

## Otimização do preparo de eletrodos de pasta de carbono modificados com hexacianoferrato de ferro para a quantificação de nitrito

Lauro A. Pradela Filho<sup>1</sup> (PG), Wilson T. Fonseca<sup>1</sup> (PG), André L. Santos<sup>1,2</sup> (PQ) e Regina M. Takeuchi<sup>1,2\*</sup> (PQ)

<sup>1</sup>Instituto de Química, Universidade Federal de Uberlândia, Av. João Naves de Ávila, 2121, Santa Mônica. CEP 38400-902 Uberlândia-MG, Brasil.

<sup>2</sup>Faculdade de Ciências Integradas do Pontal, Universidade Federal de Uberlândia, Rua 20, 1600, Tupã. CEP 38304-402 Ituiutaba-MG, Brasil.

\*takeuchi@pontal.ufu.br

Palavras Chave: amperometria, mediador eletroquímico, nitrito

### Introdução

Eletrodos de pasta de carbono (EPC) são amplamente empregados em eletroanálise, devido as suas características vantajosas, tais como: facilidade de preparo e de modificação química, baixo custo, estabilidade de resposta, entre outras. Dentre os modificadores químicos, os hexacianoferratos (HCF) merecem atenção especial, pois apresentam rápida cinética de transferência eletrônica, o que os torna mediadores eletroquímicos muito eficientes.<sup>1,2</sup> Desta forma, o objetivo deste trabalho é otimizar o preparo de EPC modificados com HCF e avaliar as potencialidades destes para a quantificação de nitrito.

### Resultados e Discussão

Os EPC foram preparados na seguinte proporção em massa: 80 % de pó de carbono modificado (CM) e 20 % de aglutinante (Nujol ou parafina). O CM foi preparado pela mistura de 0,5 g de pó de carbono, 5 mL de 0,01 mol L<sup>-1</sup> de K<sub>4</sub>Fe(CN)<sub>6</sub> ou K<sub>3</sub>Fe(CN)<sub>6</sub> e 5 mL de 0,01 mol L<sup>-1</sup> de Fe<sup>2+</sup> preparado a partir de uma solução padrão de absorção atômica (Fluka). Todas as soluções foram preparadas em HNO<sub>3</sub> 0,25 mol L<sup>-1</sup>. A mistura foi mantida sob agitação por 10 min. Posteriormente, foi filtrada a vácuo e mantida em estufa a 100 °C durante 1 hora.

O EPC de melhor resposta foi preparado pela mistura de parafina e CM com HCF preparado pela mistura de K<sub>4</sub>Fe(CN)<sub>6</sub> e Fe<sup>2+</sup>, o qual apresentou composição uniforme, repetitividade entre as medidas, um par de picos correspondente ao par redox Fe(CN)<sub>6</sub><sup>4-</sup>/Fe(CN)<sub>6</sub><sup>3-</sup> em aproximadamente 0,18 V, estável (queda de 26% da carga inicial após 100 ciclos contínuos), processos de oxidação e redução característicos de espécies imobilizadas no eletrodo e sistema reversível ( $\Delta E_p$  menor que 59 mV para baixas velocidades de varredura).

O EPC de melhor desempenho foi submetido a estudos amperométricos, sendo os resultados apresentados na Figura 1.

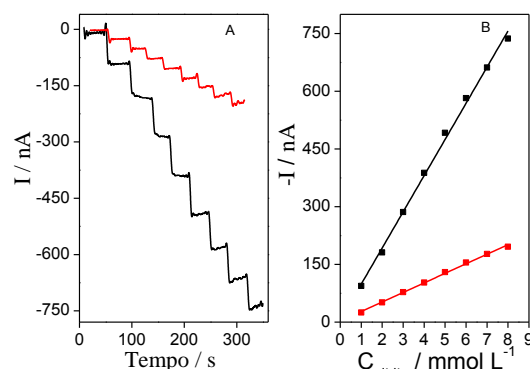


Figura 1. **A)** Amperogramas registrados com diferentes EPC em Tampão BR pH = 1 com sucessivas adições de 1 mmol L<sup>-1</sup> de nitrito. E detecção = +0,2 V. (—) EPC não modificado; (—) EPC modificado. **B)** Curva analítica.

A Figura 1 mostra claramente que o EPC modificado apresenta maior sensibilidade para determinação de nitrito em relação ao EPC não modificado. Este resultado permite concluir que a espécie eletroativa imobilizada atua como um mediador eletroquímico eficiente para a redução do nitrito, o que permite a detecção deste analito em potenciais menos negativos e com elevada sensibilidade.

### Conclusões

O EPC constituído pela mistura de parafina e CM preparado com K<sub>4</sub>Fe(CN)<sub>6</sub> e Fe<sup>2+</sup> apresentou potencialidades para determinação de nitrito, uma vez observado que a parafina é o melhor aglutinante e que o HCF imobilizado atua como excelente mediador eletroquímico para a redução do analito em questão.

### Agradecimentos

FAPEMIG Proc.: APQ-02497-12 e APQ-01557-13, Capes, FACIP – UFU e IQ – UFU.

<sup>1</sup>Marafon, E.; Lucho, A. M. S.; Francisco, M. S. P.; Landers, R.; Gushikem, Y. J. *Braz. Chem. Soc.* **2006**, *17*, 1605.

<sup>2</sup>Haghighi, B.; Khosravi, M.; Barati, A.; *Mater. Sci. Eng. C* **2014**, *40*, 204.