



CNEN/SP

ipen *Instituto de Pesquisas
Energeticas e Nucleares*

GOVERNO DO BRASIL

**DETERMINAÇÃO VOLTAMÉTRICA DE Cu, Cd Pb e Zn EM ÁGUA
PURIFICADA**

Alessandra GALEANO e Maria Inês Costa CANTAGALLO

IPEN Pub 376

AGOSTO/1992

SÃO PAULO

**DETERMINAÇÃO VOLTAMÉTRICA DE Cu Cd Pb e Zn EM ÁGUA
PURIFICADA**

Alessandra GALEANO e Maria Ines Costa CANTAGALLO

COORDENAÇÃO DE CARACTERIZAÇÃO DE MATERIAIS

Série PUBLICAÇÃO IPEN

INIS Categories and Descriptors

811 20

COPPER

CADMIUM

LEAD

ZINC

WATER CHEMISTRY

VOLTAMETRY

STRIPPING

TRACE AMOUNTS

IPEN Doc-4371

Aprovado para publicação em 01/07/92

Nota: A redação, ortografia, conceitos e revisão final são de responsabilidade do(s) autor(es)

DETERMINAÇÃO VOLTAMÉTRICA DE Cu, Cd, Pb e Zn EM ÁGUA
PURIFICADA*

Alessandra GALEANO e Maria Inês Costa CANTAGALLO

COMISSÃO NACIONAL DE ENERGIA NUCLEAR - SP
INSTITUTO DE PESQUISAS ENERGÉTICAS E NUCLEARES
CAIXA POSTA 11049 - PINHEIROS
05499 - SÃO PAULO - BRASIL

RESUMO

Aplicou-se a técnica da voltametria de redissolução anódica por pulso diferencial para a determinação de Cu, Cd, Pb e Zn em água purificada pelo sistema Milli-Q comparando dois procedimentos de preparação de amostra. Em ambos efetuou-se pre-concentração por evaporação de 500mL de amostra sendo o primeiro executado em laboratório convencional (A-1) e o segundo em capela de fluxo laminar vertical classe 100 (A-2). As determinações foram efetuadas por técnica de adição de padrão cujas soluções foram preparadas a partir de óxidos dos metais com grau espectrográfico. As concentrações determinadas para as amostras (A-1) e (A-2) foram Cu: 0,3 e 0,1 µg/L; Cd: 0,04 e 0,008 µg/L; Pb: 0,09 e 0,09 µg/L e Zn: 1,0 e 0,2 µg/L o que evidencia a importância da contaminação ambiental na fase de preparação.

* Trabalho Apresentado na 15ª Reunião Anual da Sociedade Brasileira de Química 27-31/Maio/1992 Caxambu - MG Brasil

VOLTAMMETRIC DETERMINATION OF Cu, Cd, Pb and Zn IN PURIFIED WATER*

Alessandra GALEANO and Maria Inês Costa CANTAGALLO

COMISSÃO NACIONAL DE ENERGIA NUCLEAR - SP
INSTITUTO DE PESQUISAS ENERGÉTICAS E NUCLEARES
CAIXA POSTAL 11049 - PINHEIROS
05499 SÃO PAULO - BRASIL

ABSTRACT

The differential pulse anodic stripping voltammetry was used to detect Cu, Cd, Pb and Zn in purified water by Milli-Q system. Spectrographic grade reagents were used to prepare the stock solutions and analytical grade reagents for other solutions. Two samples of 500 mL were prepared in different environments. They were evaporated in a conventional laboratory (A-1) and a class 100 vertical flow clean bench (A-2). The elemental concentration determined for the samples (A-1) and (A-2) were Cu 0.3 and 0.1 µg/L, Cd 0.04 and 0.008 µg/L, Pb 0.09 and 0.09 µg/L and Zn 1.0 and 0.2 µg/L. The results of the analysis evinced the relevance of the airborne contamination in sample preparation.

* Paper Presented at 15th SBQ - Annual Meeting, May 27-31, 1992, Caxambu - MG, Brazil.

I INTRODUÇÃO

O progresso tecnologico na area da ciência dos materiais biologica e ambiental exige metodos analiticos cada vez mais sensiveis e ineunos com altos indices de pureza principalmente em relação aqueles elementos que embora sejam essenciais são nocivos quando em maiores concentrações aos sistemas biologicos e aos materiais de alta tecnologia

Em geral a concentração desses elementos situa-se no nivel de traços e ultra traços Para a sua determinação ha a necessidade de associar uma tecnica analitica de alta sensibilidade com procedimentos de tratamento de amostras eficientes e que eliminem os erros de analise provenientes da contaminação ambiental e perdas de amostras As tecnicas eletroanaliticas em geral e especialmente a voltametria de redissolução anodica por pulso diferencial (1 2) oferecem a sensibilidade necessaria para tal finalidade A preparação de amostra se efetuada cuidadosamente em capela de fluxo laminar vertical classe 100 dificulta a contaminação ambiental

Assim o objetivo do presente trabalho e propor a determinação dos elementos Cu Cd Pb e Zn em amostras de agua purificada pelo sistema Milli-Q por voltametria de redissolução anodica por pulso diferencial com eletrodo de gota pendente de mercurio e comparar dois tipos de ambientes utilizados na fase de preparação de amostras

II PARTE EXPERIMENTAL

As determinações foram efetuadas em eletrolito composto de KCl 0 1M acidificado com HCl ate pH de 2 3 (3) pela tecnica da voltametria de redissolução anodica por pulso diferencial com eletrodo de gota pendente de mercurio Os elementos Cu Cd Pb e Zn foram analisados individualmente nos potenciais de -0 1, -0 64 -0 44 e -0 93 V x ECS pelo metodo da adição de padrão

Os parâmetros experimentais das determinações constam da tabela 1

TABELA 1 Parâmetros Experimentais das Determinações

PARÂMETROS	Zn	Cd	Pb	Cu
Varredura de potencial (mV/s)	5	5	5	5
Amplitude de pulso (mV)	50	50	50	50
Intervalo de tempo para amplitude de pulso (s)	0.5	0.5	0.5	0.5
Potencial inicial (V x ECS)	-1.2	-0.7	-0.6	-0.3
Potencial final (V x ECS)	-0.8	-0.5	-0.3	0.0
Tempo de deposição em potencial inicial (s)	360	360	360	360
Tempo de descansa (s)	45	45	45	45
Adição Padrão Água Purificada Milli-Q	0.08µg	8.3ng	0.02µg	0.05µg

II 1 Detalhes Experimentais

O equipamento utilizado foi o processador voltamétrico VA 646 com a estação de trabalho químico 647 no modo HMDE (eletrodo de gota pendente de mercúrio)

A água usada na preparação das soluções foi a purificada pelo sistema Milli-Q, os ácidos inorgânicos purificados pela destilação por sub-ebulição (4) os demais reagentes usados foram de grau P.A. e os padrões foram de grau espectrográfico

Todos os frascos de vidro borossilicato, polietileno e politetrafluoretileno ('Teflon') utilizados passaram por processos de tratamento com soluções de ácido nítrico 8M a quente e subsequentes lavagens com água purificada pelo sistema Milli-Q (5)

II 2 Preparação das Amostras

A amostra de água purificada pelo sistema Milli-Q foi coletada em frasco de polietileno previamente tratado e imediatamente foram efetuadas duas amostragens de 500mL cada ambas evaporadas a secura. A primeira em bequer de vidro borossilicato em uma capela de fluxo convencional (A-1) e a segunda em bequer de PTFE ('Teflon') em capela de fluxo laminar vertical classe 100 (A-2). Os resíduos foram dissolvidos em 20mL de eletrolito e quantitativamente transferidos para a célula polarográfica

II 3 Análise Voltamétrica

Posteriormente a análise das amostras efetua-se a determinação da concentração dos elementos de interesse no branco. Utilizou-se como branco a solução eletrolito no qual as amostras são dissolvidas.

A amostra na célula polarográfica foram acoplados os eletrodos e durante 10 min injetou-se nitrogênio gasoso ultra puro. Para cada elemento a ser determinado efetuou-se o voltamograma nas condições experimentais descritas na tabela 1. Após a obtenção dos voltamogramas da amostra e respectivas adições de padrão efetuaram-se as medidas líquidas das correntes na situação de máximo. Esses valores forneceram juntamente com as quantidades absolutas de padrão e pelo método da adição de padrão a concentração de cada elemento na amostra.

II 4 Resultados

Os resultados das determinações de Cu, Cd, Pb e Zn nas amostras de água purificada pelo sistema Milli-Q constam da tabela 2. Na tabela 3 está um comparação entre os resultados obtidos neste trabalho e os da literatura.

TABELA 2 Resultados das Determinações de Cu Cd Pb e Zn nas amostras de água purificada pelo sistema Milli-Q

ELEMENTO DETERMINADO	AMOSTRA *	
	(A-1)	(A-2)
Cu	0 3Hg/L	0 1Hg/L
Cd	43 4ng/L	8 3ng/L
Pb	0 09Hg/L	0 09Hg/L
Zn	1 0Hg/L	0 2Hg/L

* (A-1) Amostra preparada em bequer de vidro borossilicato em capela convencional

(A-2) Amostra preparada em bequer de PTFE em capela de fluxo laminar classe 100

TABELA 3 Comparação entre os Resultados da Análise de Água Purificada pelo Sistema Milli-Q deste Trabalho e do Trabalho de Dehme e Lund (6)

Elementos	Resultados de Dehme e Lund (6)	Resultados deste Trabalho
Cu	0,1 - 0,3 µg/L	0,1 µg/L
Cd	< 0,01 µg/L	0,008 µg/L
Pb	0,05 - 0,1 µg/L	0,09 µg/L

III CONCLUSÕES

Pode-se observar (tabela 2) que as análises das amostras de água Milli-Q preparada em bequer de vidro / laboratório convencional e bequer de PTFE / laboratório limpo classe 100 levaram a distintos resultados. Sistemáticamente o resultado menor corresponde ao segundo procedimento de preparação de amostras. Isto comprova a relevância dos cuidados especiais tomados na limpeza dos utensílios e do ambiente na preparação das amostras.

Compararam-se os resultados correspondentes ao segundo procedimento acima citado com os obtidos por Dehme e Lund (6) que analisaram amostras similares através da mesma técnica deste trabalho usando como eletrolito de suporte uma solução tamponada de ácido acético 0,1M (pH de 4,7). Esses resultados constam da tabela 3 e conclui-se que as qualidades das amostras são comparáveis embora com uma pequena demonstração de qualidade da água preparada em nossos laboratórios.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- 01 AHMED R NISA V TANWIR R Trace analysis of Cd, Cu, Pb and Zn in various materials using differential pulse anodic stripping voltammetry Nilore Islamabad 1989 (PINSTECH/NCD 113)
- 02 WANG J Stripping analysis principles instrumentation and applications Florida VCH Publishers 1985
- 03 SAGHERB P LUND W Trace metal analysis by anodic stripping voltammetry Talanta, 29 457-60 1982
- 04 BABINSKI M CANTAGALLO M I C IYER S S Obtenção de reagentes ultrapuros através da destilação por sub-ebulição Química Nova, 12(4) 374-5 1989
- 05 CANTAGALLO M I C Aplicação da cronocoulometria a determinação de traços de urânio com base na redução catalítica de nitrato em eletrodo de mercúrio São Paulo 1989 (Tese de Doutorado Instituto de Química Universidade de São Paulo)
- 06 DEHME M LUND W The purification of water for inorganic ultratrace analysis Talanta, 27 223-5 1980

AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem a FAPESP e CNPq pelo apoio financeiro