

## Determinação voltamétrica de doxiciclina empregando eletrodo de platina modificado com filme hexacianoferrato (II) de ferro (III).

Izabel Cristina Eleotério<sup>1</sup> (PG), Marco Antonio Balbino<sup>1</sup> (PG), Laura Siqueira de Oliveira<sup>1</sup> (PG), Maria Fernanda Muzetti Ribeiro<sup>1</sup> (PG), Érica Naomi Oiyé<sup>1</sup> (PG), Marcelo Firmino de Oliveira<sup>1</sup> (PQ)

\*izabeleleoterio@yahoo.com.br

<sup>1</sup>Departamento de Química, Faculdade de Filosofia Ciências e Letras de Ribeirão Preto – Universidade de São Paulo Av. Bandeirantes, 3900- CEP 14040-901- Bairro Monte Alegre – Ribeirão Preto -SP

Doxiciclina, eletrodo quimicamente modificado, voltametria cíclica, filme de azul da Prússia.

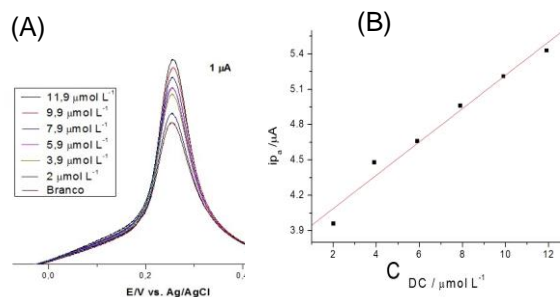
### Introdução

Doxiciclina (DC) é um fármaco indicado para tratar diversas infecções bacterianas. Vários métodos foram propostos para a determinação de DC incluindo as técnicas cromatográficas acopladas a diferentes detectores, espectrofotométricas e voltamétricas.<sup>1</sup> O objetivo do trabalho é a análise voltamétrica de DC, empregando eletrodo de platina modificado com filme de hexacianoferrato (II) de ferro (III) (azul da Prússia) associado a modalidade voltametria cíclica. Foi utilizado eletrodo de platina (3 mm de diâmetro), eletrodo auxiliar (fio de platina em forma de espiral) e eletrodo de referência (Ag/AgCl), célula eletroquímica de 5 mL, as medidas voltamétricas foram registradas em potenciostato/galvanostato modelo  $\mu$ AUTOLAB III (Eco chemie). O filme foi depositado utilizando uma solução contendo  $0,01 \text{ mol L}^{-1}$  de  $\text{FeCl}_3$  e  $0,01 \text{ mol L}^{-1}$  de  $\text{K}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ , por voltametria cíclica registrando 20 ciclos sucessivos na faixa de potencial  $-0,2$  a  $0,7 \text{ V}$  (vs. Ag/AgCl) e velocidade de varredura  $100 \text{ mV s}^{-1}$ .<sup>2</sup> A estabilidade do filme eletrodepositado foi estudada em solução KCl  $0,1 \text{ mol L}^{-1}$ , sendo aplicados 20 ciclos sucessivos, de  $0,2$  a  $0,7 \text{ V}$  (vs. Ag / AgCl) e  $100 \text{ mV s}^{-1}$ . Preparou-se uma solução em metanol de DC ( $5,0 \times 10^{-3} \text{ mol L}^{-1}$ ), solução KCl  $0,1 \text{ mol L}^{-1}$  (pH 7,00) como eletrólito suporte. Na análise de DC em diferentes concentrações na célula eletroquímica foi obtida pelo método de adição padrão através de voltametria cíclica utilizando os parâmetros (tempo de pré-concentração de 200 s,  $v = 100 \text{ mV s}^{-1}$ , potencial  $0,2 - 0,7 \text{ V}$ ), os volumes adicionados foram entre  $10 \mu\text{L}$  e  $60 \mu\text{L}$ .

### Resultados e Discussão

Foram registrados sucessivos ciclos com o potencial aplicado  $0,2$  a  $0,7 \text{ V}$ . A espécie eletrodepositada é o  $\text{Fe}^{\text{III}}[\text{Fe}^{\text{II}}(\text{CN})_6]_3$ , a equação referente à deposição eletroquímica e do processo de oxidação/redução na superfície do eletrodo podem ser apresentadas como  $[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{3-} + e^- \leftrightarrow [\text{Fe}(\text{CN})_6]^{4-}$  apresenta  $E^\circ = +0,36 \text{ V}$ . Desta forma, na presença de  $[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{4-}$  (reduzido eletroquimicamente) e íons  $\text{Fe}^{3+}$ , há a formação do filme de azul da Prússia na superfície do eletrodo aplicado  $0,2$  a  $0,7 \text{ V}$ . O eletrodo

quimicamente modificado com azul da Prússia foi aplicado para a determinação voltamétrica de DC. A Figura 1 apresenta a influência da concentração de DC na resposta voltamétrica do filme de azul da Prússia. Foi observado o aumento da corrente de pico anódica na medida que a concentração de DC foi elevada, provavelmente devido a oxidação do grupo fenólico (grupo C10 da molécula).<sup>3</sup> O coeficiente de correlação linear ( $r$ ) obtido foi de  $0,987$  com desvio padrão (DP) de  $0,095 \mu\text{A}$ . Sua correspondente equação foi:  $i_{pa} = 3,80 + 1,4 \times 10^5 \mu\text{A/mol L}^{-1}$ , sendo o limite de detecção (calculado de acordo com a relação  $3 \text{ DP/m}$ , onde  $m$  é a sensibilidade amperométrica da curva) em  $2 \mu\text{mol L}^{-1}$  e o limite de quantificação (baseado na relação  $10 \text{ DP/m}$ ) em  $6,8 \mu\text{mol L}^{-1}$ .



**Figura 1.** (A) Influência da concentração de DC na resposta voltamétrica do eletrodo modificado com filme de azul da Prússia em meio de eletrólito suporte KCl  $0,1 \text{ mol L}^{-1}$  (B) curva analítica da corrente de pico ( $\mu\text{A}$ ) vs. concentração ( $\mu\text{mol L}^{-1}$ ) do padrão DC.

### Conclusões

Os resultados mostraram que o eletrodo quimicamente modificado com azul da Prússia pode ser utilizado para detecção e quantificação de DC utilizando técnicas voltamétricas.

### Agradecimentos

Os autores agradecem a FAPESP.

<sup>1</sup> Xueping, D.; Chengguo, H.; Yingliang, W.; Wanhua, C.; Shengshui, H. *Electroanalysis*. **2004**, *23*, 1949.

<sup>2</sup> Eleotério, I. C.; Balbino, M. A.; De Oliveira, M. F. *ECS Transactions*. **2012**, *43*, 345.

<sup>3</sup> Hou, H.; Bai, X.; Xing, C.; Gu, N.; Zhang, B.; Tang, J. *Anal. Chem.* **2013**, *85*, 2010.