



# Simpósio de Integração Acadêmica

“Bicentenário da Independência: 200 anos de ciência, tecnologia e inovação no Brasil e 96 anos de contribuição da UFV”

SIA UFV 2022

**UFV**  
Universidade Federal  
de Viçosa

## Desenvolvimento de sensores eletroquímicos baseados em solventes eutéticos profundos para determinação de metais pesados em águas

Caio Antonio Dias Schneider (Bolsista de IC/CNPq), Tiago Almeida Silva (Professor/Orientador - DEQ) e Leonardo Luis Okumura (Professor/Colaborador - DEQ)

Sensores eletroquímicos, Solventes eutéticos profundos, Redissolução anódica

### Introdução

A busca por métodos para a quantificação de metais pesados se dá em razão do seu fator de bioacumulação na natureza, o que pode gerar graves problemas ao meio ambiente e também para a saúde humana<sup>1</sup>. Portanto, neste trabalho foram preparados eletrodos de pasta de carbono (CPE, do inglês “Carbon Paste Electrode”) modificados com solventes eutéticos profundos (DES, do inglês “Deep Eutectic Solvents”) para realizar a determinação por voltametria de redissolução anódica de  $Pb^{2+}$  em águas.

### Objetivos

Este projeto teve como objetivo geral a preparação de novos sensores voltamétricos baseados em eletrodos de pasta de carbono modificados com solventes eutéticos profundos (hidrofóbico ou hidrofílico) para determinação do cátion metálico  $Pb^{2+}$  em águas residuárias.

### Material e Métodos

#### Síntese dos DES

**TBABr**

Ácido decanóico em aquecimento até a completa fusão + Tetra-n-butilamônio → 400 rpm 65 °C 1 h

Obs.: Razão molar HBA/HBD: 1:2

Figura 1. Síntese do DES hidrofóbico.

**Relina**

Ureia em aquecimento até a completa fusão + Cloreto de Colina → 400 rpm 60 °C 1 h

Obs.: Razão molar HBA/HBD: 1:2

Figura 2. Síntese do DES hidrofílico.

#### Preparação dos eletrodos de pasta de carbono

Pó de grafite + Óleo Mineral → CPE não modificado

Pó de grafite + Óleo Mineral + DES → CPE modificado (TBABr-CPE e Relina-CPE)

Obs.: Proporção em massa pó de grafite:aglutinante: 70%/30% (70% óleo mineral+ 30% DES)

Figura 3. Preparação do CPE.

Figura 4. Preparação dos CPEs modificados com DES.

### Apoio Financeiro

CNPq, FAPEMIG (Proc. Nº: APQ-00083-21).

### Agradecimentos

Os autores agradecem o apoio financeiro do CNPq (especialmente pela bolsa de Iniciação Científica) e FAPEMIG.

### Resultados e Discussão

#### Caracterização eletroquímica dos eletrodos

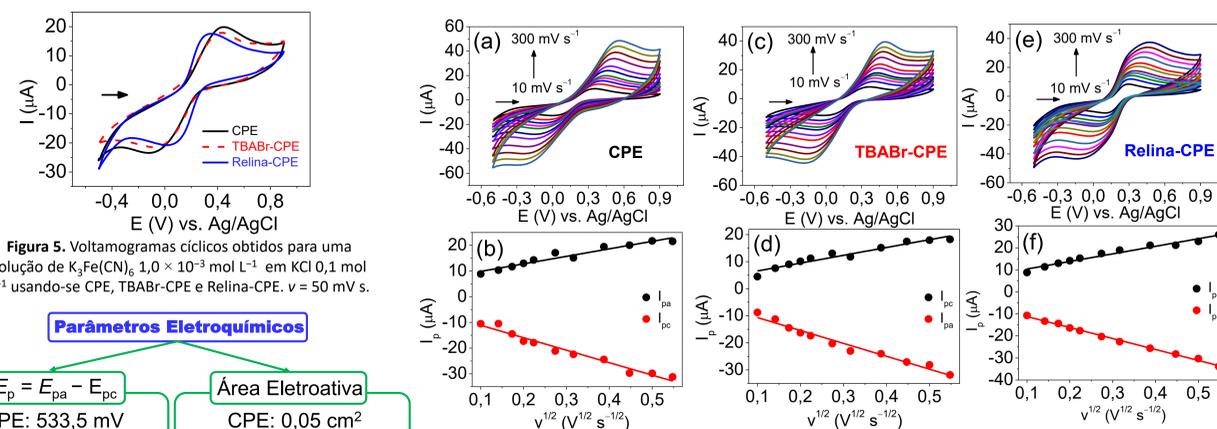


Figura 5. Voltamogramas cíclicos obtidos para uma solução de  $K_3Fe(CN)_6$   $1,0 \times 10^{-3} \text{ mol L}^{-1}$  em KCl  $0,1 \text{ mol L}^{-1}$  usando-se CPE, TBABr-CPE e Relina-CPE.  $v = 50 \text{ mV s}^{-1}$ .

#### Parâmetros Eletroquímicos

$$\Delta E_p = E_{pa} - E_{pc}$$

CPE: 533,5 mV

TBABr-CPE: 465,5 mV

Relina-CPE: 280,2 mV

#### Área Eletroativa

CPE: 0,05  $\text{cm}^2$

TBABr-CPE: 0,05  $\text{cm}^2$

Relina-CPE: 0,063  $\text{cm}^2$

Figura 6. Voltamogramas cíclicos obtidos em KCl  $0,1 \text{ mol L}^{-1}$  contendo  $K_3Fe(CN)_6$   $1,0 \times 10^{-3} \text{ mol L}^{-1}$  usando-se (a) CPE, (c) TBABr-CPE e (e) Relina-CPE. Curvas de  $I_{pa}$  vs.  $v^{1/2}$  e  $I_{pc}$  vs.  $v^{1/2}$  obtidas para (b) CPE, (d) TBABr-CPE e (f) Relina-CPE.

#### Determinação de $Pb^{2+}$

#### ESTUDO COMPARATIVO

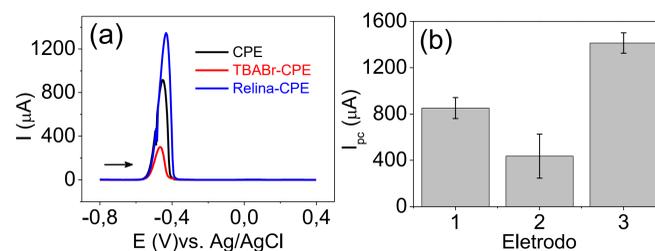


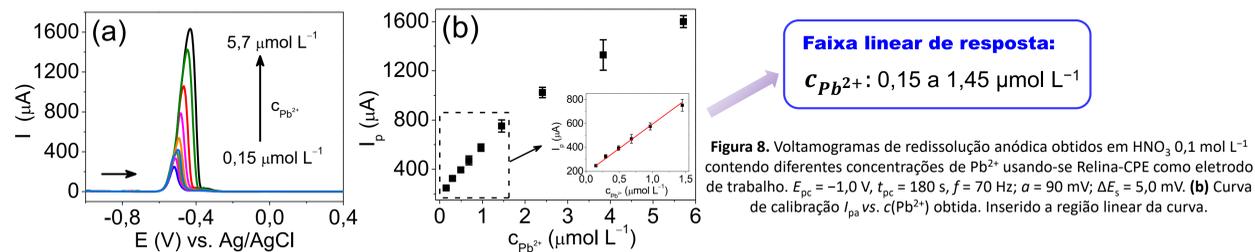
Figura 7. (a) Voltamogramas de redissolução anódica obtidos em  $HNO_3$   $0,1 \text{ mol L}^{-1}$  contendo  $Pb^{2+}$   $1,0 \times 10^{-5} \text{ mol L}^{-1}$  usando-se CPE, TBABr-CPE e Relina-CPE como eletrodos de trabalho.  $E_{pc} = -0,8 \text{ V}$ ,  $t_{pc} = 120 \text{ s}$ ,  $f = 70 \text{ Hz}$ ;  $\sigma = 60 \text{ mV}$ ;  $\Delta E_s = 5,0 \text{ mV}$ . (b) Gráficos de  $I_{pa}$  vs. Eletrodo (1-CPE, 2-CPE-TBABr e 3-CPE-Relina).

#### OTIMIZAÇÕES

Tabela 1. Parâmetros otimizados com suas respectivas faixas e valores ótimos.

Parâmetros Otimizados	Faixas Estudadas	Valor Ótimo
Potencial de pré-concentração (V)	-0,5 a -1,2	-1,0
Tempo de pré-concentração (s)	30 a 390	330
Amplitude (mV)	5,0 a 100	90
Frequência (Hz)	10 a 100	90
Incremento de potencial (mV)	1,0 a 10,0	5,0

#### CURVA ANALÍTICA



#### Faixa linear de resposta:

$C_{Pb^{2+}}$ : 0,15 a 1,45  $\mu\text{mol L}^{-1}$

Figura 8. Voltamogramas de redissolução anódica obtidos em  $HNO_3$   $0,1 \text{ mol L}^{-1}$  contendo diferentes concentrações de  $Pb^{2+}$  usando-se Relina-CPE como eletrodo de trabalho.  $E_{pc} = -1,0 \text{ V}$ ,  $t_{pc} = 180 \text{ s}$ ,  $f = 70 \text{ Hz}$ ;  $\sigma = 90 \text{ mV}$ ;  $\Delta E_s = 5,0 \text{ mV}$ . (b) Curva de calibração  $I_{pa}$  vs.  $c(Pb^{2+})$  obtida. Inserido a região linear da curva.

### Conclusões

- Melhor cinética de transferência de elétrons e maior área eletroativa foi obtida para o eletrodo fabricado com DES hidrofílico relina;
- Incremento de 65% na corrente de redissolução anódica do Pb com o uso do CPE modificado com DES relina;
- Faixa linear de 0,15 a 1,45  $\mu\text{mol L}^{-1}$ ;
- Novos ensaios de caracterização e aplicação em amostras precisam ser realizados.

### Bibliografia

[1] SILVA, D. H. et al. Z. J. Braz. Chem. Soc. 2011, 22, 1727.