

CONSTRUÇÃO DE UM POTENCIOSTATO/GALVANOSTATO DE BAIXO CUSTO PARA ELETROSSÍNTESE

Jonas Gruber, Vera L. Pardini e Hans Viertler
 Instituto de Química - USP, Caixa Postal 20780, 01498 - São Paulo - SP

Recebido em 19/9/91; cópia revisada em 12/12/91

The construction of a low cost, high power potentiostat/ galvanostat for electrosynthesis is described, capable to provide up to ± 100 VDC and 1 Amp. An analog to digital converter and a 3 1/2 digit liquid cristal display allows the measurement of the selected voltage or current, as well as the voltage applied to the working or auxiliary electrodes, and the current flowing through the cell.

Keywords: low cost potentiostat/galvanostat, construction of potentiostat.

INTRODUÇÃO

Em estudos eletroquímicos, quer mecanísticos quer sintéticos, o controle preciso do potencial do eletrodo de trabalho é um fator fundamental para o sucesso dessas investigações. O desenvolvimento dos potenciostatos nas últimas décadas permitiu atingir grandes avanços na eletroquímica e, certamente, a eletrossíntese orgânica foi uma das áreas mais beneficiadas.

Apesar de Haber¹ ter demonstrado em 1898 a importância do potencial eletródico no controle do curso das reações eletroquímicas orgânicas, vários pesquisadores² empenharam-se em aplicar técnicas eletroquímicas em síntese orgânica sem o necessário controle do potencial do eletrodo por falta de equipamento, o que muitas vezes o levava a misturas complexas de difícil separação. A disponibilidade de potenciostatos/galvanostatos capazes de fornecer altas tensões e correntes renovou o interesse por essa área, ao nível de laboratório, resultando em várias aplicações industriais³.

Nossa necessidade em possuir alguns potenciostatos/galvanostatos devido ao uso intensivo em macro eletrólises nos levou à construção de um aparelho de baixo custo para tal finalidade.

Devido ao fato de que em sínteses orgânicas normalmente se emprega solventes não aquosos, era importante que este equipamento pudesse fornecer altas tensões (100V) ao eletrodo auxiliar, assim como correntes de até 1A. Cabe ressaltar que circuitos descritos na literatura^{4,5,6} não atendem a tensão acima citada.

Como a relação custo/benefício obtida foi excelente, achamos de interesse divulgar este equipamento que poderá ser útil para outros grupos atuantes nesta área. Assim sendo, o circuito eletrônico é apresentado de forma detalhada de modo a permitir sua reprodução por parte de qualquer pesquisador que tenha um apoio na parte eletrônica.

DESCRIÇÃO DO CIRCUITO

O circuito eletrônico é constituído por quatro partes: amplificador de instrumentação de potência, voltímetro/amperímetro digital (figura 1) e fonte de alimentação (figura 2).

O amplificador de instrumentação⁷ é formado pelos amplificadores operacionais CI1 a CI3. A diferença de potencial ou a corrente desejada para a eletrólise podem ser ajustados pelo potenciômetro P1 (10 voltas) e a polaridade (processo anódico ou catódico) pela chave CH1. Cabe ressaltar que o circuito integrado CI2, assim como os componentes R5, R6, D3, D4, C3 e C4 foram montados numa pequena placa de circuito impresso padrão e acomodados num pequeno gabinete de alumínio que deve ficar o mais próximo possível do eletrodo de referência. Este módulo consiste num casador de im-

pedâncias apresentando uma resistência de entrada de aproximadamente $2 \times 10^8 \Omega$. Caso haja necessidade de uma resistência de entrada mais elevada, o circuito integrado CI2 (LM 741) pode ser substituído por um LM 13741 ou equivalente⁸ que aumenta este valor para $5 \times 10^{11} \Omega$. Os cabos de interligação entre este módulo e o eletrodo de referência devem ser blindados e curtos. O último estágio (CI3) do amplificador de instrumentação soma os sinais fornecidos pelos dois amplificadores operacionais CI1 e CI2 e alimenta a entrada do amplificador de potência com a tensão necessária para garantir a diferença de potencial entre o eletrodo de trabalho e o de referência, pré selecionada através de P1.

O próximo circuito é um amplificador linear simétrico, formado pelos transistores Q1 a Q10⁹, capaz de fornecer em sua saída até ± 110 V e 1A. O ajuste de simetria deve ser efetuado nos trimpots P7 e P8 de forma a se ter uma partição equitativa da tensão de alimentação sobre os transistores de saída (Q7 a Q10). Estes transistores foram montados sobre dois dissipadores que foram fixados fora do gabinete do aparelho, na parte traseira, para garantir uma melhor ventilação. A distribuição destes quatro transistores nos dois dissipadores foi feita da seguinte forma: Q7 e Q8 num dissipador, Q9 e Q10 no outro. As chaves CH3 e CH4 permitem converter o potenciostato em galvanostato e desconectar o estágio de potência do eletrodo auxiliar, respectivamente.

O voltímetro/amperímetro digital contém um conversor A/D (CI4)¹⁰ e um conjunto de 3 1/2 dígitos de cristal líquido (DP1). A calibração deste conversor é feita via o trimpot P6 de modo que os dígitos indiquem corretamente uma tensão de referência aplicada na sua entrada. A chave CH2 comuta a entrada do instrumento permitindo a leitura da tensão ou corrente pré ajustada por P1, assim como as tensões nos eletrodos de trabalho (com relação ao de referência) e auxiliar. Ao mesmo tempo, a chave CH2 também energiza o ponto decimal mais adequado para cada tipo de leitura. Já a expansão da escala do instrumento, por um fator de 10, é feita pela chave CH3 sempre que o aparelho passar da função de potenciostato para a de galvanostato.

A última parte do circuito eletrônico é a fonte de alimentação, cujo esquema está apresentado na figura 2. Trata-se de 3 fontes independentes, sendo que a primeira alimenta o amplificador de potência com ± 110 VCC, a segunda alimenta o voltímetro/amperímetro com 8VCC estabilizados por CI5¹¹ e a terceira alimenta o amplificador de instrumentação com 15VCC estabilizados por CI6 e CI7¹¹. Se desejado, pode-se usar um único transformador com 3 enrolamentos secundários independentes, assim como, com dois enrolamentos primários para permitir o uso do aparelho tanto com 110CVA ou 220VCA. Existem ainda 5 leds: LD1 indica se o aparelho está ligado, LD2 e LD3 indicam se o processo eletrolítico selecio-

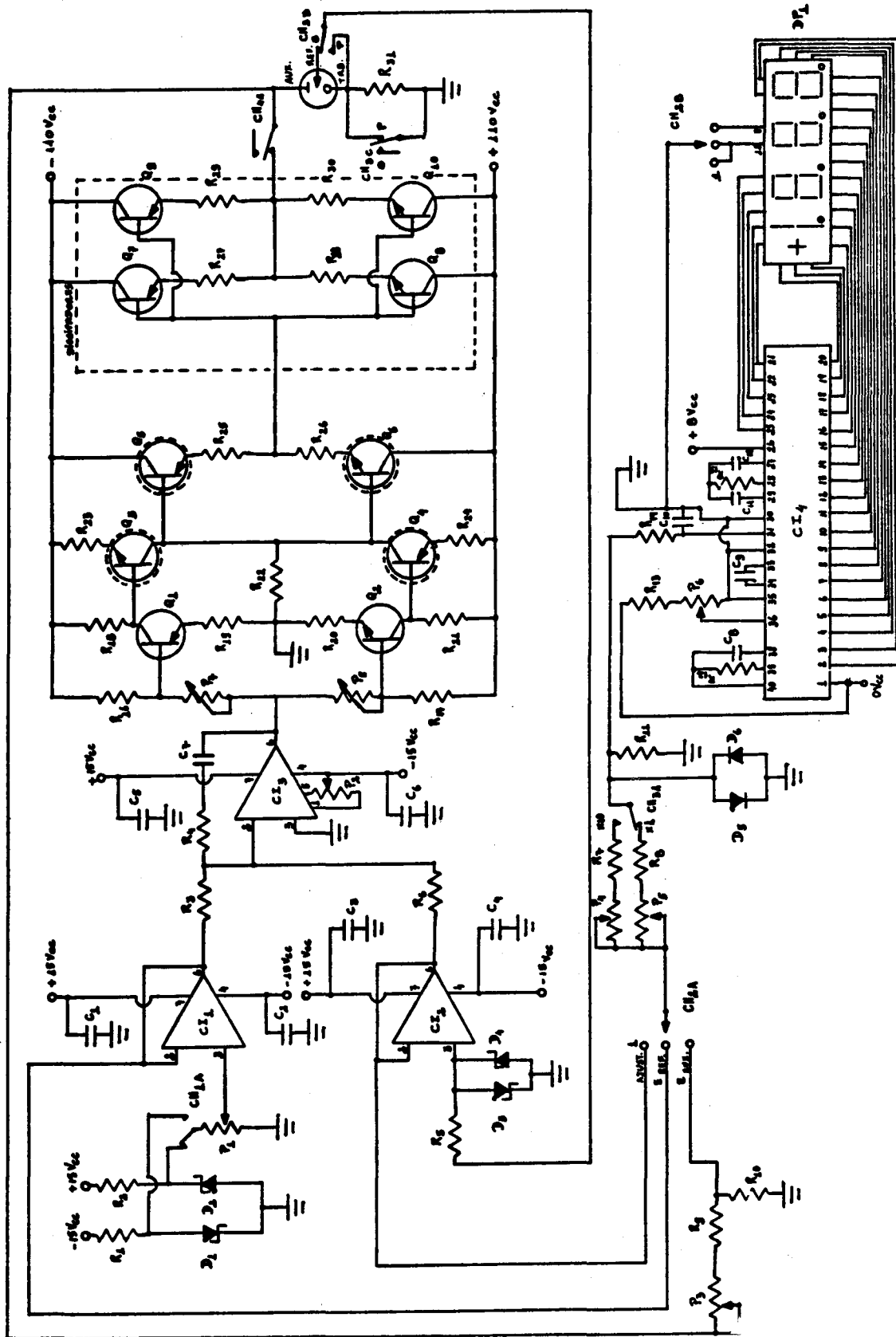


Figura 1 - Diagrama eletrônico do potenciostato/galvanostato.

nado por CH1 é anódico ou catódico e os leds LD4 e LD5 indicam se a saída do amplificador de potência está ou não conectada ao borne do eletrodo auxiliar.

A montagem dos componentes foi efetuada sobre placas de circuito impresso padrão que foram alojados num gabinete metálico aterrado.

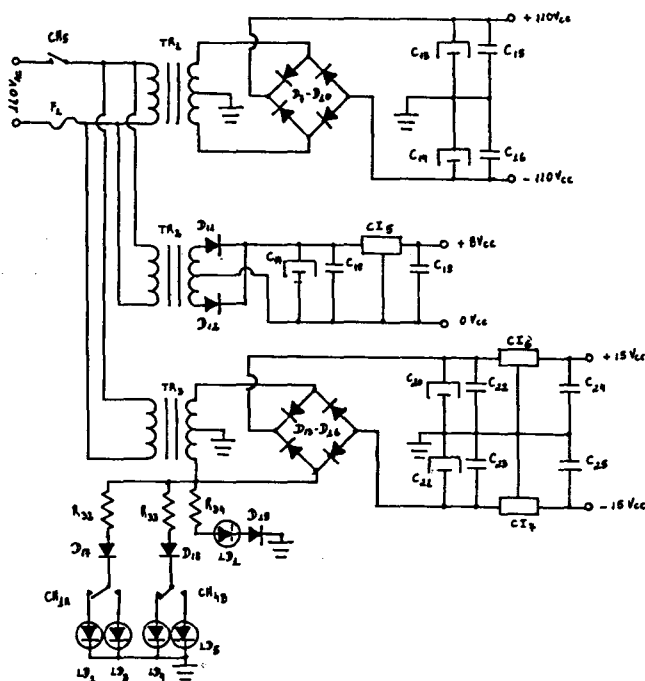


Figura 2 - Fonte de alimentação

CONSIDERAÇÕES GERAIS

A construção do aparelho se mostrou muito simples e acreditamos que não seja necessário um grande conhecimento de eletrônica para construí-lo. Alguns cuidados devem ser tomados durante a operação deste aparelho:

- Não tocar no eletrodo auxiliar se a chave CH4 estiver ligada, uma vez que neste eletrodo o aparelho pode fornecer tensões de até 110VCC que representam perigo de choque elétrico.
- Não permitir um curto circuito entre o eletrodo auxiliar e o de trabalho, pois os transistores de saída (Q7 a Q10) poderão se danificar antes que o fusível F1 tenha tempo de se queimar.
- Conectar um fio terra ao terminal terra do aparelho (eletrodo de trabalho). Sem esta conexão o aparelho, além de possuir menor proteção contra choques elétricos acidentais, pode apresentar instabilidades nas tensões/correntes selecionadas para a eletrólise.

LISTA DE COMPONENTES

Resistores: (Ω , 1/4W, 5%)

R1,R2- 2K2
R3,R6- 4K7
R4,R10,R11- 10K
R5,R15- 47K
R7,R9- 82K
R8- 820K
R12- 100K
R13- 24K
R14- 1M
R16,R17- 120K
R18,R19,R20,R21- 20K
R22- 27K
R23,R24- 2K7/1W
R25,R26- 15/1W
R27,R28,R29,R30- 1/5W
R31- 1/20W
R32,R33- 1K2/0,5W
P1- potenciometro linear
25K, 10 voltas
P2- trimpot 10K
P3,P4- trimpot 22K
P5- trimpot 220K
P6- trimpot 1K
P7,P8- trimpot 6K8

Transistores

Q1,Q4- 2N5415
Q2,Q3- 2N3440
Q5- 2N6211
Q6- 2N3585
Q7,Q9- MJ15022
Q8,Q10- MJ15023

Dissipadores

5cm² p/Q3-Q6,C15-C17
200 cm² p/Q7-Q10

Capacitores

C1-C6,C9,C15,C16,C18,C22,
C23-0,1 μ F/250V
C7- 1000pF/400V
C8- 100pF/400V
C10- 0,01 μ F/250V
C11- 0,47 μ F/250V
C12- 0,22 μ F/250V
C13,C14-750 μ F/250V
C17,C20,C21- 2200 μ F/25V
C19,C24,C25- 3,3 μ F/35V

Diodos

D1,D2- Zener 3V9/400mW
D3,D4- Zener 9V1/1W
D5,D6,D11-D19- 1N4004
D7-D10- SK3/04

Leds

LD1-LD4- 5mm vermelho
LD5- 5mm verde

Circuitos integrados

CI1-CI3- LM 741
CI4- ICL 7106
CI5- 7808
CI6- 7815
CI7- 7915
DP1- FEO 201

Transformadores

TR1- 110V-2x80V 1,2A
TR2- 110V-2x12V 250mA
TR3- 110V-2x16V 500mA

Diversos

CH1- chave 2x2
CH2- chave 2x3
CH3- chave 3x2 250V/5A
CH4- chave 2x2 250V/5A
CH5- chave 1x2 250V/5A
F1- fusível 2A

REFERÊNCIAS

1. Haber, F.; *Z. Elektrochem.* (1898) 4, 506.
2. Allen, M.J.; "Organic Electrode Processes"; Reinhold Publishing Corporation, 1958.
3. Degner, D.; "Organic Electrosynthesis in Industry" em Topics in Current Chemistry, Springer Verlag, vol. 148, 1988.
4. Juniper, I.R.; *Analyst* (1974), 99, 58.
5. Hand, R.L.; Nelson, R.F.; *Anal. Chem.* (1976) 48, 1263.
6. Lopes, N.; Fugivara, C.S.; Sumodjo, P.T.A.; Benedetti, A.S.; *Quim. Nova* (1987) 10, 132.
7. National Applications Databook; National Semiconductor Corporation, 1986.
8. National Linear Databook; National Semiconductor Corporation, 1980.
9. Bipolar Power Transistor Data; Motorola Inc., 1987.
10. Intersil Applications Datasheet; Intersil Inc., 1980.
11. Signetics Analog Data Manual, Signetics Inc., 1977.

Publicação financiada pela FAPESP