

V INIC JUNIOR.

Utilização de eletrodo de grafite para análise de metais em solução aquosa.

Pedro Rodrigues Ribeiro de Castro, Thais Cristina da Silva, Tiago Fernandes Rodrigues. Orientador: Liu Yao Cho co-orientador: Wilton Leite do Prado.

pedro.castro9095@hotmail.com; thais_cristina94@ig.com.br; tiagorfer@hotmail.com.

Orientador: liu@univap.br

Colégio Técnico Industrial “Antonio Teixeira Fernandes”. Pç. Cândido Dias Castejón, 116
– Centro CEP: 12245-720 São José dos Campos.

Resumo: A presença de metais pesados na água tornou-se bastante preocupante há alguns anos. Isso porque além de prejudicar a qualidade da água, a contaminação por elas pode provocar desde pequenos até sérios riscos a saúde humana. Sendo assim, fez-se necessário técnicas de análise precisas e seguras para a determinação dessas espécies químicas. Este trabalho apresenta um estudo sobre a utilização de um eletrodo de grafite, tirado diretamente das pilhas não-alcalinas, para a determinação qualitativa de metais pesados usando uma técnica eletroquímica aplicada. Os experimentos foram realizados utilizando o método de voltametria cíclica. O eletrodo de grafite em questão foi aplicado como eletrodo de trabalho na célula voltamétrica. Com base nos voltamogramas obtidos foi possível testar a eficiência do eletrodo e, avaliar a sua sensibilidade.

Palavras-chaves: Eletrodo de grafite, voltametria.

Introdução: 1.1 Métodos eletroanalíticos

Os métodos eletroanalíticos são métodos instrumentais de análises que utilizam as propriedades eletroquímicas de uma solução para determinar a concentração de um analito.

1.2 Voltametria

A voltametria consiste em uma técnica eletroquímica dependente da corrente, em função do potencial aplicado. As informações do analito são obtidas a partir do registro de curvas corrente-potencial (voltamograma) feitas durante a eletrólise da espécie química em uma célula eletroquímica constituída por, no mínimo, dois eletrodos sendo um de trabalho (micro eletrodo) e o outro de referência.

Os métodos devem favorecer a polarização do eletrodo de trabalho, por isso,

geralmente são relativamente pequenos. A corrente se dará sob essa condição de completa polarização de concentração e a velocidade de oxidação ou redução do analito é limitada pela velocidade de transferência de massa do analito para a superfície do eletrodo.

Os aspectos analíticos observados nos procedimentos voltamétricos podem ser qualitativos, quantitativos ou ainda estruturais. Historicamente foi a polarografia que deu origem ao campo da voltametria. A polarografia foi descoberta pelo químico checoslovaco Jaroslav Heyrovsky no início dos anos 1920 e consiste num tipo de voltametria onde um eletrodo gotejante de mercúrio (EGM) é empregado como eletrodo de trabalho.

O uso da polarografia havia diminuído consideravelmente entre o final de 1950 e início de 1960 devido ao desenvolvimento das técnicas espectroscópicas. Foi a partir da metade dos anos 60, com o desenvolvimento de amplificadores

operacionais rápidos e estáveis, que a polarografia clássica passou por modificações de modo a aumentar significativamente a sensibilidade e a seletividade do método.

Químicos analíticos, inorgânicos, físico-químicos e bioquímicos utilizam a voltametria para estudos fundamentais de (1) processos de oxidação e redução em vários meios, (2) processos de adsorção às superfícies e (3) mecanismos de transferência de elétrons em superfícies modificadas de eletrodos. As técnicas eletroanalíticas têm sido utilizadas para várias aplicações como monitoramento ambiental, controle de qualidade de produtos e processos industriais e análises biomédicas.

Metodologia: Os experimentos foram realizados com barras cilíndricas de grafite extraídas de pilhas não-alcálicas usadas. Estas barras foram lavadas com etanol, acetona e água destilada em abundância. Após secas em estufa a 80°C, as paredes do cilindro foram revestidas com esmalte comercial restando apenas a base circular de 0,39cm² exposta. Esta área foi polida em todos os testes com uma lixa 1200 e feltro.

Utilizou-se um potenciostato/galvanostato da Microquímica (modelo MQPG-01) para os experimentos de voltametria cíclica. A janela de varredura foi ajustada com início de -2,0V até +2,0V e retorno para -2,0V, a velocidade de varredura foi de 5mV/s. Como eletrodo auxiliar utilizou-se um bastão de platina, Ag, AgCl como eletrodo de referência e a cilindro de grafite como eletrodo de trabalho.

Antes dos ensaios, os cilindros de grafite sofreram varredura na janela de potencial citada em uma solução inerte para a verificação da ausência de impurezas que poderiam estar na superfície estudada. Os grafites escolhidos foram aqueles nas quais mostraram-se reprodutível na varredura e ausência de picos redox.

Foram utilizados quatro metais em solução nas concentrações de 0,0100mol/l e 0,0050mol/L: cloreto de ferro (II), sulfato de níquel, nitrato de cobre e nitrato de zinco. Os voltamogramas foram obtidas com amostras de 100mL de cada concentração e metal.

Par Redox	Reação de Eletrodo	E ⁰ /V
Li ⁺ /Li	Li ⁺ + e ⁻ ↔ Li	- 3.04
K ⁺ /K	K ⁺ + e ⁻ ↔ K	- 2.92
Ba ²⁺ /Ba	Ba ²⁺ + 2e ⁻ ↔ Ba	- 2.90
Ca ²⁺ /Ca	Ca ²⁺ + 2e ⁻ ↔ Ca	- 2.76
Na ⁺ /Na	Na ⁺ + e ⁻ ↔ Na	- 2.71
Mg ²⁺ /Mg	Mg ²⁺ + 2e ⁻ ↔ Mg	- 2.38
Al ³⁺ /Al	Al ³⁺ + 3e ⁻ ↔ Al	- 1.71
H ₂ O/H ₂ /Pt	2H ₂ O + 2e ⁻ ↔ 2OH ⁻ + H ₂	- 0.83
Zn ²⁺ /Zn	Zn ²⁺ + 2e ⁻ ↔ Zn	- 0.76
Cr ³⁺ /Cr	Cr ³⁺ + 3e ⁻ ↔ Cr	- 0.74
Fe ²⁺ /Fe	Fe ²⁺ + 2e ⁻ ↔ Fe	- 0.41
Cd ²⁺ /Cd	Cd ²⁺ + 2e ⁻ ↔ Cd	- 0.40
Ni ²⁺ /Ni	Ni ²⁺ + 2e ⁻ ↔ Ni	- 0.23
Sn ²⁺ /Sn	Sn ²⁺ + 2e ⁻ ↔ Sn	- 0.14
Pb ²⁺ /Pb	Pb ²⁺ + 2e ⁻ ↔ Pb	- 0.13
H ⁺ /H ₂ /Pt	2H ⁺ + 2e ⁻ ↔ H ₂	0.00
Cu ²⁺ /Cu	Cu ²⁺ + 2e ⁻ ↔ Cu	0.34
Fe ³⁺ , Fe ²⁺ /Pt	Fe ³⁺ + e ⁻ ↔ Fe ²⁺	0.77
Ag ⁺ /Ag	Ag ⁺ + e ⁻ ↔ Ag	0.80
H ⁺ , NO ₃ ⁻ /NO/Pt	NO ₃ ⁻ + 4H ⁺ + 3e ⁻ ↔ NO + 2H ₂ O	0.94
O ₂ /H ⁺ , H ₂ O/Pt	O ₂ + 4H ⁺ + 4e ⁻ ↔ 2H ₂ O	1.23
Au ³⁺ /Au	Au ³⁺ + 3e ⁻ ↔ Au	1.42

Resultados:

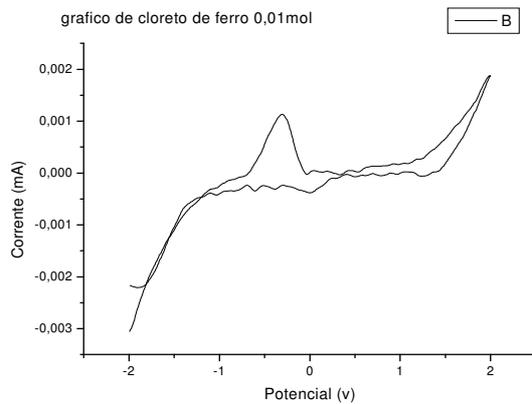


Gráfico 1 – Foi gerado com base na solução de cloreto de ferro ($\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) numa concentração de 0,0100 mol/L .

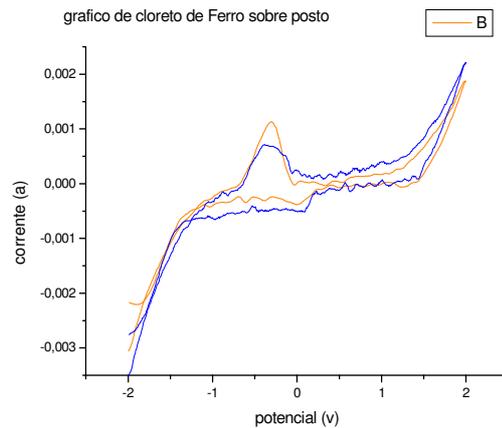


Gráfico 3 – Neste gráfico é mostra-se sobreposição dos dois primeiros gráficos onde pode-se observar a diminuição do gráfico em função da diminuição da concentração. (Em laranja a solução de 0,01 mol/L e em azul solução a 0,005 mol/L)

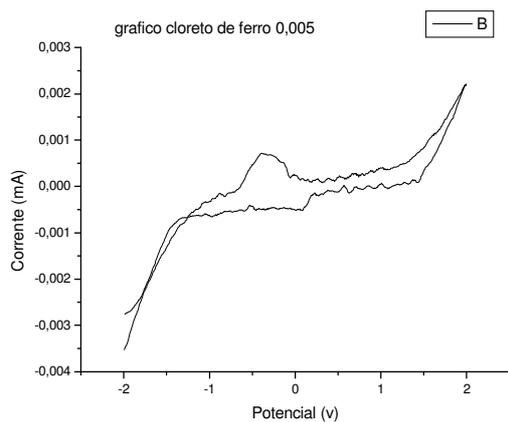


Gráfico 2- Foi gerado com base na solução de cloreto de ferro a 0,005 mol/L. É possível observar diminuição do potencial em função da concentração.

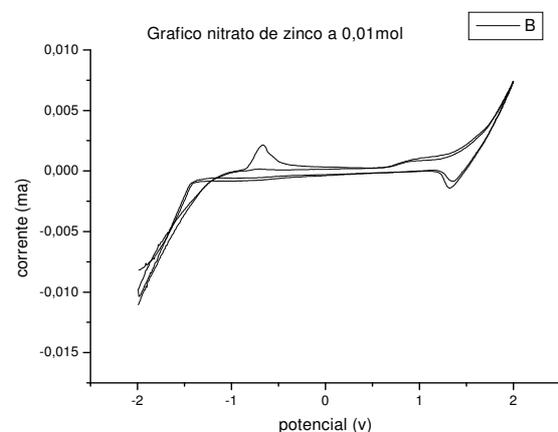
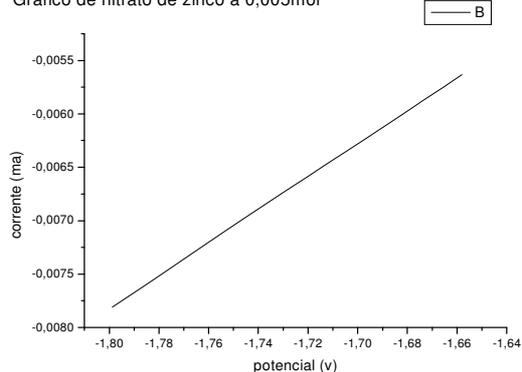


Gráfico 4 – Foi gerado com base na solução de nitrato de zinco ($\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$) a 0,01 mol/L.

Gráfico de nitrato de zinco a 0,005mol



G

Gráfico 5 – Foi gerado com base na solução de nitrato de zinco a 0,005mol/L. Nele é apresentado diminuição da concentração e conseqüentemente diminuição do potencial gerado.

Gráfico sobreposto de nitrato de zinco

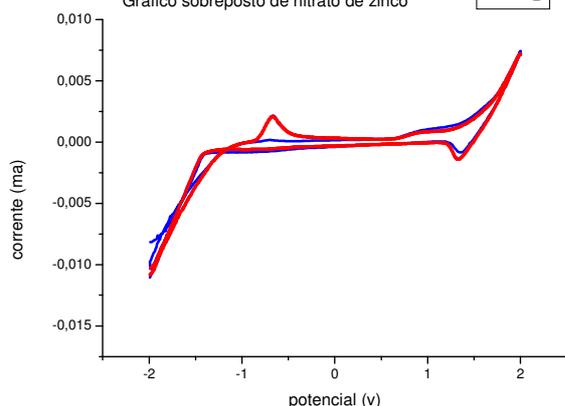


Gráfico 6 – Neste mostra-se a sobreposição dos dois gráficos anteriores da solução de nitrato de zinco.

Discussão: Observou-se que por meio da voltametria é possível fazer análises de metais em solução aquosa com a utilização de eletrodos de grafite com velocidade de 100mv/s e com limite de potencial de -2volts até 2volts. As amostras só puderam ser analisadas, pois seus potenciais estavam dentro desta faixa pré-selecionada. Conforme os gráficos mostrados acima.

Conclusão: Os resultados mostraram que o eletrodo de grafite retirado de pilhas pode ser

utilizado para análise voltamétrica de metais em solução aquosa com bom desempenho e conseqüentemente dando novo uso para o eletrodo de grafite.

Referências:

- SKOOG, D.A. et. al. Princípios de análise instrumental.

- Souza, D; Melo, L.C; Correia A.N; e Neto, P.L; UTILIZAÇÃO DE ELETRODOS SÓLIDOS DE AMÁLGAMA PARA A DETERMINAÇÃO ANALÍTICA DE COMPOSTOS ORGÂNICOS E INORGÂNICOS. Departamento de Química Analítica e Físico Química, Centro de Ciências, Universidade Federal do Ceará 2010.

- Silva, L.O.C; voltametria adsortiva com redissolução catódica e pulso diferencial em misturas de íons metálicos: Uma análise exploratória Universidade Federal de Viçosa 2007

- Aleixo, L.M; VOLTAMETRIA: CONCEITOS E TÉCNICAS. Universidade Estadual de Campinas, Instituto de Química.