

## Redes de microeletrodos de ouro para determinação de cobre em efluentes líquidos galvânicos

Luis A. A. Barbosa (IC), Jairo J. Pedrotti (PQ)\*<sup>1</sup> (jpedrotti@mackenzie.br)

Centro de Ciências e Humanidades, Universidade Presbiteriana Mackenzie, Rua da Consolação, 896, São Paulo, SP – CEP 01302-907.

Palavras Chave: FIA, redes de microeletrodos, detecção amperométrica pulsada, cobre, efluentes líquidos.

### Introdução

O acoplamento de sistemas de análise por injeção em fluxo (FIA) com detectores eletroanalíticos oferece várias características atrativas que incluem boa seletividade, elevada sensibilidade, resposta rápida e precisa mesmo em baixas concentrações, baixo consumo de reagentes, alta frequência analítica, versatilidade da instrumentação, facilidade de miniaturização, portabilidade e baixo custo. Neste trabalho, descreve-se o desenvolvimento e aplicação de um sistema de análise em fluxo que emprega um arranjo de 14 microeletrodos de ouro para determinação amperométrica de cobre em amostras de efluentes líquidos da indústria de galvanoplastia.

### Resultados e Discussão

Microeletrodos de ouro foram obtidos a partir de circuitos integrados com encapsulamento SMD (Surface Mounted Devices). As dimensões reduzidas dos CI possibilitam a construção de arranjos de 14 microeletrodos em área inferior a 4,0 mm<sup>2</sup>. A construção das redes de microeletrodos de ouro foi realizada seguindo procedimento descrito anteriormente<sup>1</sup>. A micro-célula eletroquímica do tipo “wall-jet” consiste de dois blocos de acrílicos contendo entre eles um orifício que aloja um volume de 2,0 mL de eletrólito. No bloco de acrílico superior, o eletrodo de referência de Ag/AgCl foi fixado ao lado da rede de microeletrodos de ouro (n=14). Um orifício lateral no bloco de acrílico superior foi usado para fixação de um tubo de aço inoxidável que atua como eletrodo auxiliar e permite a saída da solução em fluxo. O fluxo de solução atinge a rede de microsensores por um orifício (d.i.= 0,5 mm) feito no bloco de acrílico inferior. Os resultados voltamétricos preliminares com microeletrodos de ouro foram realizados em meio de ácido sulfúrico H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0,10 mol L<sup>-1</sup> a fim de avaliar o desempenho operacional e a limpeza da superfície dos microsensores. Para a detecção eletroquímica de Cu<sup>2+</sup> nas amostras de efluentes empregou-se a amperometria de pulso reverso. Nesta modalidade de detecção amperométrica, o

potencial inicial foi mantido em 0,0 V vs. Ag/AgCl e o potencial de pulso em +0,50V. Estes dois valores de potenciais foram selecionados experimentalmente para assegurar a redução do Cu<sup>2+</sup> durante 1200 ms de aplicação do pulso inicial e a reoxidação do metal durante 40 ms de aplicação do potencial positivo. Uma solução de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 25 mmol L<sup>-1</sup> foi usada como eletrólito de suporte e fluido transportador. Sob vazão de 0,5 mL min<sup>-1</sup> e injeção de amostra de 50 µL, o sistema analítico permite efetuar até 60 determinações/hora. O limite de detecção foi estimado em 62,5 µg L<sup>-1</sup> (3σ). Com tempo de pré-concentração do metal de 1,2 s, o sistema analítico mostra faixa linear de resposta de 0,10 a 5,0 mg L<sup>-1</sup>, adequada para determinações de cobre em efluentes líquidos. A legislação permite uma concentração máxima do metal de 1,0 mg L<sup>-1</sup> em efluentes tratados. Quatro amostras de efluentes foram analisadas pelo procedimento proposto. As concentrações de cobre determinadas variaram entre 0,33 e 1,34 mg L<sup>-1</sup>. Os resultados das determinações amperométricas foram comparados com determinações feitas por absorção atômica e espectrofotometria de absorção molecular. Melhor precisão e exatidão foram alcançadas com o procedimento analítico proposto e a absorção atômica.

### Conclusões

Arranjos de microeletrodos de ouro, obtidos de CIs com encapsulamento SMD são uma alternativa de baixo custo para obter microsensores para aplicações em análises de amostras ambientais combinados com análise em fluxo e detecção eletroquímica. Na comparação com as técnicas espectroscópicas, o procedimento analítico proposto para determinação de cobre é mais simples, rápido e consome menor volume de amostra.

### Agradecimentos

MACKPESQUISA

<sup>1</sup> Pacheco, B.D., Valério, J., Angnes, L., Pedrotti, J.J., *Anal. Chim Acta*, 2011, 696, 53.