

Uso do Método do Padrão Interno em FIA com detecção amperométrica

Denise Tofanello Gimenes¹ (PG)*, Wallans Torres Pio dos Santos² (PQ), Rodrigo Alejandro Abarza Munoz¹ (PQ), Eduardo Mathias Richter¹ (PQ). *denisetoff@yahoo.com.br

¹ Instituto de Química, Universidade Federal de Uberlândia, Av. João Naves de Ávila 2121, Uberlândia-MG

² Universidade Federal dos Vales do Jequitinhonha e Mucuri, Rod. BR 367, Km 583, nº 5000 - Diamantina-MG

Palavras Chave: Padrão Interno, FIA, detecção amperométrica pulsada

Introdução

O método do padrão interno é amplamente utilizado em técnicas de separação.¹ Porém, em sistemas FIA com detecção amperométrica, este método ainda não foi explorado. A reprodutibilidade dos resultados em FIA com detecção amperométrica pode ser afetada por variações na vazão, no volume de injeção, na força iônica ou ainda por contaminação/passivação da superfície do eletrodo sólido. Tendo em vista este contexto, o presente trabalho apresenta uma metodologia para o uso do $K_3Fe(CN)_6$ como Padrão Interno (PI) na análise de Ácido Úrico (AU) em sistema FIA com detecção Amperométrica de Múltiplos Pulsos (AMP).

Resultados e Discussão

Estudos anteriores² demonstraram a possibilidade de quantificação de duas espécies simultaneamente utilizando um sistema FIA com detecção AMP usando um único eletrodo de trabalho. A Figura 1 apresenta os amperogramas obtidos para análise simultânea de AU e $Fe(CN)_6^{3-}$ utilizando uma sequência cíclica de pulsos de potenciais em função do tempo.

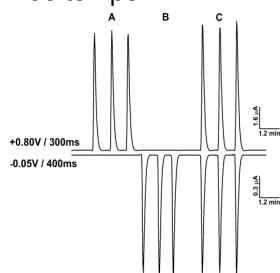


Figura 1: Amperogramas obtidos para injeção de: (A) 400 $\mu\text{mol L}^{-1}$ de AU; (B) 38 $\mu\text{mol L}^{-1}$ de $Fe(CN)_6^{3-}$; (C) mistura de ambos os analitos. Eletrólito: H_2SO_4 (0,2 mol L^{-1}).

Observa-se na Figura 1 que em +0,80V apenas o AU é detectado (oxidação), enquanto que em -0,05V somente o $Fe(CN)_6^{3-}$ (redução). Esta estratégia foi usada como exemplo para verificar a potencialidade do método do padrão interno em FIA com detecção amperométrica. Na Figura 2 é apresentado um estudo de repetibilidade para injeções sucessivas de 400 $\mu\text{mol L}^{-1}$ de AU. Considerando somente a corrente de oxidação do AU (i_{AU}), uma variação de 16,5% é observada entre a 1ª e a 13ª injeção, o que provavelmente está relacionado com a gradativa contaminação ou passivação da superfície do eletrodo de trabalho (carbono vítreo). Utilizando a razão entre as correntes adquiridas para AU e

$Fe(CN)_6^{3-}$ (i_{AU}/i_{PI}), variação máxima de 2,5% foi detectada (entre o pico de maior e menor intensidade).

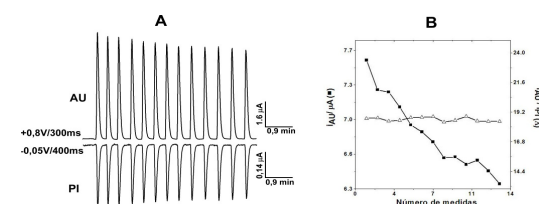


Figura 2: (A) Amperogramas para 400 $\mu\text{mol L}^{-1}$ de AU (+0,8V/300ms) e 38 $\mu\text{mol L}^{-1}$ de $Fe(CN)_6^{3-}$ (-0,05V/400ms). (B) Correntes de pico obtidas para oxidação de AU antes (■) e após (△) divisão pela corrente de pico do PI.

Tabela 1: Influência de parâmetros estudados em FIA com detecção AMP sobre a corrente de oxidação de AU antes (i_{AU}) e após (i_{AU}/i_{PI}) correção usando $Fe(CN)_6^{3-}$ como PI.

Parâmetros	Varição	Δi_{AU} (%)	$\Delta i_{AU}/i_{PI}$ (%)
Vazão (mL min^{-1})	3,0 - 1,0	118,0	0,1
Vol. injetado (μL)	300 - 100	125,0	3,1
F. iônica (mol L^{-1})	0,20 - 0,37	44,0	0,2
Inserção de bolha	Antes- após	13,5	0,8
Coefficiente de linearidade	Antes- após	0,975	0,998

Conclusões

Os resultados apresentados demonstram que o método do padrão interno pode ser usado com sucesso em sistemas FIA com detecção amperométrica. O método proposto melhora a precisão do método através da minimização da influência de variações na vazão, volume injetado, força iônica, inserção acidental de bolhas de ar e contaminação ou passivação gradativa da superfície do eletrodo de trabalho.

Agradecimentos

FAPEMIG, CNPq e CAPES.

¹ D. A. Skoog, F. J. Holler, T. A. Nieman, Principles of Instrumental Analysis, Fifth Edition, Orlando, 1998.

² W. T. P. Santos, H. E. A. Ferreira, E. G. N. de Almeida, D. T. Gimenes, E. M. Richter, Electroanalysis, 2008, 20, 1878.