

Estudo da acidez em matriz orgânica por meio da voltametria utilizando ultramicroeletrodos

*Flávia C. de Souza¹ (PG) Janaína C. da Rocha¹ (IC), Eliane D'Elia¹ (PQ), Sérgio A. S. Machado (PQ)²

*flaviasouza@iq.ufrj.br

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

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

Palavras Chave: acidez, voltametria, ultramicroeletrodo

Introdução

Os processos de degradação que ocorrem em derivados de petróleo durante a estocagem podem ser relacionados com a presença de compostos orgânicos sulfurados. Estes compostos são oxidados a ácidos sulfônicos gerando a acidez forte.

A caracterização e quantificação das espécies geradas na deterioração de combustíveis permitem prever a estabilidade do produto e avaliar o procedimento mais adequado a ser utilizado de modo a diminuir este efeito.

O desenvolvimento deste trabalho consiste na quantificação da acidez forte em matrizes orgânicas, visando a sua determinação em amostras de óleo diesel.

Resultados e Discussão

Utilizou-se uma célula eletroquímica de dois eletrodos: o ultramicroeletrodo (UME) como eletrodo de trabalho e o eletrodo de Ag/AgCl(s) como referência e uma gaiola de Faraday de modo a eliminar ruídos externos.

O UME utilizado foi de platina com diâmetro de 10 μm . Realizou-se a cada medida um procedimento de limpeza e pré-tratamento do UME por meio de polimento seqüencial com lixas de granulações 600, 1500 e 2000. O condicionamento e caracterização do UME foi feito por voltametria cíclica em H_2SO_4 0,5 mol.L⁻¹ a 0,1 V s⁻¹.

As análises foram realizadas em soluções sintéticas de ácido p-tolueno sulfônico em diversas concentrações, utilizando uma mistura de tolueno e acetonitrila (ACN-TOL) (1:1) como solvente e perclorato de lítio 0,2M como eletrólito suporte. Antes de cada medida a solução era deaerada por 5 minutos com N_2 puro.

A Figura 1 mostra o voltamograma obtido para soluções de ácido p-toluenosulfônico. Em aproximadamente -0,2 V há um aumento da corrente catódica relacionado, provavelmente, à redução do ácido adicionado. Observa-se também o aparecimento de um patamar de corrente, típico de um comportamento de UME, cuja corrente limite (i_L) pode ser relacionada à concentração do ácido.

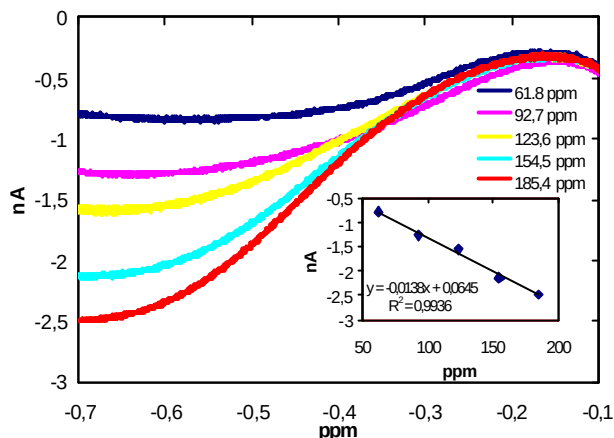


Figura 1. Voltamograma de varredura linear, em ACN-TOL (1:1), sobre UME de Pt a 0,1 V.s⁻¹.

Observa-se também nesta figura a curva de calibração obtida da redução do ácido p-toluenosulfônico, a partir dos dados obtidos dos voltamogramas em que a i_L mostra-se proporcional à concentração do ácido.

Conclusões

A linearidade da curva de calibração mostra a possibilidade de quantificar ácidos organosulfurados com medidas voltamétricas.

O uso do UME de platina em análise de acidez em matriz orgânica mostrou-se vantajoso por minimizar os problemas de queda ôhmica, efeitos capacitivos, ruídos, além de propiciar respostas com maior reprodutibilidade.

Agradecimentos

PRH-01/ANP, CENPES/PETROBRAS, CNPq

¹ Kurek, S. S., Laskowska, B. J., Stokolosa, A. *Eletrochimica Acta*, **2005** (in press).

² Baldo, M. A., Daniele, S., Mazzocchin, G. A. *Analytica Chimica Acta*, **1993**, 272, 151-159.

³ Bond, A. M., Fleischmann, M., Robinson, J. *Journal Electroanalytical Chemistry*, **1984**, 168, 299-312.