

Estudo Analítico para Determinação de Cálcio por Voltametria Adsorbtiva de Redissolução Anódica no modo Onda Quadrada.

Joseany M. S. Almeida¹(PG)*, Rafael M. Dornellas(PG)², Sakae Yotsumoto Neto¹(PG),
Ricardo Q. Aucélio(PQ)², Edmar P. Marques¹(PQ), Aldaléa L. B. Marques¹(PQ).

*joseanyqm@hotmail.com

¹ Laboratório de Pesquisa em Química Analítica, Universidade Federal do Maranhão (UFMA), São Luís, MA, Brasil

² Laboratório de Espectroanalítica e Eletroanalítica Aplicada, Departamento de Química, Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, Brasil

Palavras Chave: Cálcio, EDTA, Stripping Adsorbtivo.

Introdução

A determinação de cálcio utilizando o EDTA (ácido etilenodiaminotetraacético) como agente complexante apresenta notável importância em determinações analíticas. Sua forma iônica, representada por Y^{4-} é bastante estável e forma complexos com diversos metais¹. O EDTA em meio de tampão amônio pH=9,4 e na presença de Ca^{2+} forma um complexo estável analiticamente. Visto que na literatura encontram-se poucos estudos sobre métodos eletroanalíticos para a determinação de Ca^{2+} e o seu monitoramento é importante, pois este metal está presente em diversas matrizes, este trabalho tem como objetivo desenvolver um método eletroquímico alternativo para a determinação de cálcio através da técnica voltametria adsorbtiva de redissolução anódica (SWAdSV) no modo onda quadrada usando-se o eletrodo de carbono vítreo e o EDTA como agente complexante.

Resultados e Discussão

A determinação de Ca^{2+} empregando a técnica SWAdSV foi realizada usando-se 10,0 mL de tampão amônio ($0,02 \text{ mol L}^{-1}$) pH= 9,4 após a desaeração por 10 minutos. Em seguida adicionou-se à célula uma alíquota de 400 μL da solução estoque de EDTA $1 \times 10^{-1} \text{ mol L}^{-1}$ e realizou-se a varredura nas condições voltamétricas otimizadas, até a obtenção de um sinal analítico estabilizado do ligante. Realizou-se adições sucessivas de alíquotas da solução estoque de cálcio $1 \times 10^{-5} \text{ mol L}^{-1}$ para que o íon Ca^{2+} pudesse ser pré-concentrado. Em seguida, foi realizada a etapa de varredura sob as seguintes condições voltamétricas: $E_{\text{dep}} = -800 \text{ mV}$; $t_{\text{pré}} = 90 \text{ s}$; Freq.= 15 Hz; $\nu = 25 \text{ mV s}^{-1}$; Amp=25 mV. A varredura foi feita no sentido anódico, para a obtenção dos voltamogramas. O complexo formado $Ca(II)$ -EDTA apresentou um pico de corrente em aproximadamente 200 mV.

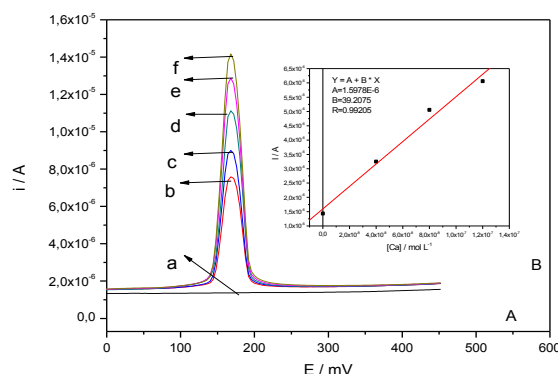


Figura 1: (A) Resposta voltamétrica para Ca^{2+} , utilizando SWV em água mineral sobre o eletrodo de carbono vítreo. Condições experimentais: 8,0 mL tampão amônio $0,02 \text{ mol L}^{-1}$ + 200 μL de H_2O . (a) Tampão; (b) EDTA ($1 \times 10^{-3} \text{ mol L}^{-1}$); (c) amostra; (d) 4×10^{-8} ; (e) 8×10^{-8} ; (f) $1,2 \times 10^{-7} \text{ (mol L}^{-1})$. $E_{\text{dep}} = -800 \text{ mV}$; $t_{\text{pré}} = 90 \text{ s}$; Freq.= 15 Hz; $\nu = 25 \text{ mV s}^{-1}$; Amp=25 Mv. (B) Curva analítica referente ao metal $[Ca^{2+}] = 4,08 \times 10^{-8}$. Dados retirados da Figura 1 (B).

Tabela 1: Dados das concentrações de Ca (II) em amostra de água mineral.

Amostra	[Ca (II)], mol L^{-1}
1	$4,08 \times 10^{-8}$
2	$4,14 \times 10^{-8}$
3	$3,97 \times 10^{-8}$
Valor médio	$4,06 \times 10^{-8}$
SD	$8,63 \times 10^{-10}$
SD (%)	2,13
μ (95%)	$4,06 \times 10^{-8} \pm 4,98 \times 10^{-10}$
Recuperação (% média)	98,07

Conclusões

Os resultados mostram viabilidade eletroanalítica para a determinação de Ca^{2+} em meio aquoso, com a técnica SWAdSV. O procedimento é sensível e simples, apresentando boa precisão e exatidão (Tabela 1), indicando ser potencialmente aplicável a outras matrizes.

Agradecimentos

CAPES, CNPQ, PROCAD, FINEP, CASADINHO

¹HARRIS, Daniel C. *Análise química quantitativa*. 5. ed. Rio de Janeiro: LTC – Livros Técnicos e Científicos, 2001.