

CONSTRUÇÃO E DESEMPENHO DE UM MICROELETRODO ROTATÓRIO DE PLATINA

Valdir Roberto Balbo; Sônia Maria Alves Jorge; Orliney Maciel Guimarães; Nelson Ramos Stradiotto e José Fernando de Andrade.

Faculdade de Filosofia, Ciências e Letras de Ribeirão Preto.

Departamento de Química - USP

Av. Bandeirantes, 3900 - 14049 - Ribeirão Preto - SP

ABSTRACT

CONSTRUCTION AND PERFORMANCE OF A ROTATING PLATINUM MICROELECTRODE

The construction of a rotating platinum microelectrode is described and its performance was evaluate using  $Cu(NO_3)_2$  in 0.1M KCl, by means of studies of the concentration of the substract and speed rotation.

INTRODUÇÃO

Estudos de sistemas que envolvem agentes oxidantes que reagem com mercúrio, usualmente utilizam titulações amperométricas com microeletrodos rotatórios de platina<sup>1-3</sup>. A utilização deste microeletrodo além de eliminar a corrente de carga observada com um eletrodo gotejador, possibilitando o emprego de microamperímetros convencionais, promove maiores correntes e como consequência permite que concentrações correspondentemente menores possam ser medidas sem perda da exatidão. Em geral, microeletrodos rotatórios comerciais são de alto custo e sua alternativa de construção envolve o controle de inúmeros fatores tais como, resistência mecânica do eletrodo, conexão elétrica entre o eletrodo e o sistema rotatório e o controle da própria velocidade de rotação. Assim, o objetivo deste trabalho é desenvolver um microeletrodo rotatório de platina de baixo custo e fácil construção bem como avaliar seu desempenho.

CONSTRUÇÃO DO MICROELETRODO ROTATÓRIO

A figura 1 mostra o microeletrodo que consiste de um fio de platina de 3 mm de comprimento por 0,9 mm de diâmetro, que foi embutido a 6 mm da extremidade de um corpo de teflon de 10 mm de diâmetro por 84 mm de comprimento, o qual está conectado, através de um fio condutor, a um cilindro de co-

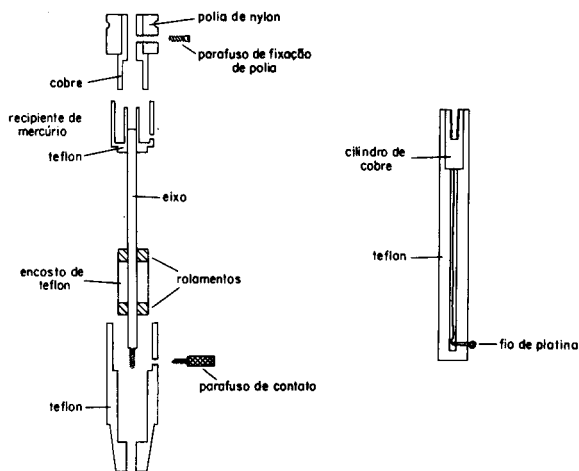


Figura 1 - Diagrama do Microeletrodo Rotatório.

bre com rosca, que foi embutido na extremidade superior do corpo de teflon.

O corpo rotatório consiste de um eixo de 84 mm de comprimento por 3 mm de diâmetro, com rosca na extremidade inferior, no qual foi embutido dois rolamentos (diâmetro externo igual a 10 mm, diâmetro interno igual a 3 mm e largura igual a 4 mm) sendo que o inferior dista 20 mm da extremidade do eixo, separado do superior por um cilindro oco de teflon de 14 mm. Sobre os rolamentos foi encaixado uma peça de teflon (recipiente de mercúrio) que consiste de dois cilindros concêntricos de diâmetro externo de 13 e 5,3 mm, ambos com 1 mm de espessura unidos pela base. Este conjunto composto de eixo, rolamentos e recipiente de mercúrio foi embutido em um corpo de teflon, fixado por um parafuso. Sobre o recipiente de mercúrio foi colocado um cilindro oco de cobre embutido em uma polia de nylon, fixado por um parafuso ao eixo do microeletrodo.

Este microeletrodo é movido através de uma correia ligada a um motor de toca fitas de 12V de fácil aquisição no comércio. As rotações foram controladas através de uma fonte de tensão regulável. As aferições das rotações foram feitas através de um tacômetro, também de fácil construção.

DESEMPENHO DO MICROELETRODO

O desempenho do microeletrodo foi avaliado através de determinação voltamétrica, empregando-se como substrato  $Cu(NO_3)_2$  em 0,1 M de KCl, variando-se a velocidade de rotação do microeletrodo ( $\omega$ ) em um intervalo de 400 a 1700 r.p.m. e a concentração do substrato de  $1,0 \times 10^{-6}$  a  $1,0 \times 10^{-3}$  M. As medidas foram feitas utilizando-se uma célula comercial da Metrohm e um aparelho Electroscan TM 30 da Beckman.

O íon  $Cu(II)$ , quando em presença de eletrólitos suporte capazes de estabilizarem o  $Cu(I)$ , apresenta duas ondas polarográficas correspondentes à redução do  $Cu(II)$  a  $Cu(I)$  e do  $Cu(I)$  ao amálgama<sup>4</sup>.

A análise da dependência da corrente limite com a raiz quadrada da velocidade de rotação do microeletrodo foi feita para a primeira onda de redução de uma solução  $7,0 \times 10^{-5}$  M de  $Cu(NO_3)_2$  em 0,1 M de KCl. O resultado é mostrado na figura 2. Como pode ser observado, esta curva mantém sua linearidade na faixa de 20 a 35 (r.p.m.)<sup>1/2</sup>, indicando que o intervalo útil de velocidade de rotação para este microeletrodo é de 400 a 1200 r.p.m.

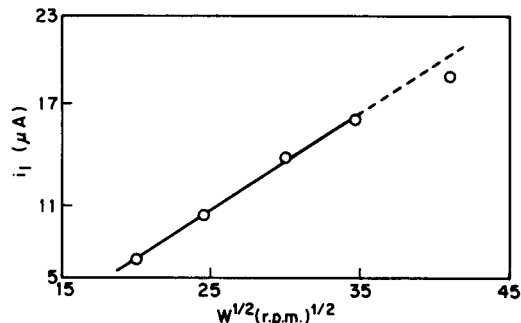


Figura 2 - Dependência da corrente limite com a raiz quadrada da velocidade de rotação do microeletrodo para a primeira onda de redução de uma solução  $7,0 \times 10^{-5}$  M de  $Cu(NO_3)_2$  em 0,1 M de KCl.

ridade na faixa de 20 a 35 (r.p.m.)<sup>1/2</sup>, indicando que o intervalo útil de velocidade de rotação para este microeletrodo é de 400 a 1200 r.p.m.

A sensibilidade deste microeletrodo foi testada através do estudo da variação da corrente limite para a primeira onda, com a concentração do substrato, como mostra a figura 3, sendo a velocidade de rotação mantida em 800 r.p.m. A análise desta figura mostra que a curva mantém sua linearidade em todo o intervalo de concentração estudado, indicando que o microeletrodo apresenta um limite de detecção de concentração da ordem de  $10^{-6}$  M.

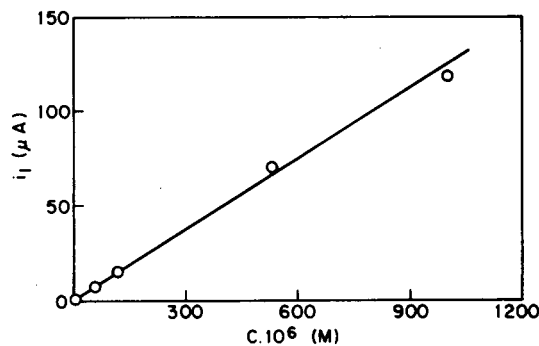


Figura 3 - Variação da corrente limite com a concentração do  $Cu(II)$  para sua primeira onda de redução.  $\omega = 800$  r.p.m.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- Kolthoff, I.M. e Lingane, J.J., "Polarography", Interscience, (1941), p. 429-444.
- Skoog, D.A. e West, D.M., "Principles of Instrumental Analysis", Holt, Rinehart and Winston, Inc., (1971), p.581.
- Willard, H.H., Merrit - Jr., L.L. e Dean, J.A. "Metodos Instrumentales de Analisis", Companhia Editorial Continental, S.A. México (1971), p.872.
- Senise, P. e Neves, E.F.A., Anal.Chim.Acta (1969), 48, 117.