

DETERMINAÇÃO VOLTAMÉTRICA DE METAIS EM ÁGUA UTILIZANDO ELETRODO COBERTO COM POLI(ÉSTER ÁCIDO SULFÔNICO)

D.A.Fungaro¹ (PQ) e C.M.A.Brett² (PQ)

¹Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, Divisão de Química Ambiental -
MQA, CP 11049 - São Paulo - SP

²Universidade de Coimbra, Departamento de Química, 3049 Coimbra, Portugal

Palavras-chave: eletrodo quimicamente modificado, metais traço, Eastman AQ

Introdução

A modificação da superfície do eletrodo com membranas poliméricas semi-permeáveis é necessária em amostras ambientais muito complexas para reduzir a contaminação do sensor. O recobrimento previne que espécies indesejáveis interajam com o eletrodo enquanto retém suas características de transferência de elétron heterogênea.

Neste trabalho são descritas as características do sensor eletroquímico modificado com o polímero poli(éster ácido sulfônico) utilizado em análise em fluxo descontínuo (BIA) combinada com a voltametria de redissolução anódica (ASV) para a determinação de metais traço em águas. O polímero, também conhecido como Eastman AQ, é um trocador catiônico que repele espécies aniônicas da solução. A utilização de parâmetros diferentes, tais como, composição da dispersão do filme e relação polímero/solvente é discutida e o sistema foi testado para a discriminação contra substâncias surfactantes.

Experimental

Usou-se uma célula para BIA construída de perspex com eletrodo de disco de carbono vítreo de diâmetro 5 mm como eletrodo de trabalho, uma rede de platina como eletrodo auxiliar e um eletrodo de calomelano saturado (ECS) como referência. As injeções de amostras foram feitas utilizando uma micropipeta eletrônica motorizada programável (EDP Plus 100 ED-100, Rainin Instrument Co. Inc).

As experiências BIA - ASV foram realizadas com um analisador voltamétrico controlado por computador CV-50W (Bioanalytical Systems) e foram conduzidas com os seguintes parâmetros da onda quadrada: frequência de 100 Hz, incremento de potencial de 2 mV e amplitude da onda quadrada de 25 mV. Os metais foram depositados no potencial de -1,3 V vs ECS com um tempo de deposição de 30 s em tampão acetato 0,1M (pH 4,6).

O procedimento para a preparação do eletrodo de filme fino de mercúrio (MTFE) não coberto e coberto com Eastman AQ foi semelhante ao anteriormente descrito^{1,2}.

Resultados e Conclusões

O filme de Eastman AQ resultou homogêneo apresentando estabilidade sob as condições hidrodinâmicas da BIA. A obtenção do filme foi fácil e não houve a necessidade de adição de dimetilformamida sobre o mesmo para uma melhor estabilização mecânica.

As respostas dos MTFE não cobertos e cobertos com o Eastman AQ 0,93% (m/v) em 1:2 (v/v) água:acetona foram estudadas para os íons Pb e Cd em soluções contendo os surfactantes não iônico (Triton X-100), aniônico (dodecil sulfato de sódio) e proteína padrão. O eletrodo com cobertura polimérica mostrou-se com desempenho superior em todos os casos apresentando decréscimo de pico de no máximo 20%.

A Tabela 1 mostra os dados obtidos em relação à sensibilidade e ao limite de detecção para o Pb e Cd utilizando-se diferentes dispersões de Eastman AQ.

Tabela 1- Resultados das curvas de calibração das determinações do Pb e Cd usando-se BIA-ASV e MTFE modificado com diferentes dispersões de Eastman AQ.

| Filme | Sensibilidade ($\mu\text{A nM}^{-1}$) | | Limite de detecção (nM) | |
|---------------------|---|--------|-------------------------|-----|
| | Cd | Pb | Cd | Pb |
| AQ 0,93% | | | | |
| 1:2 água:acetona | 0,021 | 0,011 | 4,8 | 5,5 |
| AQ 0,25% | | | | |
| 1:2 água:acetona | 0,0034 | 0,0014 | 3,4 | 5,9 |
| AQ 0,25% | | | | |
| 1:0,22 água:acetona | 0,012 | 0,024 | 3,7 | 3,8 |

A sensibilidade aos sinais BIA-ASV não está relacionada apenas com a espessura do filme polimérico, mas também com a morfologia do filme que muda com a composição do solvente. O MTFE coberto com Eastman AQ 0,25% (m/v) em 1:0,22 (v/v) água:acetona foi usado para a determinação de metais em amostras de águas de riachos de zona rural. As amostras foram analisadas conforme coletadas e as concentrações ($\mu\text{g/L}$) encontradas foram : Pb 3,17; Zn 0,765 a 11,4 e Cd 1,30 a 3,36. Apenas o Cd estava acima do máximo teor permitido em águas naturais (EPA - 1995).

Bibliografia

- Brett, C.M.A.; Brett, A.N.O.; Tugulea, L.; *Anal. Chim. Acta* 1996, 322, 151.
- Brett, C.M.A.; Brett, A.N.O.; Matysik, F.-M.; Matysik, S.; Kumbhat, S.; *Talanta* 1996, 43, 2015