

# Estudos sobre a deposição de $Pb^{2+}$ em superfície de ouro modificada com filme de bismuto em meio alcalino.

Maiara O. Salles<sup>1</sup> (PG)\*, Mauro Bertotti<sup>1</sup> (PQ) [maiara\\_os@yahoo.com.br](mailto:maiara_os@yahoo.com.br)

<sup>1</sup>Instituto de Química, USP/SP, Brasil, CEP: 05513-970.

Palavras Chave: bismuto,  $Pb(II)$ , NaOH, eletrodo de ouro.

## Introdução

Resíduos de Disparos de Armas de Fogo (RDAF) são formados a altas temperaturas, consistem em vapores e materiais expelidos pelo cano e outros orifícios da arma e um dos seus principais componentes é o chumbo<sup>1</sup>. Um dos métodos eletroquímicos mais utilizados para analisar  $Pb(II)$  baseia-se em procedimento de pré-concentração (stripping) e nestes casos empregam-se eletrodos de mercúrio. Todavia, em função da toxicidade do mercúrio outros materiais eletródicos têm sido investigados como, por exemplo, o bismuto<sup>2</sup>. Processos de deposição de bismuto são tipicamente efetuados em superfícies de carbono e em meio com tampão ácido acético/acetato<sup>2</sup>. Neste trabalho apresentam-se resultados sobre a deposição de bismuto em eletrodo de ouro e em meio básico<sup>3</sup>.

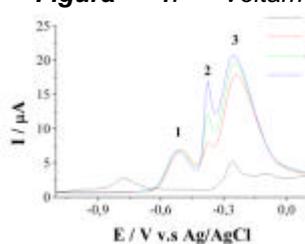
## Resultados e Discussão

A modificação da superfície de ouro com bismuto foi realizada em meio básico por amperometria aplicando potencial fixo de  $-1,1$  V até que a carga referente ao processo de deposição atingisse o valor de  $-80\mu C$ . A análise do  $Pb(II)$  foi realizada por "stripping", também em meio básico, usando a voltametria de onda quadrada e os seguintes parâmetros:  $E_{deposição}$ :  $-1,1$  V,  $E_{final}$ :  $0,1$  V,  $t_{deposição}$ :  $350$  s,  $t_{equilíbrio}$ :  $15$  s, frequência:  $30$  Hz, step:  $10$  mV, amplitude:  $25$  mV. Os experimentos eletroquímicos foram realizados em um bipotenciostato da Autolab PGSTAT 30 e com célula eletroquímica convencional de 3 eletrodos: ouro como trabalho, fio de Pt como contra-eletródo e Ag/AgCl como referência, todos imersos em solução de NaOH  $0,1$  mol  $L^{-1}$ .

Um experimento com a microbalança eletroquímica de cristal de quartzo (MECQ) foi realizado utilizando um cristal de quartzo piezoelétrico ( $6$  MHz de corte AT) como eletrodo de trabalho, fio de Pt como contra-eletródo e Ag/AgCl como referência. Os experimentos foram realizados em um potenciostato modelo PG 3901 da Omnimeta. As mudanças de frequência ao longo do experimento foram medidas com um freqüencímetro da Stanford Research Systems, modelo SR 620, conectado a um microcomputador para aquisição de dados. A variação da frequência de ressonância foi transformada variação de massa pela equação de Sauerbrey ( $\Delta f = -K \Delta m$ ), utilizando-se o

valor de  $6,5 \times 10^7$  g  $cm^{-2}$   $Hz^{-1}$  para a sensibilidade integral teórica, K. Cálculos de variação de massa (dm)/carga (Q) confirmaram que o pico 1 ( $-0,5$  V) da Figura 1 é referente à oxidação do chumbo em processo anódico envolvendo dois elétrons. Em contrapartida, os resultados obtidos com a MECQ não conduziram a conclusões definitivas sobre a natureza dos picos 2 e 3 (Figura 1).

**Figura 1.** Voltamogramas de redissolução consecutivos obtidos em eletrodo de ouro em solução de NaOH  $0,1$  mol  $L^{-1}$  na ausência (A) e na presença (B, C e D) de  $Pb^{2+}$   $1$  mmol  $L^{-1}$ . Parâmetros:  $E_{deposição}$ :  $-1,1$  V,  $E_{final}$ :  $0,1$  V,  $t_{deposição}$ :  $350$  s,  $t_{equilíbrio}$ :  $15$  s, frequência:  $30$  Hz, step:  $10$  mV, amplitude:  $25$  mV.



O experimento da Figura 1 foi realizado em meio de NaOH  $0,1$  mol  $L^{-1}$ , em triplicata, sem etapa de limpeza do eletrodo. Pode-se observar que o pico 1 (referente ao chumbo) apresentou uma boa repetibilidade, com desvio padrão relativo de 2%.

## Conclusões

Os resultados mostraram que é possível utilizar o filme de bismuto depositado em eletrodo de ouro em meio de NaOH  $0,1$  mol  $L^{-1}$  para a análise de  $Pb(II)$  com fins analíticos. O experimento realizado com a MECQ indicou que o processo de redissolução do  $Pb^0$  ocorre em  $-0,5$  V. Nas condições experimentais propostas neste trabalho, o sinal referente ao chumbo foi repetitivo, diferentemente do que ocorre em superfície de ouro com filme de bismuto depositado em meio ácido e na superfície de ouro limpa.

## Agradecimentos

FAPESP, CNPq.

[1] Tochetto, D. *Balística Forense: aspectos técnicos e jurídicos*, Millenium, 4 ed. Campinas, SP (2005)

[2] Wang, J. *Electroanalysis* 17 (2005) 1341

[3] Casella, I. G. et al, *J. Electroanal. Chem.* 561 (2004) 103