

Dados do Plano de Trabalho	
Título do Plano de Trabalho:	Desenvolvimento de sensor fototeletroquímico baseado em TiO_2 sensibilizado com ftalocianinas metálicas
Modalidade de bolsa solicitada:	PIBIC
Projeto de Pesquisa vinculado:	SÍNTESE E CARACTERIZAÇÃO DE SEMICONDUTORES PARA APLICAÇÃO COMO SENSORES E BIOSSENSORES FOTOELETROQUÍMICOS

1. OBJETIVOS

O objetivo geral do projeto é desenvolver um sensor fotoeletroquímico baseado em TiO_2 e ftalocianinas metálicas (FcM) para determinação de fármacos em amostras reais. Como objetivos específicos, destacam-se: 1) Preparar os filmes de TiO_2 sensibilizado com ftalocianinas metálicas; 2) Avaliar o efeito do tipo de ftalocianina (Fe, Co e Ni) na resposta fotoeletroquímica do TiO_2 -FcM; 3) Caracterizar os filmes de TiO_2 -FcM por voltametria linear, espectroscopia de impedância eletroquímica, microscopia eletrônica de varredura e espectrofotometria na região do UV-Vis; 4) Otimizar os parâmetros experimentais (eletrólito e pH) e voltamétricos (potencial) para determinação do fármaco cloridrato de prometazina (PMZ); 5) Construir curvas de calibração para obtenção dos parâmetros analíticos (faixa de trabalho, limite de detecção, limite de quantificação e sensibilidade); 6) Aplicar o sensor fotoeletroquímico (TiO_2 -FcM) para determinação do fármaco PMZ em amostras reais.

2. METODOLOGIA

Os experimentos voltamétricos serão realizados em célula eletroquímica convencional em vidro, com janela de quartzo e com tampa em Teflon[®]. O eletrodo de trabalho consistirá nas placas de FTO (1,5 cm²) modificado com TiO_2 , FcM e TiO_2 -FcM. O eletrodo auxiliar será uma placa de platina embutida em tubo de vidro e fixada com resina Araldite[®]. Por último, eletrodo de $\text{Ag}/\text{AgCl}/\text{Cl}^-$ em meio de KCl saturado será utilizado como referência. Nesse contexto, os ensaios eletroquímicos serão feitos empregando potenciostato/galvanostato PGSTAT 204 (Autolab[®]) acoplado com o módulo de impedância FRA32M, controlado por computador aliado ao programa NOVA 2.0. As respostas fotoeletroquímicas (fotocorrente) para fins analíticos serão obtidas por meio de experimentos de voltametria linear e cronoamperometria em condições com e sem iluminação sobre o fotoeletrodo. A fonte de radiação consistirá da utilização de LED azul (Thorlabs[®]) para promover a fotogeração do par elétron/lacuna na superfície do semicondutor. Serão utilizadas as FcM, M = Co, Ni e Fe, e TiO_2 comerciais (Sigma-Aldrich[®]) para a construção dos sensores. O preparo da suspensão de TiO_2 -FcMO consistirá em misturar 10 mg de TiO_2 + 3 mg FcM em 500 μL de dimetilsufóxido. Para auxiliar a formação de suspensão homogênea, a mistura será posta em banho de ultrassom por 30 minutos. Para preparar o sensor fotoeletroquímico, será feita adição de uma alíquota equivalente a 10 $\mu\text{L}/\text{cm}^2$ na superfície do FTO. Em seguida, a evaporação do solvente se dará a 50 °C. Os filmes serão caracterizados por voltametria linear, espectroscopia de impedância eletroquímica, espectrofotometria na região do ultravioleta

e do visível (UV-Vis) e microscopia eletrônica de varredura (MEV). A solução de cloridrato de prometazina (PMZ) será preparada em meio aquoso para as concentrações de $1,0 \times 10^{-3} \text{ mol L}^{-1}$ e $1,0 \times 10^{-4} \text{ mol L}^{-1}$. Serão realizados experimentos para otimização do eletrólito, pH e potencial a ser aplicado para análise do analito de interesse. Após essa otimização, as curvas analíticas serão levantadas e os parâmetros analíticos serão calculados de acordo com o indicado pela IUPAC (do inglês, *International Union of Pure and Applied Chemistry*). Os experimentos de recuperação serão realizados em amostras reais (e.g. águas naturais e/ou produtos farmacêuticos) empregando o método de adição de padrão.

3. CRONOGRAMA DE ATIVIDADES

As atividades a serem realizadas pelo estudante são:

- AT1. Treinamento básico para desenvolvimento de trabalhos na área de eletroquímica;
- AT2. Obtenção e otimização do preparo dos filmes de $\text{TiO}_2\text{-FcM}$ depositados sobre FTO;
- AT3. Caracteriação dos filmes de $\text{TiO}_2\text{-FcM}$ pelas técnicas de voltametria linear, espectroscopia de impedância eletroquímica, MEV e UV-Vis ;
- AT4. Otimização dos parâmetros experimentais e voltamétricos da metodologia fotoeletroanalítica;
- AT5. Construção das curvas analíticas e obtenção das figuras de mérito (faixa de trabalho, limite de detecção, limite de quantificação e sensibilidade);
- AT6. Aplicação do sensor fotoeletroquímico ($\text{TiO}_2\text{-FcM}$) para determinação de cloridrato de prometazina (PMZ);
- AT7. Eleboração de artigo;
- AT8. Revisão bibliográfica;
- AT9. Elaboração do relatório.

Nº	2019					2020						
	08	09	10	11	12	01	02	03	04	05	06	07
AT1	X	X										
AT2		X	X	X	X							
AT3			X	X	X	X	X	X				
AT4					X	X	X					
AT5							X	X	X	X		
AT6									X	X	X	
AT7											X	X
AT8	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X
AT9											X	X