



UNIVERSIDADE FEDERAL DO MARANHÃO - UFMA
CENTRO DE CIÊNCIAS EXATAS E TECNOLÓGICAS – CCET
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM QUÍMICA – PPGQuim

DIANDERSON CRISTIANO MONTEIRO FERREIRA

**Métodos eletroanalíticos para detecção de ivermectina
em meio aquoso**

São Luís – MA

2024

DIANDERSON CRISTIANO MONTEIRO FERREIRA

**Métodos eletroanalíticos para detecção de ivermectina
em meio aquoso**

Dissertação apresentada ao Programa
de Pós-Graduação em Química da
Universidade Federal do Maranhão,
como requisito para obtenção do título
de Mestre em Química.

Orientador: Prof. Dr. Iranaldo Santos
da Silva

São Luís – MA

2024

Ficha gerada por meio do SIGAA/Biblioteca com dados fornecidos pelo(a) autor(a).
Diretoria Integrada de Bibliotecas/UFMA

Ferreira, Dianderson Cristiano Monteiro.

Métodos eletroanalíticos para detecção de ivermectina em meio aquoso / Dianderson Cristiano Monteiro Ferreira. - 2024.

77 p.

Orientador(a): Iranaldo Santos da Silva.

Dissertação (Mestrado) - Programa de Pós-graduação em Química/ccet, Universidade Federal do Maranhão, Google Meet, 2024.

1. Carbon Black. 2. Grafeno Induzido Por Laser. 3. Sensores Eletroquímicos. 4. . 5. . I. da Silva, Iranaldo Santos. II. Título.

Métodos eletroanalíticos para detecção de ivermectina em meio aquoso

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Química da Universidade Federal do Maranhão, como requisito para obtenção do título de Mestre em Química.

Aprovada em: 23/07/2024

BANCA EXAMINADORA

Prof. Dr. Iranaldo Santos da Silva (Orientador – UFMA)
Universidade Federal do Maranhão – UFMA

Profa. Dra. Claudia Quintino da Rocha (UFMA)
Universidade Federal do Maranhão – UFMA

Prof. Dr. William Reis de Araujo (UNICAMP)
Universidade Estadual de Campinas – UNICAMP

AGRADECIMENTOS

Acima de tudo e em primeiro lugar agradeço a Deus, pelas oportunidades que me foram dadas dentro e fora ambiente acadêmico.

Aos meus pais, agradeço por serem minha base desde sempre e ajudar nos momentos ruins.

A minha irmã, que tem sido minha companheira de jornada, sempre presente mesmo nos momentos de estresse, me animando com seu jeito único de ser.

Ao meu orientador, Prof. Dr. Iranaldo Santos da Silva, pela amizade e confiança que foi crescendo nos últimos anos durante o mestrado. Agradeço por todas nossas conversas, pela paciência, conselhos, puxões de orelha e todos os esforços, principalmente computacionais para desenvolvimento desse trabalho, você é uma inspiração para continuar na jornada acadêmica.

Aos meus companheiros de laboratório: Carlos Eduardo, Domingos Rosa, João Pedro, Rebeca Praseres, Lizandra Nascimento e Jéssica Costa, pelo apoio diário e acolhimento no grupo.

As minhas amigas Luzidelma Rocha e Fernanda Hellen, que aguentam todo o meu estresse e momentos ruins, sempre me animando e apoiando.

Ao NuPE por me acolher durante a missão acadêmica de forma excepcional e me ajudarem no aprendizado e desenvolvimento deste trabalho.

Aos professores do Programa de Pós-Graduação em Química da Universidade Federal do Maranhão, que se esforçaram para que seus conhecimentos fossem repassados aos seus alunos.

Por fim, a Capes, Código Financeiro 001, bolsa capes, proc.: 88887.704206/2022-00, capes emergencial covid, proc.: 88887.658022/2021-00, capes procad-amazônia, capes, proc.: 88887.472618/2019-00, o órgão de fomento que tornou possível a realização desta pesquisa, bem como outras, possibilitando o desenvolvimento do país.

RESUMO

Durante a pandemia da COVID-19 no período de março de 2020 a maio de 2023, causada pelo novo coronavírus SARS-CoV-2, diversos medicamentos foram prescritos para o tratamento e prevenção precoce dos sintomas causados por essa doença. A ivermectina (IVM), por ser um fármaco antiparasitário de amplo espectro, foi um destes medicamentos, embora o seu uso não tenha apresentado eficácia comprovada no combate desta doença. Sendo constituída por duas avermectinas, componentes tóxicos para humanos em altas doses, o seu uso desregulado tem sido uma preocupação crescente e com isso a necessidade de meios para a sua determinação tem atraído a atenção da comunidade acadêmica. Dentre eles, os métodos eletroquímicos têm ganhado grande destaque para novos estudos devido suas características como elevada sensibilidade, rapidez e simplicidade de análises. Neste trabalho, desenvolveu-se sensores eletroquímicos a base de grafeno induzido por laser, bem como a utilização de eletrodo de carbono vítreo modificado com *carbon black* Super-P (CBSP/ECV) (1 mg L⁻¹ em dimetilformamida) para determinação de ivermectina. Através da técnica de voltametria de pulso diferencial (DPV), e após otimização dos parâmetros, obteve-se para o eletrodo de grafeno induzido por laser uma faixa linear de trabalho de 10 – 100 (μmol L⁻¹), um limite de detecção (LD) de 1,6 (μmol L⁻¹), limite de quantificação (LQ) de 4,8 (μmol L⁻¹) e uma sensibilidade de 7,08 × 10⁻³ (μA μmol⁻¹ L mm⁻²). O método desenvolvido foi aplicado com sucesso em amostras de água (94% de recuperação), em amostras de urina (113 e 97% de recuperação) e amostras farmacêuticas (aproximadamente 6,0 mg/comprimido presentes no rótulos), as análises foram realizadas em triplicata. Para o eletrodo CBSP/ECV, também foi utilizado técnica de DPV e após sua otimização, obteve-se uma faixa linear de trabalho de 10 – 100 (μmol L⁻¹), com um LD e LQ de 1,3 e 4,2 μmol L⁻¹, respectivamente e uma sensibilidade de 7,45 × 10⁻³ (μA μmol⁻¹ L mm⁻²). O método desenvolvido foi aplicado com sucesso em amostras de água (100 e 105 % de recuperação), em amostra de urina (108 % de recuperação) e amostras farmacêuticas (aproximadamente 6,0 mg/comprimido presentes no rótulos), as análises foram realizadas em triplicata. Tais resultados demonstram a viabilidade do método para análises de rotina envolvendo diferentes amostras.

Palavras-chave: Carbon black, Grafeno induzido por laser, Sensores eletroquímicos.

ABSTRACT

During the COVID-19 pandemic, in the period from March 2020 to May 2023, caused by the novel coronavirus SARS-CoV-2, various medications were prescribed for the treatment and early prevention of symptoms associated with this disease. Ivermectin (IVM), being a broad-spectrum antiparasitic drug, was one of these medications, although its use has not demonstrated proven efficacy in combating this disease. Composed of two avermectins, which are toxic to humans at high doses, the unregulated use of ivermectin has become a growing concern, necessitating means for its determination and drawing the attention of the academic community. Among the methods being explored, electrochemical methods have gained considerable prominence due to their high sensitivity, rapid response, and simplicity in analyses. In this study, electrochemical sensors based on laser-induced graphene were developed, as well as a glassy carbon electrode modified with Super-P carbon black (CBSP/GCE) (1 mg L⁻¹ in dimethylformamide) for the determination of ivermectin. Using differential pulse voltammetry (DPV) technique, and following optimization of the parameters, the laser-induced graphene electrode exhibited a linear working range of 10–100 (μmol L⁻¹), a limit of detection (LOD) of 1.6 (μmol L⁻¹), a limit of quantification (LOQ) of 4.8 (μmol L⁻¹), and a sensitivity of 7.08×10^{-3} (μA μmol⁻¹ L mm⁻²). The developed method was successfully applied to water samples (94% recovery), urine samples (113% and 97% recovery), and pharmaceutical samples (approximately 6.0 mg/tablet as indicated on the labels), with analyses performed in triplicate. For the CBSP/GCE electrode, the DPV technique was also utilized, and after optimization, a linear working range of 10–100 (μmol L⁻¹) was achieved, with LOD and LOQ of 1.3 and 4.2 (μmol L⁻¹), respectively, and a sensitivity of 7.45×10^{-3} (μA μmol⁻¹ L mm⁻²). The method was successfully applied to water samples (100% and 105% recovery), a urine sample (108% recovery), and pharmaceutical samples (approximately 6.0 mg/tablet as indicated on the labels), with analyses performed in triplicate. These results demonstrate the feasibility of the method for routine analyses involving different samples.

Keywords: Carbon black, Laser-induced graphene, Electrochemical sensors.

Lista de Figuras

Figura 1: Estrutura química da ivermectina	20
Figura 2: (A) Variação entre potencial e tempo (VC), (B) Voltamograma de uma reação genérica de oxirredução (VC).	23
Figura 3: Sinais de excitação para voltametria de pulso diferencial e um voltamograma característico de uma DPV.....	24
Figura 4: Decaimento da corrente faradaica e corrente capacitiva com o tempo, em técnicas de pulso.	25
Figura 5: Representação de um sensor eletroquímico e suas unidades fundamentais.....	26
Figura 6: Representação esquemática da morfologia do CB.....	27
Figura 7: Representação da estrutura planar e hexagonal do grafeno	28
Figura 8: Ilustração esquemática do processo de fabricação do LIG por (A) processo fototérmico pela quebra térmica entre as ligações C e O-H e (B) processo fotoquímico pela dissociação induzida por fótons da banda entre C e O-H.....	30
Figura 9: Apresentação esquemática do processo de preparo da modificação, preparação do eletrodo e sistema de análise eletroquímica.	34
Figura 10: Apresentação esquemática do processo de fabricação e preparação do eletrodo e sistema de análise eletroquímica. (A) WorkSpecial WS4040 cortado a laser. (B) Preparação do eletrodo. (C) Sistema tipo μ Autolab III acoplado a um microcomputador e controlado pelo software NOVA 2.1., (RE) Eletrodo de referência, (CE) Contra eletrodo e (WE) Eletrodo de trabalho.	35
Figura 11: Voltamogramas cíclicos registrados em solução de H_2SO_4 $0,1 \text{ mol L}^{-1}$ (30% de etanol, v/v) pH 1,75 na ausência (—) e presença (—) de $50 \mu\text{mol L}^{-1}$ de IVM. Condições instrumentais: velocidade de varredura = 50 mV s^{-1} e Intervalo de potencial = 5 mV	37
Figura 12: Voltamogramas cíclicos registrados utilizando $50 \mu\text{mol L}^{-1}$ de IVM em BR $0,12 \text{ mol L}^{-1}$ (30% de etanol, v/v), (A) pH 12,0, (B) pH 7,0, (C) pH 2,0 e (D) em H_2SO_4 $0,1 \text{ mol L}^{-1}$ (30% de etanol, v/v), para o LIGe. Condições instrumentais: velocidade de varredura = 50 mV s^{-1} e potencial de passo = 5 mV	38

Figura 13: (A) Voltamogramas cíclicos registrados utilizando 50 $\mu\text{mol L}^{-1}$ de IVM em H_2SO_4 0,1 mol L^{-1} (30% de etanol, v/v), (B) Corrente de Pico (I_p) vs. Velocidade de Varredura, (C) Corrente de Pico (I_p) vs. Raiz Quadrada da Velocidade de Varredura e (D) Logaritmo da Corrente de Pico vs. Logaritmo da Velocidade de Varredura, para o LIGe. Condições instrumentais: Velocidade de varredura = 10 a 80 mV s^{-1} e potencial de passo = 5 mV.	40
Figura 14: Variação do potencial de pico vs. logaritmo natural da velocidade de varredura para o LIGe.....	41
Figura 15: Otimização da Amplitude de Modulação (10 a 100 mV) utilizando 50 $\mu\text{mol L}^{-1}$ de IVM em H_2SO_4 0,1 mol L^{-1} (30% de etanol, v/v). Outras condições de DPV: tempo de modulação: 50 ms; Intervalo de potencial: 5 mV; intervalo de tempo: 0,5s.....	42
Figura 16: Otimização do Tempo de Modulação (0,02 a 0,10 s) utilizando 50 $\mu\text{mol L}^{-1}$ de IVM em H_2SO_4 0,1 mol L^{-1} (30% de etanol, v/v). Outras condições de DPV: amplitude de modulação: 70 mV; Intervalo de potencial: 5 mV; intervalo de tempo: 0,5s.	43
Figura 17: Otimização do Intervalo de Potencial (1 a 10 mV) utilizando 50 $\mu\text{mol L}^{-1}$ de IVM em H_2SO_4 0,1 mol L^{-1} (30% de etanol, v/v). Outras condições de DPV: amplitude de modulação: 70 mV; tempo de modulação: 60 ms; intervalo de tempo: 0,5 s.	44
Figura 18: Otimização do Intervalo de Potencial (1 a 10 mV) utilizando 50 $\mu\text{mol L}^{-1}$ de IVM em H_2SO_4 0,1 mol L^{-1} (30% de etanol, v/v). Outras condições de DPV: amplitude de modulação: 70 mV; tempo de modulação: 60 ms; intervalo de potencial: 5 mV.	44
Figura 19: Estudo de reprodutibilidade dos eletrodos LIGe utilizando 40 $\mu\text{mol L}^{-1}$ de IVM em H_2SO_4 0,1 mol L^{-1} (30% de etanol, v/v). Outras condições de DPV: amplitude de modulação: 70 mV; tempo de modulação: 60 ms; intervalo de potencial: 5 mV intervalo de tempo: 0,3 s.	45
Figura 20: Estudo de repetibilidade utilizando diferentes concentrações de IVM (20, 40 e 80 $\mu\text{mol L}^{-1}$) em H_2SO_4 0,1 mol L^{-1} (30% de etanol, v/v). Outras condições de DPV: amplitude de modulação: 70 mV; tempo de modulação: 60 ms; intervalo de potencial: 5 mV; intervalo de tempo: 0,3 s.	46

Figura 21: Voltamogramas da DPV com concentrações de IVM variando de 10 a 100 $\mu\text{mol L}^{-1}$. As condições experimentais para a DPV foram as seguintes: Intervalo de Potencial: 0,5 mV, Amplitude de Modulação: 70 mV, Tempo de modulação: 0,06 s e Tempo de Intervalo: 0,3 s. O eletrólito suporte utilizado foi uma solução H_2SO_4 0,1 mol L^{-1} (30 % de etanol, v/v)..... 47

Figura 22: Aplicação do método de DPV usando o LIGe para determinação de IVM na amostra de água de torneira A (—). Níveis de concentração 20 (—); 40 (—), e 60 (—) $\mu\text{mol L}^{-1}$. As condições experimentais para a DPV foram as seguintes: Intervalo de Potencial: 0,5 mV, Amplitude de Modulação: 70 mV, Tempo de Modulação: 0,06 s e Tempo de Intervalo: 0,3 s. O eletrólito suporte utilizado foi uma solução H_2SO_4 0,1 mol L^{-1} (30% de etanol, v/v). 48

Figura 23: Aplicação do método de DPV usando o LIGe para determinação de IVM na amostra de água de torneira B (—). Níveis de concentração 10 (—); 20 (—), e 30 (—) $\mu\text{mol L}^{-1}$. As condições experimentais para a DPV foram as seguintes: Intervalo de Potencial: 0,5 mV, Amplitude de Modulação: 70 mV, Tempo de Modulação: 0,06 s e Tempo de Intervalo: 0,3 s. O eletrólito suporte utilizado foi uma solução H_2SO_4 0,1 mol L^{-1} (30% de etanol, v/v). 48

Figura 24: Aplicação do método de DPV usando o LIGe para determinação de IVM na amostra de urina sintética enriquecida com 20 $\mu\text{mol L}^{-1}$ (—). Níveis de concentração 20 (—); 40 (—), e 60 (—) $\mu\text{mol L}^{-1}$. As condições experimentais para a DPV foram as seguintes: Intervalo de Potencial: 0,5 mV, Amplitude de Modulação: 70 mV, Tempo de Modulação: 0,06 s e Tempo de Intervalo: 0,3 s. O eletrólito suporte utilizado foi uma solução H_2SO_4 0,1 mol L^{-1} (30% de etanol, v/v)..... 50

Figura 25: Aplicação do método de DPV usando o LIGe para determinação de IVM na amostra de urina sintética enriquecida com 40 $\mu\text{mol L}^{-1}$ (—). Níveis de concentração 20 (—); 40 (—), e 60 (—) $\mu\text{mol L}^{-1}$. As condições experimentais para a DPV foram as seguintes: Intervalo de Potencial: 0,5 mV, Amplitude de Modulação: 70 mV, Tempo de Modulação: 0,06 s e Tempo de Intervalo: 0,3 s. O eletrólito suporte utilizado foi uma solução H_2SO_4 0,1 mol L^{-1} (30% de etanol, v/v)..... 50

- Figura 26:** Aplicação do método de DPV usando o LIGe para determinação de IVM na amostra do Fármaco A (—). Níveis de concentração 20 (—); 40 (—), e 60 (—) $\mu\text{mol L}^{-1}$. As condições experimentais para a DPV foram as seguintes: Intervalo de Potencial: 0,5 mV, Amplitude de Modulação: 70 mV, Tempo de Modulação: 0,06 s e Tempo de Intervalo: 0,3 s. O eletrólito suporte utilizado foi uma solução H_2SO_4 0,1 mol L^{-1} (30% de etanol, v/v)..... 51
- Figura 27:** Aplicação do método de DPV usando o LIGe para determinação de IVM na amostra do Fármaco B (—). Níveis de concentração 20 (—); 40 (—), e 60 (—) $\mu\text{mol L}^{-1}$. As condições experimentais para a DPV foram as seguintes: Intervalo de Potencial: 0,5 mV, Amplitude de Modulação: 70 mV, Tempo de Modulação: 0,06 s e Tempo de Intervalo: 0,3 s. O eletrólito suporte utilizado foi uma solução H_2SO_4 0,1 mol L^{-1} (30% de etanol, v/v)..... 51
- Figura 28:** relação linear da diferença da correntes anódica e catódica versus a velocidade de varredura. 53
- Figura 29:** Voltamogramas cíclicos registrados em solução de H_2SO_4 0,1 mol L^{-1} (30% de etanol, v/v) na ausência (—) e presença (—) de 100 $\mu\text{mol L}^{-1}$ de IVM. Condições instrumentais: velocidade de varredura = 50 mV s^{-1} e potencial de passo = 5 mV 54
- Figura 30:** Voltamogramas cíclicos registrados em solução de H_2SO_4 0,1 mol L^{-1} (30% de etanol, v/v) na ausência (modificado (—) e não modificado (---)) e presença (modificado (—) e não modificado (—)) de 100 $\mu\text{mol L}^{-1}$ de IVM. Condições instrumentais: velocidade de varredura = 50 mV s^{-1} e potencial de passo = 5 mV..... 54
- Figura 31:** Voltamogramas cíclicos registrados utilizando 100 $\mu\text{mol L}^{-1}$ de IVM em PB 0,1 mol L^{-1} (30% de etanol, v/v), (A) pH 12,0, (B) pH 7,0, (C) pH 2,0 e (D) em H_2SO_4 0,1 mol L^{-1} (30% de etanol, v/v), para o CBSP/ECV. Condições instrumentais: velocidade de varredura = 50 mV s^{-1} e potencial de passo = 5 mV 55
- Figura 32:** Efeito do número de varreduras consecutivas ($n = 12$) sobre a resposta eletroquímica da IVM (100 $\mu\text{mol L}^{-1}$) Condições instrumentais: velocidade de varredura = 50 mV s^{-1} e potencial de passo = 5 mV..... 56

Figura 33: (A) Voltamogramas cíclicos registrados utilizando 200 $\mu\text{mol L}^{-1}$ de IVM em H_2SO_4 0,1 mol L^{-1} (30% de etanol, v/v), (B) Corrente de Pico (I_p) vs. Velocidade de Varredura, (C) Corrente de Pico (I_p) vs. Raiz Quadrada da Velocidade de Varredura e (D) Logaritmo da Corrente de Pico vs. Logaritmo da Velocidade de Varredura, para o CBSP/ECV. Condições instrumentais: velocidade de varredura = 10 a 120 mV s^{-1} e potencial de passo = 5 mV.....	57
Figura 34: Variação do potencial de pico vs. logaritmo natural da velocidade de varredura para o CBSP/ECV.....	58
Figura 35: Otimização da Amplitude de Modulação (10 a 100 mV) utilizando 100 $\mu\text{mol L}^{-1}$ de IVM em H_2SO_4 0,1 mol L^{-1} (30% de etanol, v/v). Outras condições de DPV: tempo de modulação: 50 ms; Intervalo de potencial: 5 mV.	59
Figura 36: Otimização do Tempo de Modulação (0,01 a 0,10 s) utilizando 100 $\mu\text{mol L}^{-1}$ de IVM em H_2SO_4 0,1 mol L^{-1} (30% de etanol, v/v). Outras condições de DPV: amplitude de modulação: 100 mV; Intervalo de potencial: 5 mV.	60
Figura 37: Otimização do Intervalo de Potencial (5 a 10 mV) utilizando 100 $\mu\text{mol L}^{-1}$ de IVM em H_2SO_4 0,1 mol L^{-1} (30% de etanol, v/v). Outras condições de DPV: amplitude de modulação: 100 mV; tempo de modulação: 0,02 s.	61
Figura 38: Estudo de reprodutibilidade dos eletrodos CBSP/ECV utilizando 50 $\mu\text{mol L}^{-1}$ de IVM em H_2SO_4 0,1 mol L^{-1} (30% de etanol, v/v). As condições experimentais para a DPV foram as seguintes: Intervalo de Potencial: 8 mV, Amplitude de Modulação: 100 mV, Tempo de Modulação: 0,02 s e Tempo de Intervalo: 0,475 s.	62
Figura 39: Estudo de repetibilidade utilizando diferentes concentrações de IVM (25, 50 e 75 $\mu\text{mol L}^{-1}$) em H_2SO_4 0,1 mol L^{-1} (30% de etanol, v/v). As condições experimentais para a DPV foram as seguintes: Intervalo de Potencial: 8 mV, Amplitude de Modulação: 100 mV, Tempo de Modulação: 0,02 s e Tempo de Intervalo: 0,475 s.	62
Figura 40: Voltamogramas da DPV realizada utilizando diferentes concentrações de IVM (10 a 100 $\mu\text{mol L}^{-1}$). As condições experimentais para a DPV foram as seguintes: Intervalo de Potencial: 8 mV, Amplitude de Modulação: 100 mV, Tempo de Modulação: 0,02 s e Tempo de Intervalo: 0,475 s. O eletrólito suporte utilizado foi uma solução H_2SO_4 0,1 mol L^{-1} (30% de etanol, v/v).	63

Figura 41: Aplicação do método de DPV usando o CBSP/ECV para determinação de IVM na amostra de água de torneira A (—). Níveis de concentração 10 (—); 20 (—), e 30 (—) $\mu\text{mol L}^{-1}$. As condições experimentais para a DPV foram as seguintes: Intervalo de Potencial: 8 mV, Amplitude de Modulação: 100 mV, Tempo de Modulação: 0,02 s e Tempo de Intervalo: 0,475 s. O eletrólito suporte utilizado foi uma solução H_2SO_4 0,1 mol L^{-1} (30% de etanol, v/v). 64

Figura 42: Aplicação do método de DPV usando o CBSP/ECV para determinação de IVM na amostra de água de torneira B (—). Níveis de concentração 20 (—); 40 (—), e 60 (—) $\mu\text{mol L}^{-1}$. As condições experimentais para a DPV foram as seguintes: Intervalo de Potencial: 8 mV, Amplitude de Modulação: 100 mV, Tempo de Modulação: 0,02 s e Tempo de Intervalo: 0,475 s. O eletrólito suporte utilizado foi uma solução H_2SO_4 0,1 mol L^{-1} (30% de etanol, v/v). 65

Figura 43: Aplicação do método de DPV usando o CBSP/ECV para determinação de IVM na amostra de urina sintética (—). Níveis de concentração 20 (—); 40 (—), e 60 (—) $\mu\text{mol L}^{-1}$. As condições experimentais para a DPV foram as seguintes: Intervalo de Potencial: 8 mV, Amplitude de Modulação: 100 mV, Tempo de Modulação: 0,02 s e Tempo de Intervalo: 0,475 s. O eletrólito suporte utilizado foi uma solução H_2SO_4 0,1 mol L^{-1} (30% de etanol, v/v). 65

Figura 44: Aplicação do método de DPV usando o CBSP/ECV para determinação de IVM na amostra do Fármaco A (—). Níveis de concentração 20 (—); 40 (—), e 60 (—) $\mu\text{mol L}^{-1}$. As condições experimentais para a DPV foram as seguintes: Intervalo de Potencial: 8 mV, Amplitude de Modulação: 100 mV, Tempo de Modulação: 0,02 s e Tempo de Intervalo: 0,475 s. O eletrólito suporte utilizado foi uma solução H_2SO_4 0,1 mol L^{-1} (30% de etanol, v/v). 66

Figura 45: Aplicação do método de DPV usando o CBSP/ECV para determinação de IVM na amostra do Fármaco B (—). Níveis de concentração 20 (—); 40 (—), e 60 (—) $\mu\text{mol L}^{-1}$. As condições experimentais para a DPV foram as seguintes: Intervalo de Potencial: 8 mV, Amplitude de Modulação: 100 mV, Tempo de Modulação: 0,02 s e Tempo de Intervalo: 0,475 s. O eletrólito suporte utilizado foi uma solução H_2SO_4 0,1 mol L^{-1} (30% de etanol, v/v). 66

LISTA DE ABREVIATURAS, SIGLAS E SIMBOLOS

Ag AgCl	Eletrodo de prata com cloreto de prata eletrodepositado
BDD	Eletrodo de diamante dopado com boro
BR	Britton–Robinson
CB	Carbon Black
CBSP	Carbon Black Super-P
CBSP/ECV	Eletrodo de carbono vítreo modificado com carbon black super P
CE	Eletrodo auxiliar (do inglês: counter electrode)
DMF	Dimetilformamida
DPV	Voltametria de pulso diferencial (do inglês: differential pulse voltammetry)
ECV	Eletrodo de carbono vítreo
E _f	Potencial de término ou final
E _p	Potencial de pico
E _r	Potencial de reversão
E _i	Potencial inicial
E _{pc}	Potencial de pico catódico
E _{pa}	Potencial de pico anódico
I _{pa}	Corrente de pico anódico
I _{pc}	Corrente de pico catódico
I _p	Corrente de Pico
IVM	Ivermectina
LELQ	Laboratório do Grupo de Eletroquímica
LD	Limite de detecção
LIGe	Eletrodo de Grafeno Induzido por Laser (Laser-Induced Graphene electrode)
LPAA	Laboratório de Pesquisa em Automação Analítica
LQ	Limite de quantificação
μA	Microampère
NuPE	Núcleo de Pesquisa em Eletroanalítica
PB	Tampão fosfato (do inglês: phosphate buffer)

pH	Potencial de Hidrogênio
RE	Eletrodo de referência (do inglês: reference electrode)
SWV	Voltametria de onda quadrada
UV	Ultravioleta
V	Volume
VC	Voltametria Cíclica
ν	Velocidade de varredura
$\nu^{1/2}$	Raiz quadrada da velocidade de varredura
WE	Eletrodo de trabalho (do inglês: working electrode)

Sumário

1. INTRODUÇÃO	18
2. REVISÃO DA LITERATURA	20
2.1. Ivermectina	20
2.2. Métodos Eletroquímicos.....	22
2.2.1. Voltametria cíclica	22
2.2.2. Voltametria de pulso diferencial	23
2.3. Sensores Eletroquímicos.....	25
2.3.1. Eletrodo modificado com Carbon Black Super P.....	26
2.3.2. Eletrodo de grafeno induzido por laser.....	27
3. OBJETIVOS	31
Objetivo Geral	31
4. MATERIAL E MÉTODOS	32
4.1. Reagentes e soluções	32
4.2. Aparelhagem	32
4.3. Preparo do eletrodo modificado	33
4.4. Fabricação do LIGe.....	34
4.5. Análises de amostras.....	35
5. RESULTADOS E DISCUSSÃO	37
5.1. Eletrodo de Grafeno Induzido por Laser (LIGe)	37
5.1.1. Estudo Eletroquímico da IVM.....	37
5.1.1.1. Efeito do pH.....	38
5.1.1.2. Otimização da técnica DPV e performance analítica	41
5.1.1.3. Aplicação em amostras	47
5.2. Eletrodo de carbono vítreo modificado com CBSP	52
5.2.1. Área do eletrodo modificado	52
5.2.2. Estudo Eletroquímico da IVM.....	53

5.2.3.	Otimização da técnica DPV e performance analítica	58
5.2.4.	Aplicação em amostras	63
5.3.	Comparação dos métodos propostos com a literatura	67
6.	CONCLUSÃO	69
	REFERÊNCIAS	70