

Estudo da Determinação de Enxofre Elementar em Matriz Orgânica com a Utilização de UME de Platina com Mercúrio Eletrodepositado.

Carlos E. Andrade* (PG)¹, Patrícia O. da Silva(IC)¹, Eliane D'Elia (PQ)¹, Sérgio A.S. Machado (PQ)²

*caduandrade@iq.ufrj.br

¹Instituto de Química – Universidade Federal do Rio de Janeiro – Rio de Janeiro – RJ.

²Instituto de Química – Universidade de São Paulo – São Carlos – SP.

Palavras Chave: Enxofre, voltametria, microeletrodo.

Introdução

Os compostos sulfurados no petróleo são responsáveis por vários problemas, tais como corrosão de equipamentos, envenenamento de catalisadores, além de contaminar o meio ambiente. Nesse sentido, torna-se importante a utilização de métodos para remoção desses compostos a níveis bem baixos. Sendo assim, o desenvolvimento de técnicas mais precisas e com menores limites de detecção para quantificar esses compostos é de suma importância. O ultramicroeletrodo (UME) se mostra como uma boa ferramenta para se obter uma técnica com baixo limite de detecção a fim de atender as necessidades atuais. O objetivo desse trabalho é propor uma nova metodologia utilizando UME de platina com mercúrio eletrodepositado para determinação de enxofre elementar em amostras de nafta.

Resultados e Discussão

Utilizou-se uma célula eletroquímica com três eletrodos: o UME de Platina ($F = 50 \mu\text{m}$) como eletrodo de trabalho, o eletrodo de $\text{Ag}/\text{AgCl}_{(s)}$ como referência e um fio de Platina como contra-eletrodo em uma gaiola de Faraday. A técnica utilizada foi a voltametria de onda quadrada com taxa de varredura de 150 mV/s e pulso de -50 mV . Antes da determinação do enxofre foi feita a eletrodeposição de um filme de mercúrio na superfície do UME de Platina. Essa deposição foi realizada em -1000 mV durante 90s , numa célula contendo $\text{Hg}^{+2} 0,07\text{M}$, $\text{pH} < 1$ previamente deaerada por 10 minutos com nitrogênio puro¹. Estudos anteriores mostraram que um bom sistema solvente/eletrolito para esse tipo de análise é uma mistura de 29 mL de metanol 98% , 1 mL de ácido acético 2% em metanol 98% e 20 mL de acetato de sódio $1,4 \text{ M}$ em metanol 98% ². A partir de alíquotas (μL) de uma solução padrão de 70mg/L de enxofre em heptano adicionadas a 20mL da mistura solvente/eletrolito preparada, construiu-se uma curva de calibração.

A figura 1 mostra o voltamograma obtido do branco e de amostras contendo $1,4$ e $2,8 \text{ ppm}$ de enxofre.

A partir das áreas obtidas dos picos de corrente devido à redução do enxofre a H_2S para diferentes concentrações do analito foi possível construir uma curva de calibração.

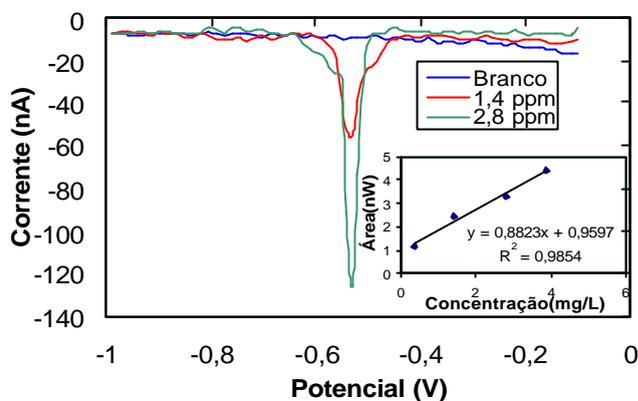


Figura1: Voltamograma típico da redução do enxofre elementar e curva de calibração.

Foram estudadas amostras com concentrações menores que o limite de detecção experimental visto na literatura que foi de $0,003 \text{ ppm}$ para uma taxa de varredura de 300 mV/s , utilizando-se HMDE como eletrodo de trabalho². Nesse trabalho, o limite de detecção experimental obtido foi de pelo menos $0,0015 \text{ ppm}$ com uma taxa de varredura de 150 mV/s .

Conclusões

Com a utilização do UME, o limite de detecção foi mais baixo do que o limite de detecção abordado na literatura e pode ser ainda melhorado variando-se alguns parâmetros eletroquímicos tal como a taxa de varredura.

Agradecimentos

Ao CENPES/PETROBRAS pelo apoio financeiro.

¹ Toledo, R. A.; Castilho, M. C.; Mazo, L. H., *J. Braz. Chem. Soc.*, **2004**, 15 (3), 407.

² Fernandes, D.R.; Estudo da determinação Eletroquímica de Enxofre Elementar em Amostra de Nafta. Dissertação de Mestrado, UFRJ, 2004.