

Detecção de sulfeto com eletrodos cerâmicos modificados com nanopartículas de níquel.

Henrique F. Rodrigues^{1*} (IC), Leonardo L. Paim² (PQ), Nelson R. Stradiotto¹ (PQ)

¹Instituto de Química, Univ Estadual Paulista, Campus Araraquara, Departamento de Química Analítica, 14800-060, Araraquara, SP, Brasil. ²Universidade Estadual Paulista Júlio de Mesquita Filho, Campus Experimental Rosana, 19274000, Rosana, SP, Brasil.

Palavras Chave: eletrodos cerâmicos, nanopartículas de níquel, sulfeto, voltametria varredura linear, sensor eletroquímico

Introdução

Vários métodos têm sido reportados na literatura para determinação de sulfetos em diferentes matrizes. Dentre estes, os métodos eletroquímicos têm se destacado pelo emprego de eletrodos quimicamente modificados. Recentemente, entre estes eletrodos aqueles denominados de cerâmicos têm sido utilizados para determinação de diversas espécies químicas. Estes eletrodos em geral, são preparados, utilizando-se uma solução sol-gel, combinada com carbono, obtendo um compósito com propriedades mecânicas e térmicas oriundas do esqueleto de sílica, e, propriedades condutoras, do carbono.¹ O objetivo deste estudo é o desenvolvimento de um sensor eletroquímico para sulfeto, baseado em um eletrodo cerâmico de carbono contendo nafion® (C/NCe) modificado com nanopartículas de níquel (C/NCe-Ni).

Resultados e Discussão

Na preparação do C/NCe foi utilizada uma solução contendo 0,570 mL Etanol; 0,290 mL 3-(trimetóxisilil)propilmetacrilato (TMPPM); 86,6 µL HCl; 0,143mL Nafion 5%; 0,5011 g de C. A mistura foi inserida num tubo de polipropileno com diâmetro interno de 3 mm e seco à temperatura ambiente por 48h, depois foi polido com lixas d'água com diferentes granulometrias (1200 - 4000).²⁻³ A superfície C/NCe foi modificada com nanopartículas de níquel através da técnica de cronoamperometria com potencial constante de -1,0 V e carga fixa de -103 mC, e passivado em tampão acetato de sódio 0,2 molL⁻¹ (pH 4,0).

A caracterização dos eletrodos cerâmicos foi feita utilizando as técnicas de voltametria cíclica e impedância eletroquímica. A voltametria mostra que os eletrodos cerâmicos preparados possuem uma excelente relação i_{pa}/i_{pc} ($0,94 \pm 0,03$, $n=10$) para o sistema $Fe(CN)_6^{4-}/Fe(CN)_6^{3-}$. A impedância mostra que a resistência de transferência de carga (R_{ct}) para o C/NCe foi de 253,8 KΩ e para o C/NCe-Ni foi de 8,1 KΩ. O estudo da variação da velocidade de varredura foi realizado na faixa de 2 a 250 mVs⁻¹. Os

resultados indicam um processo eletródico controlado por adsorção.

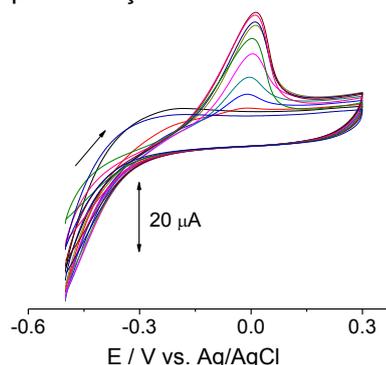


Figura 1. Voltamogramas de adição solução padrão de sulfeto no intervalo de 1×10^{-5} à 1×10^{-4} mol L⁻¹ em 50 mVs⁻¹.

Os eletrodos cerâmicos preparados foram utilizados na detecção de sulfetos, como mostra a Figura 1. A adição de sulfeto provoca um aumento na corrente de pico anódico. A curva analítica obtida, através da relação de corrente de pico versus concentração de S²⁻, apresentou linearidade no intervalo de $2,0 \times 10^{-5}$ até $8,0 \times 10^{-5}$ molL⁻¹ de S²⁻, com equação $y = -6,95 + 5,0 \times 10^5 x$, correlação linear de 0,996, limite de detecção de $5,0 \times 10^5$ molL⁻¹ e sensibilidade amperométrica de $7,1 \times 10^5$ µA L mol⁻¹.

Conclusões

Os resultados indicaram que o eletrodo cerâmico C/NCe-Ni, em meio de tampão acetato, pode ser utilizado na detecção de sulfeto, constituindo-se em um promissor sensor eletroquímico para aplicações em análises deste íon em matrizes aquosas.

Agradecimentos

CNPq, Laboratório NDCOM, GEAR (Grupo de Eletroanalítica de Araraquara)

¹ Skeika, T. et al, *Semina: Ciências Exatas Tecnológicas*, 2009, 30, 125.

² Tsionsky, M. et al, *Anal. Chem.* 1994, 66, 1747.

³ Salimi, A et al, *Electrochem. Commun.* 2007, 125, 540.