

Folhas de grafite como eletrodo de trabalho em sistema de análise por injeção em fluxo com detecção amperométrica: análise de fármacos

André G. de Oliveira (IC)*, Rodrigo A. A. Munoz (PQ) e Lúcio Angnes (PQ)

Instituto de Química, Universidade de São Paulo, Av. Prof. Lineu Prestes, 748, CEP: 05508-900, São Paulo-SP

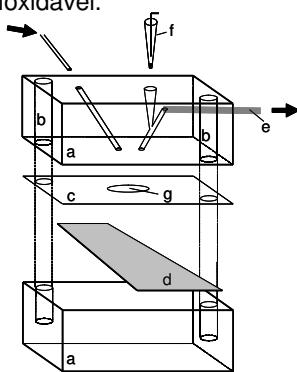
Palavras Chave: folha de grafite, amperometria, paracetamol.

Introdução

Folhas ou lâminas de grafite flexíveis são amplamente empregadas nas áreas automotiva, petroquímica e nuclear, como isolante térmico, eletrodos bipolares em células combustível, vedantes para válvulas, eixos e flanges que operam em elevadas temperaturas, além de formar camadas protetoras para frascos contendo fluidos quentes e corrosivos.¹ Uma potencial aplicação destas folhas de grafite ainda pouco explorada é sua utilização como sensores eletroquímicos. Para demonstrar a viabilidade de seu uso, foram feitas determinações de paracetamol empregando análise por injeção em fluxo (FIA).

Resultados e Discussão

Para realização de voltamogramas cíclicos e amperogramas foi utilizado o potenciómetro PGSTAT 20 da ECHOCHEMIE. A detecção amperométrica em fluxo foi feita conforme um sistema de linha única empregando a gravidade para propulsão da solução carreadora, através de uma célula eletroquímica construída no mesmo laboratório, a qual é mostrada na Figura 1. O eletrólito suporte utilizado foi uma solução de KCl 0,1 mol L⁻¹. O potencial de trabalho fixado foi de +0,70 V vs. Ag/AgCl(KCl_{sat}), a vazão em 2 mL min⁻¹ e alça de amostragem de 200 µL. Utilizou-se como eletrodo de trabalho um pedaço 2,5 x 2,5 cm de folha de grafite (0,3 mm de espessura; 1,1 g/cm³). Como eletrodo de referência foi usado um eletrodo miniaturizado de Ag/AgCl(sat.) e como eletrodo auxiliar, um tubo de aço inoxidável.



- a - Bases de acrílico;
- b - Parafusos;
- c - Espessador;
- d - Folha de grafite;
- e - Tubo de aço inoxidável (Auxiliar);
- f - Ag/AgCl (KCl_{sat}) (Referência);
- g - Área do eletrodo.

Figura 1. Célula para análise por injeção em fluxo; as setas indicam entrada e saída da solução carreadora.

A voltametria cíclica foi empregada para investigação inicial da oxidação eletroquímica do 4-acetoaminofenol (paracetamol). Verificou-se uma onda anódica referente à oxidação do analito, e a partir dela, estudos para implementação do sistema FIA com detecção amperométrica (potencial constante) foram realizados. A Figura 2 apresenta um amperograma (fiagrama) típico para 18 injeções de solução padrão de paracetamol no sistema FIA otimizado.

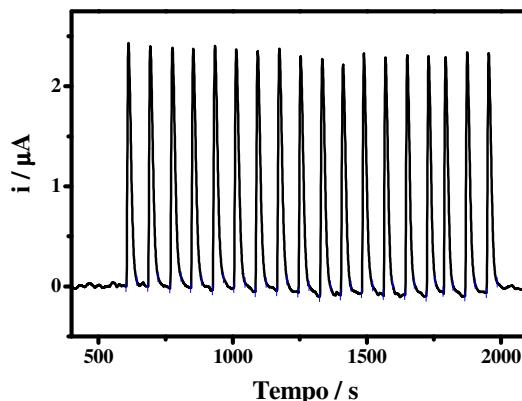


Figura 2. Fiagrama correspondente a 18 injeções consecutivas de 1 x 10⁻⁴ mol L⁻¹ de paracetamol.

Observa-se na Figura 2 o grau de repetibilidade para injeções consecutivas do analito (desvio relativo de 0,6%). O limite de detecção (sinal do analito equivalente a 3 vezes o sinal do ruído) foi de 4 x 10⁻⁶ mol L⁻¹. Posteriormente, deve ser estudada a faixa analítica linear do método para aplicação em análises do fármaco em formulações farmacêuticas.

Conclusões

As folhas de grafite mostraram-se eficientes como eletrodo de trabalho para a detecção amperométrica do paracetamol. A etapa seguinte é a aplicação do sistema FIA para a determinação do analito em formulações farmacêuticas. Outros analitos de interesse serão estudados futuramente.

Agradecimentos

CNPq, FAPESP e IM²C.

¹ <http://www.hpmgsgraphite.com/graphitefoil.html>