

RESUMO

Martins, P.R. **Preparação de Hidróxidos Mistos Nanoestruturados de Níquel/Cobalto e Desenvolvimento de Sensores FIA Amperométricos**. 2012. 210p. Tese (Doutorado) - Programa de Pós-Graduação em Química. Instituto de Química, Universidade de São Paulo, São Paulo.

Nesta tese foram desenvolvidos sensores amperométricos baseados em porfirinas supramoleculares e hidróxido de níquel nanoestruturado e estabilizado na fase alfa, bem como novos materiais baseados em hidróxidos mistos de níquel e cobalto nanoestruturados e estabilizados na fase alfa. Também, um analisador FIA amperométrico, foi desenvolvido em colaboração com o Laboratório de Instrumentação Analítica do IQ-USP, para a determinação e quantificação de SO₂ livre em amostras reais, como vinhos, águas de coco e sucos de frutas.

Os sensores amperométricos baseados em porfirinas supramoleculares foram empregados na determinação de SO₂ livre, presente em sucos de frutas e águas de coco, utilizando um sistema FIA amperométrico. O sistema FIA amperométrico foi constituído de um injetor manual, uma cela amperométrica em fluxo integrada a uma unidade de difusão de gases e um fluxo de uma solução de ácido sulfúrico e de uma solução de eletrólito. Possíveis interferentes como ácido ascórbico, catecol, glicose e benzoato de sódio foram avaliados antes de iniciar as análises das amostras reais. Os resultados das análises foram comparados com o método oficial Monier-Williams. Os níveis de SO₂ livre encontrados nas amostras estavam de acordo com o que é preconizado pela Legislação Brasileira.

Os eletrodos de FTO, modificados com hidróxido de níquel estabilizado na fase alfa, foram utilizados como sensores amperométricos para a determinação de glicose,

usando um sistema FIA amperométrico. Estes sensores apresentaram excelentes respostas lineares em concentrações inferiores a 100 μM . Ainda estes sensores têm apresentado uma sensibilidade específica muito elevada para a glicose, provavelmente associada com a sua natureza nanoestruturada, e consequentemente sua área superficial aumentada. No entanto o eletrodo modificado apresentou uma tendência de mudar de fase, da fase meta-estável alfa para a fase termodinamicamente estável beta, com o aumento da concentração de glicose.

Novos materiais baseados em hidróxidos mistos de níquel e cobalto estabilizados na fase alfa também foram desenvolvidos. A partir de técnicas como difratometria de raio-x e Microbalança Eletroquímica de Cristal de Quartzo (MECQ) foi possível determinar a fase polimórfica dos materiais. Técnicas como AFM e MEV demonstraram que estes materiais são formados por nanopartículas com tamanhos de 5 nm. Estes nanomateriais apresentaram uma maior quantidade de carga específica, em comparação com o hidróxido de níquel puro.

E por último um analisador FIA amperométrico automatizado foi desenvolvido para a realização de análises de SO_2 livre em amostras líquidas. Este analisador é composto por reservatórios de soluções, sistema de amostragem, sistema de propulsão das soluções, cela FIA amperométrica integrada a uma unidade de difusão de gases, um sensor amperométrico, além de placas controladoras, mini-potenciostato e um software para controlar o equipamento. Uma elevada reprodutibilidade foi alcançada para análises sequenciais de uma amostra, mas quando a amostra foi trocada a reprodutibilidade foi muito baixa, sendo necessário mais desenvolvimento do sistema FIA automatizado nesta área.

Palavras-chave: Porfirinas supramoleculares; Análise por Injeção em Fluxo; α -

Ni(OH)₂; Hidróxidos mistos de níquel e cobalto; Nanopartículas; Materiais nanoestruturados, Analisador FIA amperométrico.