

DETERMINAÇÃO de Ag(I) POR VOLTAMETRIA DE REDISSOLUÇÃO CATÓDICA COM HMDE MODIFICADO

REGINA CELI SARKIS MÜLLER (Departamento de Química /Universidade Federal do Pará) e GILBERTO ORIVALDO CHIERICE (Instituto de Física e Química de São Carlos/USP)

ABSTRACT

A hanging mercury drop electrode, modified with phenildithiocarbamate was evaluated for silver determination in borate buffer at pH 8.0. Well-defined stripping voltammograms are obtained at the nanomolar concentration level using short (15 a 30 s) deposition periods.

INTRODUÇÃO

MARQUES¹ investigou as características voltamétricas adsorptivas de um grupo de ditiocarbamatos no eletrodo de mercúrio, concluindo que o fenilditiocarbamato de amônio (#DTC) foi o que apresentou um pico bem resolvido e maior sensibilidade.

A finalidade desse trabalho é mostrar a possibilidade de se determinar prata no eletrodo de mercúrio, modificando sua superfície pela adsorção espontânea ou não do #DTC.

O método desenvolvido se baseia na diminuição da corrente de redução correspondente ao fenilditiocarbamato de amônio em -0,70 V, versus Ag-AgCl, pela adição crescente de prata (I).

PARTE EXPERIMENTAL

Todos os experimentos foram executados em um polarógrafo PAR 174 e um eletrodo de mercúrio estático PAR 303 como eletrodo de trabalho.

Para determinação de prata um volume conhecido de borato/amônia 0,02 M, pH=8,0, foi pipetado dentro da célula, e o volume completado para 5ml. Após a desaeração da solução com nitrogênio por 30 min, adicionou-se $2,0 \times 10^{-6}$ M de #DTC. Um potencial de -0,1V foi aplicado ao eletrodo de trabalho por 15 ou 30 s em solução agitada. Após 15 s de repouso, medidas sucessivas foram feitas no sentido catódico adicionando-se quantidades crescentes de prata (I).

RESULTADOS E DISCUSSÃO

A Tabela (1) abaixo resume as condições ótimas e os resultados obtidos para determinação do #DTC no HMDE.

TABELA 1

Parâmetros	Especificação, valor
Solvente	Água
Eletrólito Suporte	Borato/amônia
Fôrça iônica	0,02M
pH ótimo	8,0
Potencial de pré-concentração	0,0 ou -0,1V
Tempo de pré-concentração	15 ou 30 s
Tempo de repouso	15s
Velocidade de varredura	200 mV/s
Modo de varredura	linear
Direção	catódica
Tamanho da gota de mercúrio	grande
Efeito do transporte de massa	agitação lenta
Temperatura	ambiente

A curva de calibração do #DTC no HMDE obedece a lei de Beer em uma região de concentração 2,0 a 10×10^{-6} M. Escolheu-se o menor ponto da curva de calibração do #DTC $2,0 \times 10^{-6}$ M, a esta concentração foi se adicionando quantidades crescentes de prata.

Através da Fig (1) observa-se uma diminuição da intensidade da corrente de pico relativa ao ligante, pela adição crescente de prata, possibilitando a determinação indireta desse metal na faixa de 0,0 a $8,0 \times 10^{-9}$ M.

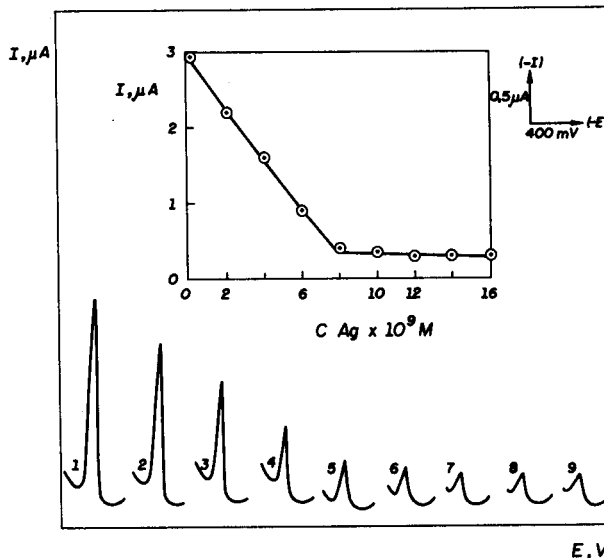


FIGURA 1 -Influência da adição de Ag sobre a corrente de pico do #DTC. $[\text{NH}_4^+/\text{BO}_3^-]=0,02\text{M}$; $E_{\text{pré}}=-0,1$; $t_{\text{pré}}=15\text{s}$; $V=200\text{mV}$; $S=0,05\text{mA}$; gota grande; (1) a (9) $[\text{\#DTC}]=2,0 \times 10^{-6}\text{M}$; (2) a (9) $[\text{Ag}]=(2, 4, 6, 8, 10, 12, 14, 16 \times 10^{-9}\text{M})$.

CONCLUSÃO

O método proposto é simples, rápido e sensível para determinação de prata na ordem de nanomolar.

REFERÊNCIA

1-MARQUES, A. L. B. Tese de Doutorado, USP-SP, julho de 1991