



Determinação voltamétrica simultânea de Cd e Pb em fertilizantes com eletrodo impresso modificado com nanotubos de carbono de parede única

Introdução

Cd(II) e Pb(II) são liberados na decomposição de fertilizantes, uma das principais fontes antrópicas da contaminação por estes elementos.

Voltametria de Redissolução Anódica com Pulso Diferencial

Método sensível, preciso e exato

Materiais e Métodos

Aluno: Thomas Eberhardt Cardoso
Professor: Alexandre Batista Schneider

Resultados

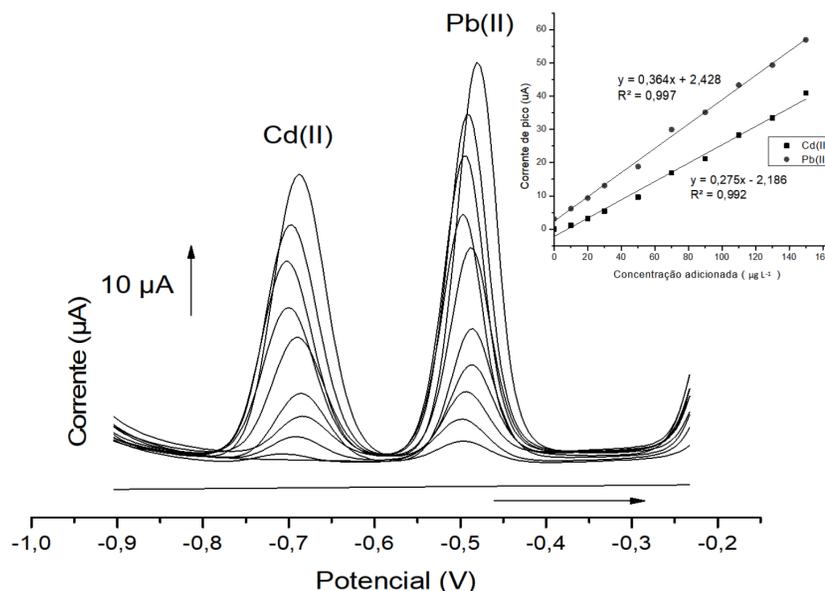


Figura 4. Voltamogramas de pulso diferencial em amostra certificada (MRC) de fertilizante com adições crescentes dos padrões de trabalho de Cd(II) e Pb(II). t_d : 120 s e E_d : -1,3 V

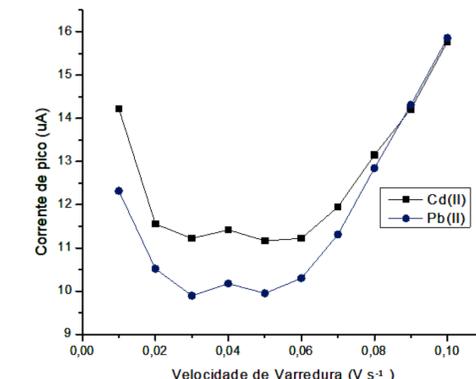
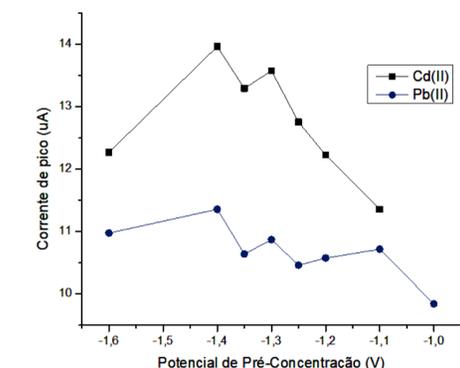
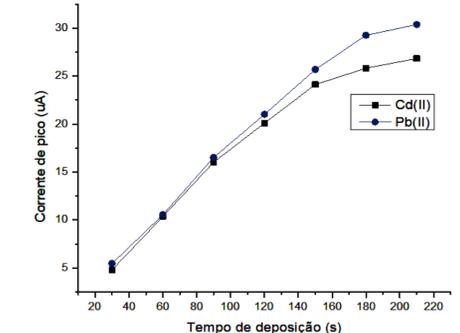
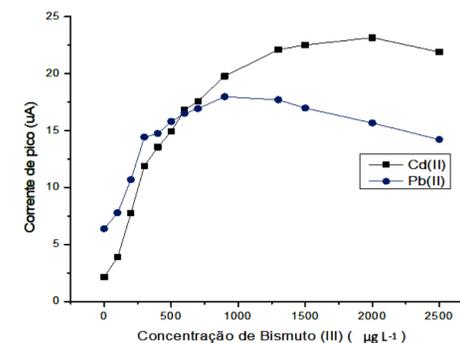


Figura 5. Otimização do método. Resposta da corrente de pico em função de diferentes parâmetros instrumentais para 50 µg L⁻¹ de Cd(II) e 50 µg L⁻¹ Pb(II).



Figura 1. Potenciostato portátil EmStatBlue (PalmSens)

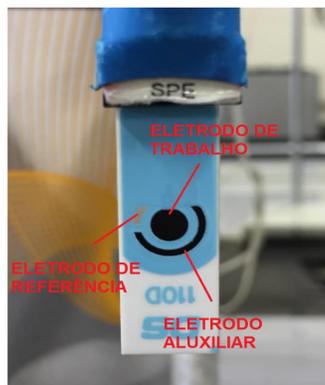


Figura 2. Eletrodo impresso modificado com nanotubos de carbono de parede única (DropSens)

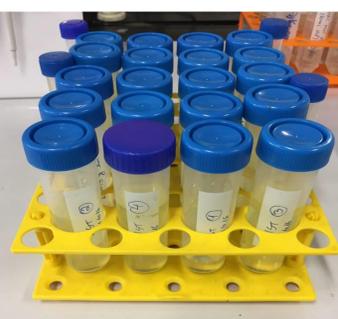


Figura 3. Amostras de Fertilizantes

Amostras de Fertilizantes

Norma IN MAPA/SDA nº 03/2015

- Dissolução com ácido clorídrico
- Diluição apropriada com água de Milli Q

Tabela 2. Determinação de Cd(II) e Pb(II) em amostras reais

	Cd(II) (mg kg ⁻¹)	Pb(II) (mg kg ⁻¹)
Amostra 1	390,395	1271,089
Amostra 2	172,849	124,5955
Amostra 3	N.D.	205,685
Amostra 4	1099,992	2200,47
Amostra 5	N.D.	62,534
Amostra 6	N.D.	70,079
Amostra 7	35,151	180,904
Amostra 8	51,548	149,649
Amostra 9	114,343	317,021
Amostra 10	N.D.	2666,786

Tabela 1. Parâmetros Experimentais Otimizados

Potencial de deposição (E_d)	-1,3 V
Tempo de deposição (t_d)	120 s
Velocidade de varredura	80 mV s ⁻¹
Amplitude de de pulso	40 mV
pH	4,6
Concentração de Bismuto(III)	0,90 mg L ⁻¹

LOQ Cd(II) 0,318 µg L⁻¹

LOQ Pb(II) 0,285 µg L⁻¹

Tabela 3. Determinação em Amostra Certificada

Analito	n	Média mg kg ⁻¹	Desvio Padrão	NIST 695 mg kg ⁻¹	Desvio Padrão	p	Graus de liberdade	Teste t	t tabelado (95%)
Pb(II)	5	283,19906	11,3751	273	17	0,05	4	2,0048	2,78

Tabela 4. Ensaios de recuperação de Cd(II) e Pb(II) em amostras reais

			Amostra 1		Amostra 2		Amostra 3
Cd(II)	Conc. Add. [µg L ⁻¹]	0	5,6167	0	5,6294	0	5,6294
	Conc. Encontr. [µg L ⁻¹]	2,8203	7,9249	8,2752	13,129	N.D.	5,2548
	Recuperação (%)	-	93,9303	-	94,421	-	93,345
Pb(II)	Conc. Add. [µg L ⁻¹]	0	5,6167	0	5,6294	0	5,6294
	Conc. Encontr. [µg L ⁻¹]	9,1787	15,850	5,9640	10,598	9,4974	14,472
	Recuperação (%)	-	107,127	-	91,414	-	96,307

Referências

Smidt, G.A. et al. vTI Agriculture and Forestry Research. 2011, 353p.
Smidt, G. A. et al. Springer Geology; 2012; 167p.
Jost, C. L. et al. Electroanalysis; 2016; 28; 287-295.