

DESPOLARIZADOR ELETRÔNICO DE ELETRODOS

Rosamaria Wu Chia Li, Decio Arrais Campiotti, Vera Lúcia Pardini e Jonas Gruber*
 Instituto de Química - Universidade de São Paulo - CP 26077 - 05599-970 - S. Paulo - SP

Recebido em 5/10/98; aceito em 10/3/99

ELECTRONIC DEPOLARIZER FOR ELECTRODES. This paper presents the design of a simple apparatus that periodically switches off both working and auxiliary electrodes short-circuiting them for a couple of seconds. Depolarization takes place and the initial current is re-established.

Keywords: depolarizer; electrosynthesis; automation.

INTRODUÇÃO

Em diversas reações eletroquímicas, os produtos obtidos podem depositar-se na forma de filmes sobre a superfície do eletrodo de trabalho e/ou auxiliar, provocando uma prematura queda da corrente elétrica em processos potenciostáticos ou um aumento exagerado da tensão em processos galvanostáticos.

A remoção dessa camada é fundamental para manter exposta e funcional a superfície dos eletrodos. A limpeza dos mesmos pode ser feita por aquecimento em chama, lavagem com ácido ou remoção mecânica por atrito. Entretanto, todas as alternativas acima implicam na interrupção da reação e remontagem do sistema.

Constatamos em nossos experimentos que, durante as eletrólises, quando comutamos manualmente o potenciostato/galvanostato (PAR 173) entre o canal ligado à cela (canal A) e o outro não utilizado (canal B), por apenas alguns segundos a cada intervalo de aproximadamente cinco minutos, a corrente ou tensão voltam aos seus valores originais. Verificamos também que nessa operação, além de desconectar os eletrodos, o aparelho promove um curto-circuito entre os eletrodos de trabalho e auxiliar, despolarizando-os.

Esse procedimento obriga o operador a permanecer, às vezes durante várias horas, junto ao equipamento. Assim, decidimos construir um aparelho que efetuasse as comutações acima descritas de modo automático.

DESCRIÇÃO DO CIRCUITO ELETRÔNICO

O diagrama eletrônico encontra-se esquematizado na Figura 1. Empregamos o circuito integrado LM 555¹ (CI1) em configuração de multivibrador astável no qual a carga e a descarga do capacitor de temporização C2 são feitas a partir da saída (pino 3). Os diodos D3 e D4 permitem obter ciclos de trabalho diferentes, isto é, o ciclo inativo (carga) é controlado por R1 e R2 enquanto que o ciclo ativo (descarga) por R2. Os períodos para cada caso podem ser calculados pelas seguintes expressões:

$$T_{\text{carga}} = 0,7 \times (R1 + R2) \times C2$$

$$T_{\text{descarga}} = 0,7 \times R2 \times C2$$

Com os valores selecionados para R1, R2 e C2 obtivemos um ciclo ativo de aproximadamente cinco segundos e inativo de cinco minutos. Naturalmente, estes valores podem ser alterados

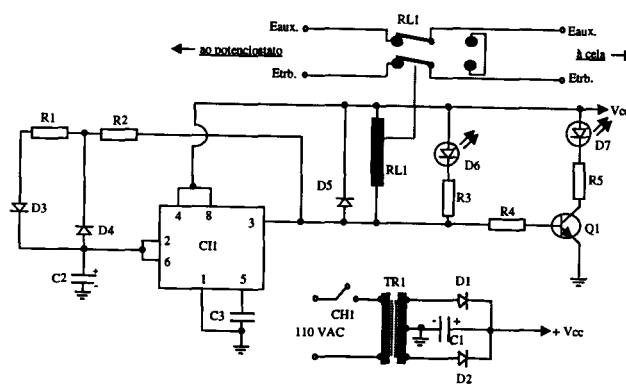


Figura 1. Diagrama eletrônico do despolarizador.

pela escolha de valores diferentes para R1 e/ou R2.

A saída de CI1 alimenta diretamente o relé RL1 que mantém a conexão dos eletrodos de trabalho e auxiliar ao potenciostato/galvanostato durante o ciclo inativo e curto-circuita a cela durante o ciclo ativo. Essa configuração é interessante pois permite manter o aparelho permanentemente conectado entre o potenciostato/galvanostato e a cela eletrolítica, mesmo quando sua utilização não é desejada. A economia de energia elétrica também é menor nesse caso.

Os diodos emissores de luz (LEDs) D6 (vermelho) e D7 (verde) indicam ao usuário os ciclos de trabalho.

Finalmente, a fonte de alimentação do circuito é constituída pelo transformador TR1, diodos retificadores D1 e D2 e capacitor de filtro C1.

MONTAGEM

Os componentes foram montados sobre uma placa de circuito impresso padrão e alojados numa caixa plástica com dimensões 12 x 8 x 5 cm³. As ligações entre a cela, o aparelho e o potenciostato/galvanostato foram feitas com conectores macho/fêmea do tipo "banana".

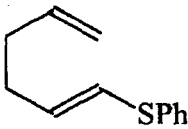
Cabe ressaltar que todos os componentes utilizados são facilmente encontrados nas casas de material eletrônico, tendo custo total inferior a R\$ 30,00.

EXEMPLO DE APLICAÇÃO

A Tabela 1 mostra uma comparação entre os tempos requeridos para a oxidação anódica de 500 mg de 1-feniltio-1,5-hexadieno (I) efetuada potenciostaticamente em dois solventes

e-mail: jogruber@iq.usp.br

Tabela 1. Duração da eletrólise de (I) sem e com o uso do despolarizador.

Substrato	Duração da Eletrólise ^a (h)			
 I	Mistura de Solventes			
	MeCN-H ₂ O ^b		CH ₂ Cl ₂ -MeOH ^c	
	Sem Despol.	Com Despol.	Sem Despol.	Com Despol.
	6,5	3, 5	3,5	2,0

^aAnodo e catodo de Pt, eletrodo de referência Ag/AgI, cela dividida.

^bEletrólito suporte NaClO₄ 0,1 M. Corrente inicial = 55 mA; após 10 min. = 18 mA; após 1ª atuação do despol. = 75 mA.

^cEletrólito suporte LiClO₄ 0,4 M. Corrente inicial = 95 mA; após 10 min. = 28 mA; após 1ª atuação do despol. = 150 mA.

diferentes. As eletrólises foram conduzidas até a corrente atingir o valor de fundo (aprox. 2 mA) ou integralizar a carga desejada.

LISTA DE COMPONENTES

Resistores (Ω , 1/3 W, 5%): R1 = 1M8; R2 = 33k; R3 e R5 = 1k; R4 = 22k.

Capacitores: C1 = 2200 μ F/16V (eletrolítico); C2 = 220 μ F/16V (tântalo); C3 = 0,01 μ F/160V (poliéster).

Semicondutores: D1, D2, e D5 = 1N4001; D3 e D4 = 1N914; D6 = LED vermelho (5 mm); D7 = LED verde (5 mm); C11 = LM555; Q1 = BC337.

Diversos: CH1 = chave 1 x 2; TR1 = transformador 110VAC/9 + 9VAC, 250 mA; RL1 = relé 12VDC, 2 contatos reversíveis, Schrack, Hasco ou equivalente.

CONSIDERAÇÕES FINAIS

Apesar de muito simples, o aparelho acima descrito tem se

mostrado útil em síntese eletroquímica de compostos orgânicos quando existe a necessidade de remoção de filmes depositados nos eletrodos. Apesar de nem todas as reações eletroquímicas responderem favoravelmente a esse processo de limpeza dos eletrodos, em muitas o tempo de reação pode ser significativamente reduzido, especialmente em processos potencioestáticos, e a presença constante do operador pode ser dispensada.

AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem à FAPESP (R.W.C.L.), à CAPES (D.A.C.) e ao CNPq (J.G.) pelas bolsas fornecidas e à Simone Zaccarias pela revisão do manuscrito.

REFERÊNCIA

1. National Linear Databook; National Semiconductor Corporation, 1980.