

Desenvolvimento de método analítico para determinação de nitrato em solo utilizando eletrodo modificado com nanopartículas de cobre

William Reis de Araújo¹ (IC)*, Thiago R. L. C. Paixão² (PQ) *william_reis_araujo@hotmail.com

¹ Centro de Ciências Naturais e Humanas, Universidade Federal do ABC, Santo André, São Paulo

² Departamento de Química Fundamental, Universidade de São Paulo/Instituto de Química, São Paulo

Palavras Chave: nitrato, amostras ambientais, eletrocatalise.

Introdução

Fertilizantes com altos teores de nitrato são utilizados para satisfazer os requisitos agrícolas e elevar a produtividade, o que resulta em vários problemas ambientais como acidez do solo, eutrofização das águas e em alguns casos, a redução da biodiversidade. Dessa forma, o presente trabalho versa sobre o desenvolvimento de método analítico mais sensível para a quantificação de nitrato em solos.

Resultados e Discussão

Métodos para quantificação de nitrato utilizando eletrodo de cobre são reportados na literatura¹. Um deles utiliza-se do próprio cobre do material eletrodico² para deposição do “cobre fresco” (dissolução e redeposição eletroquímica), que catalisa a redução do nitrato em potenciais menos negativos. A partir desse procedimento foi possível obter um limite de detecção de $7,2 \mu\text{mol L}^{-1}$ para nitrato. Uma vez que o aumento da área superficial é reportado como um parâmetro interessante para a melhora do sinal analítico, utilizou-se um procedimento para a modificação da superfície eletrodica com nanopartículas de cobre³. O procedimento utilizado constituiu na deposição galvanostática (50 mA por 30 segundos) do cobre em meio ácido e sob agitação magnética constante. A partir das microscopias, Figura 1, é possível notar a mudança em relação o processo de deposição reportado na literatura², indicando assim a formação de nanoestruturas.

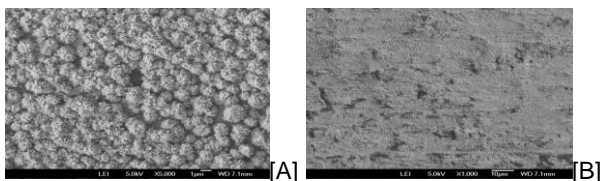


Figura 1 – Microscopias eletrônicas de varredura das superfícies modificadas pela deposição galvanostática sob agitação [A], modificação por dissolução-redeposição [B] literatura².

A partir da utilização de superfícies modificadas com nanopartículas de cobre construiu-se uma curva de calibração usando os mesmos parâmetros reportados por Paixão et al.² e a técnica de voltametria de pulso diferencial. A partir desse estudo, obteve-se a seguinte regressão linear: $-I_p (\mu\text{A}) = 1,23 + 6,40 (C_{\text{nitrato}} (\mu\text{mol L}^{-1}))$, $R^2 = 0,995$

(Figura 2) e $LD = 0,25 \mu\text{mol L}^{-1}$, demonstrando assim a melhora significativa das figuras de mérito reportadas ao se utilizar o procedimento de dissolução e redeposição².

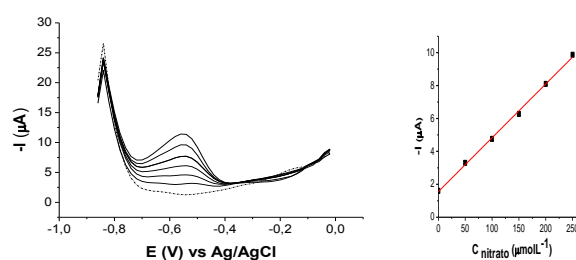


Figura 2- Voltamogramas de pulso diferencial obtidos utilizando eletrodo de cobre modificado com nanopartículas de cobre, em solução contendo: eletrólito de suporte (- -) (Na_2SO_4 $0,1 \text{ mol L}^{-1}$) + 5 ml da amostra de solo e adições sucessivas de $50 \mu\text{L}$ de solução de referência de nitrato 10 mmol L^{-1} (-). Velocidade de varredura: $0,1 \text{ V s}^{-1}$ e amplitude $0,05 \text{ V}$. Ao lado é mostrada a curva analítica obtida.

Nessas condições reportadas na Figura 2, realizou-se a quantificação de nitrato em amostras de solo provenientes de plantações de cana. Previamente à análise, a amostra foi peneirada (tamanho de partícula $< 500 \mu\text{m}$) e o nitrato foi extraído em água. Os teores de nitrato das amostras estudadas foram concordantes (95 % segundo o teste t de Student) com os obtidos utilizando método oficial (cromatografia de íons⁴)

Conclusões

A redução do nitrato em cátodos de cobre demonstrou ser facilitada após ativação da superfície do cobre e a área superficial do eletrodo demonstrou ser de fundamental importância para o processo de redução do nitrato sobre a superfície do eletrodo. Adicionalmente, o processo de deposição do cobre nanoestruturado possibilitou a quantificação do nitrato em baixas concentrações.

Agradecimentos

UFABC, CNPQ, FAPESP e CAPES

¹ Moorcroft, M. J.; Davis, J.; Compton, R. G. *Talanta* **2001**, *54*, 785.

² Paixão, T. R. L. C., Cardoso, J. L., Bertotti, M., *Talanta* **2007**, *71*, 186.

³ Heon-Cheol, S, Dong J., Liu, M., *Chem. Mater.* **2004**, *16*, 5460.

⁴ Dick, W. A., Tabatabai, M. A., *Soil Sci. Soc. Am. J.* **1979**, *43*, 899.