

Desenvolvimento de uma célula eletroquímica para análise em fluxo utilizando eletrodo de diamante dopado com boro.

Adriana C. S. Silva¹ (IC)*, Hudson G. Zanin² (PQ), Jussara V. Roque¹ (PG), Nathália de A. Porto¹ (IC), Willian T. Suarez¹ (PQ), Efraim L. Reis¹ (PQ), Reinaldo F. Teófilo¹ (PQ). *adriana.sabino@ufv.br

¹Departamento de Química. Av. P.H. Rolfs s/n. Universidade Federal de Viçosa, Viçosa, MG, Brasil. CEP: 36570-900.

²Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais, São Jose dos Campos, SP, Brasil. CEP 12227-010.

Palavras Chave: Cafeína, Diamante dopado com boro, FIA, Cronoamperometria.

Introdução

O diamante dopado com boro (BDD) é um material muito atrativo para investigações eletroquímicas visto que possui inúmeras vantagens se comparado a outros materiais.¹ Apesar de suas vantagens, desenvolver células para sua utilização não é uma tarefa trivial, uma vez que geralmente os filmes são depositados sobre placas quebradiças de silício. Visto que o desenvolvimento de células para análise por injeção em fluxo (FIA) para filmes de BDD são escassos, este trabalho propõe um novo desenho de célula capaz de receber filmes de BDD depositados sobre placas. Utilizou-se um sistema de linha única com adaptação de três eletrodos em uma única célula. Foi utilizado o BDD como eletrodo de trabalho, um fio de platina como contra-eletrodo e o sistema Ag/AgCl como referência. O filme de BDD foi crescendo sobre uma placa de silício de 10x10 mm com alta dopagem (>20.000 ppm B/C). Uma área de aproximadamente 13,20 mm² foi exposta para a análise. Na Figura 1 apresenta-se um esquema da célula desenvolvida.

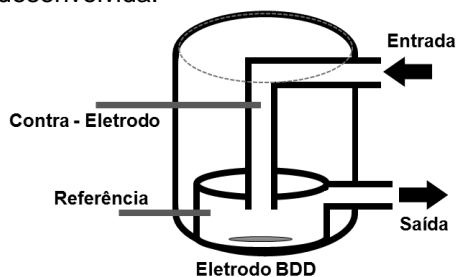


Figura 1. Esquema da célula eletroanalítica para placas com filmes de BDD.

O diferencial desta célula é que o fluxo atinge o filme de BDD frontalmente, diferente de outros desenhos.

A célula foi testada usando soluções padrão de cafeína variando a concentração entre 10 $\mu\text{mol L}^{-1}$ a 5000 $\mu\text{mol L}^{-1}$ para obtenção de uma curva analítica. O ácido perclórico $1,0 \times 10^{-4} \text{ mol L}^{-1}$ foi usado como eletrólito. Para injetar as soluções de cafeína foi utilizado um injetor comutador e para a propulsão dos fluidos foi empregada uma bomba peristáltica. Para medir o sinal foi utilizado um potenciostato Autolab PGSTAT 101. O software NOVA foi empregado para coletar dos dados durante as medidas cronoamperométricas.

O potencial aplicado para oxidação da cafeína foi de 1,6 V.

Resultados e Discussão

A Figura 2 mostra o diagrama obtido com detecção amperométrica. As soluções padrão foram

injetadas aleatoriamente. Os sinais registrados correspondem às seguintes concentrações, nesta ordem: 500; 100; 10; 5000 e 1000 $\mu\text{mol L}^{-1}$.

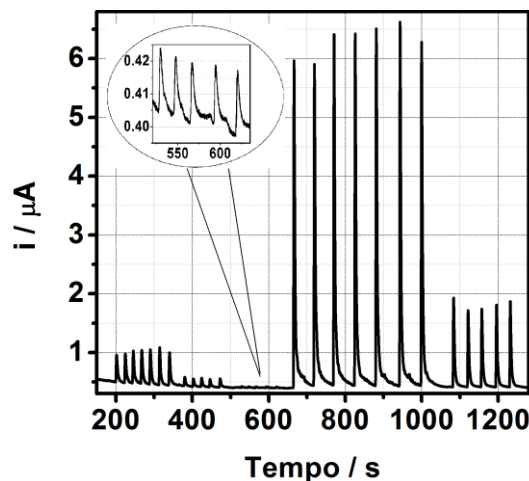


Figura 2. Diagrama das soluções padrão de concentração entre 10 e 5000 $\mu\text{mol L}^{-1}$. Em destaque as injeções de 10 $\mu\text{mol L}^{-1}$.

A precisão do método foi avaliada pelo desvio padrão relativo (RSD) e esse valor variou na faixa de 0,64% para a menor concentração e 5,3% para a maior.

A partir da Figura 2, observa-se uma correlação entre a intensidade dos sinais e a concentração de cafeína. Deste modo, construiu-se uma curva analítica cujo modelo obtido foi: $i (\mu\text{A}) = 0,0012 [\text{Caf}] + 5,0 \times 10^{-7}$. O coeficiente de determinação obtido foi igual a 0,995. Os resultados preliminares indicaram que a célula desenvolvida é promissora para uso com placas revestidas com BDD.

Conclusões

A célula para FIA desenvolvida mostrou ser apta para receber placas revestidas de BDD e apresentou funcionamento adequado para análise de compostos eletroativos, inclusive aqueles que envenenam rapidamente eletrodos sólidos convencionais, como mostrado com a análise de cafeína.

Agradecimentos

INPE, FAPEMIG, CNPq, RQ-MG.

¹ Peckova, Musilova, & Barek, 2009. Critical Reviews in Analytical Chemistry, 39, 148–172.