

Análise por injeção em bateada (BIA) com arranjo de microeletrodos obtidos de “chips” descartáveis

Bruno D. Pacheco (IC)¹, Lúcio Angnes (PQ)², Jairo J. Pedrotti (PQ)*¹ (jpedrotti@mackenzie.br)

- 1- Depto. de Química – Universidade Presbiteriana Mackenzie, Rua da Consolação, 896, 01302-907 – São Paulo, SP
- 2- Departamento de Química Fundamental, Instituto de Química-USP, Rua Prof. Lineu Prestes, 748, – Cidade Universitária, São Paulo, SP.

Palavras Chave: BIA, peróxido de hidrogênio, rede de microeletrodos de ouro, detecção amperométrica.

Introdução

Sistemas de análise por injeção em batelada, BIA (batch injection analysis) oferecem boa reprodutibilidade, sensibilidade, baixo consumo de amostra e elevada frequência analítica. Diversos sistemas BIA têm empregado detectores amperométricos e voltamétricos para aplicações nas áreas de análises clínicas, ambiental e farmacológica¹. Entre os sensores amperométricos predominam o uso de macroeletrodos sólidos, embora o uso de eletrodos automáticos de mercúrio apresente características atrativas². Neste trabalho descreve-se o desenvolvimento de uma célula eletroquímica para uso com BIA com o objetivo de explorar as potencialidades oferecidas por redes de microeletrodos obtidos de circuitos eletrônicos descartáveis para determinação de H₂O₂ em amostras ambientais.

Resultados e Discussão

Microeletrodos de ouro foram obtidos de “chips” eletrônicos descartáveis que empregam tecnologia SMD (Surface Mounted Devices). Estes circuitos miniaturizados oferecem uma alternativa simples e rápida para confecção de microeletrodos para adaptação em células para BIA. O procedimento de obtenção dos microeletrodos de Au segue procedimento descrito anteriormente³. O corpo da célula eletroquímica do tipo “wall-jet” consiste de um frasco de poliestireno cilíndrico com volume de cerca de 300 mL. Na extremidade superior do vaso fixou-se um cabeçote de acrílico que contém um orifício central cônico para introdução da ponteira da micropipeta e dois orifícios laterais em posições diametralmente opostas onde são fixados os eletrodos de referência de Ag/AgCl e o fio de aço inoxidável, que serve como eletrodo auxiliar. Na parte inferior do corpo da célula, um orifício central 8 mm de diâmetro permite a introdução e a fixação, sob pressão, com auxílio de um anel de silicone, do tubo de acrílico contendo o conjunto de 16 microeletrodos, assegurando a configuração hidrodinâmica do tipo “wall-jet”. Um orifício lateral posicionado 2 cm abaixo da borda superior do frasco de polipropileno foi usado para fixação de um tubo de polietileno de 5 mm de d.i. que permite a saída do excesso de eletrólito e

mantém o volume de solução constante na célula eletroquímica. O desempenho do conjunto célula-eletrodos mantido ao potencial de +0,6 V vs Ag/AgCl foi inicialmente avaliado com injeção de 50 µL de solução de K₄Fe(CN)₆ na faixa de concentração de 50 a 400 µmol L⁻¹, sob vazão de 23 µL s⁻¹, em meio de Na₂SO₄ 0,010 mol L⁻¹. Os resultados mostram boa reprodutibilidade, porém o sinal de corrente anódica não retorna imediatamente a linha base, como ocorre quando se usa macroeletrodos. A injeção de alíquota da amostra seguida de eletrólito minimiza este problema. Melhor sensibilidade e frequência analítica foram alcançadas com injeção do analito sob vazão de 47 µL s⁻¹. A repetibilidade dos resultados, avaliada com injeções sucessivas de 100 µL de K₄Fe(CN)₆ 100 µmol L⁻¹ apresentou coeficiente de variação inferior a 2% (n=25) e a frequência analítica alcança 120 det./hora. A modificação dos microeletrodos de ouro com Pt, permitiu a detecção amperométrica de H₂O₂ (+0,6 V vs AgCl) no intervalo de concentração de 5 a 80 µmol L⁻¹ em tampão fosfato 10 mmol L⁻¹. A sensibilidade do método é de 1,2 nA.L/µmol e o limite de detecção estimado em 1,0 µmol L⁻¹ de H₂O₂.

Conclusões

A célula eletroquímica é simples e de fácil construção. O uso de “chips” com tecnologia SMD permite a confecção rápida de redes de microeletrodos de ouro e a sua adaptação em células para uso com BIA. A sensibilidade de H₂O₂ sobre microeletrodos de Pt permite seu uso na determinação de diversas amostras de interesse ambiental.

Agradecimentos

FAPESP e MACKPESQUISA.

¹ Quintino, M. S. M., Angnes, L., *Electroanalysis* 16 (2004) 513.

² De Donato, A., Pedrotti, J. J., Gutz, I. G. R., *Electroanalysis*, 11 (1999) 1124.

³ Augelli, M.A., Nascimento, V.B., Pedrotti, J.J., Gutz, I.G.R., Angnes, L., *Analyst*, 122 (1997) 843.