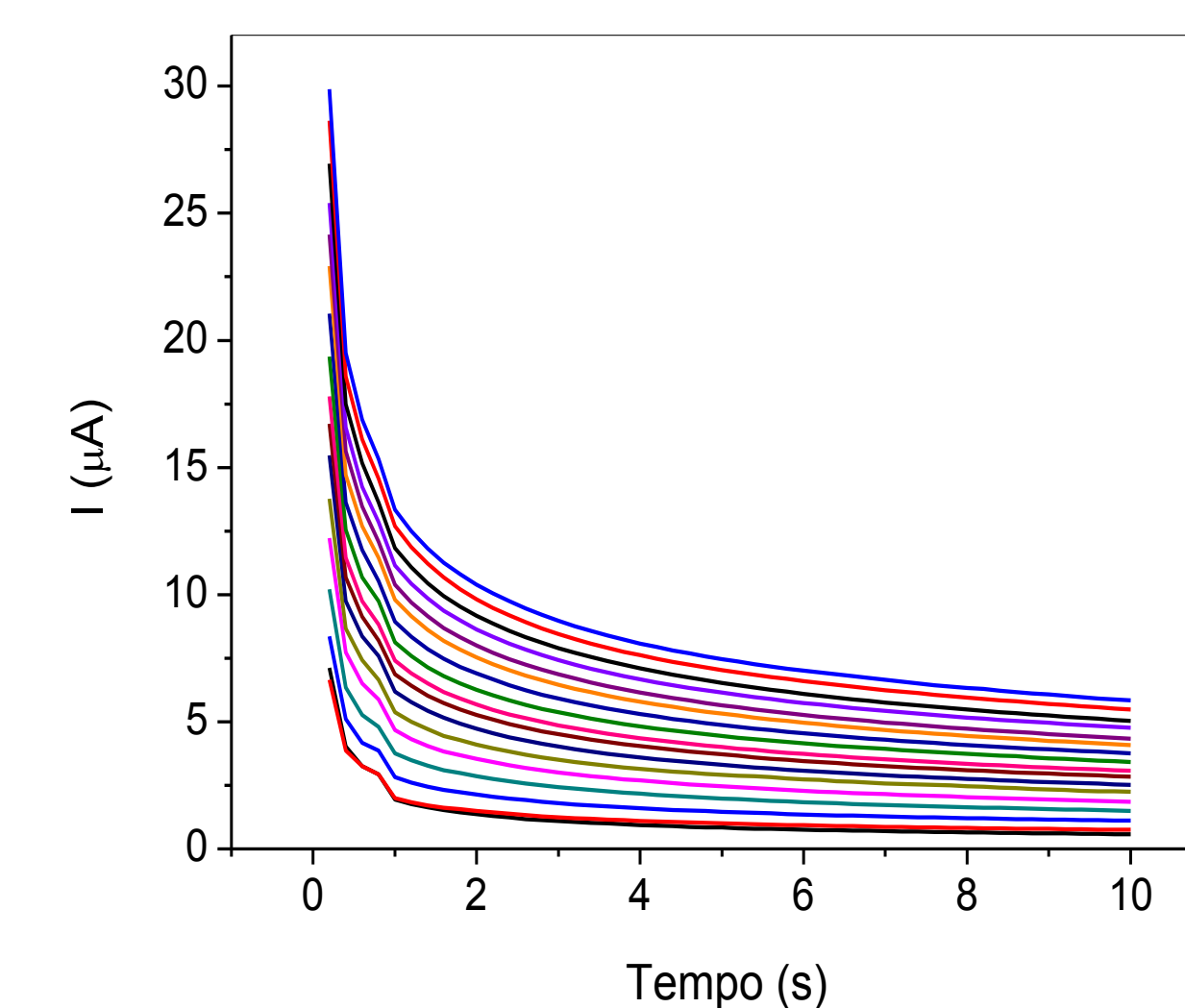


Figura 9: Cronoamperograma para o eletrodo $CA/TiO_2/Sb_2O_5BQ$ em tampão Britton-Robinson pH 7,0 obtido por sucessivas adições de $10 \mu\text{L}$ da solução da amostra real.

CONCLUSÕES

- Os óxidos mistos apresenta-se altamente disperso por toda a superfície da fibra de celulose.

-A p-benzoquinona foi adsorvida sobre a matriz $CA/TiO_2/Sb_2O_5$ de forma eficiente, exibindo uma alta estabilidade.

- O sensor responde linearmente a variação da concentração de ácido ascórbico, tanto para a técnica de voltametria cíclica como para a técnica de cronoamperometria.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] GUSHIKEM Y., TOLEDO E.A.; "Preparation of oxide-coated cellulose fibres Polymer", Polymers Interfaces and Emulsions, K. Esumi, Marcel Dekker Inc, New York, 1999.
- [2] RODRIGUES U. P. F., GUSHIKEM Y., GONÇALVES M. D., CACHICHI R. C., CASTRO S. C. Chem Mater. 8, 1996, 1375.
- [3] HOFFMANN A. A., "Imobilização de Corantes no Material Híbrido Acetato de Celulose – Óxido de Titânio: Algumas Aplicações Eletroanalíticas", Dissertação de Mestrado. UFRGS, Porto Alegre, 2006.
- [4] ZARE H. R., NASIRIZADEH N., MAZLOUM ARDAKANI M., J. Electroanal. Chem. 577, 2005, 25-33.

AGRADECIMENTOS