



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

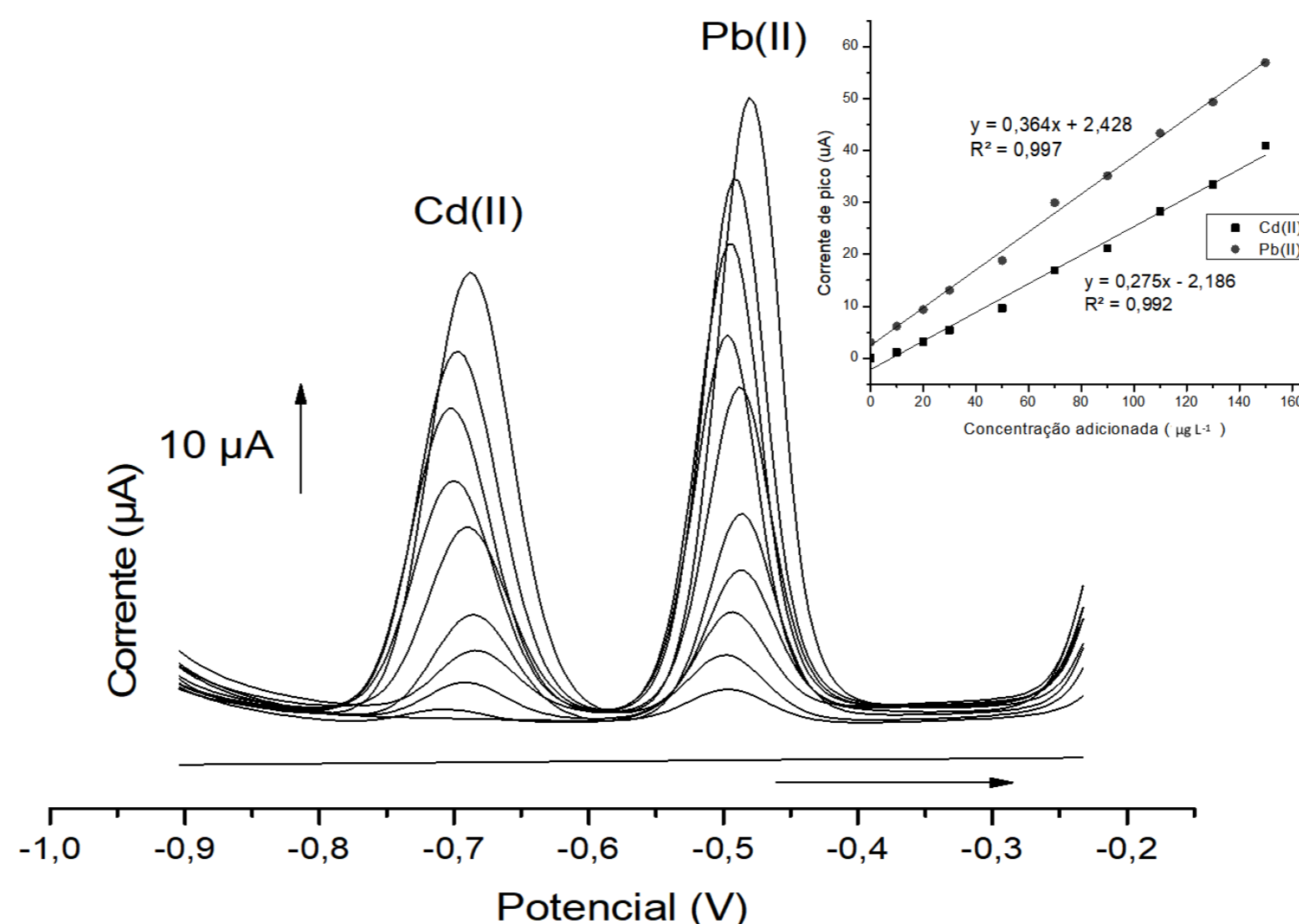


Figura 4. Voltamogramas de pulso diferencial em amostra certificada (MRC) de fertilizante com adições crescentes dos padrões de trabalho de Cd(II) e Pb(II). t_d : 120 s e E_d : -1,3 V

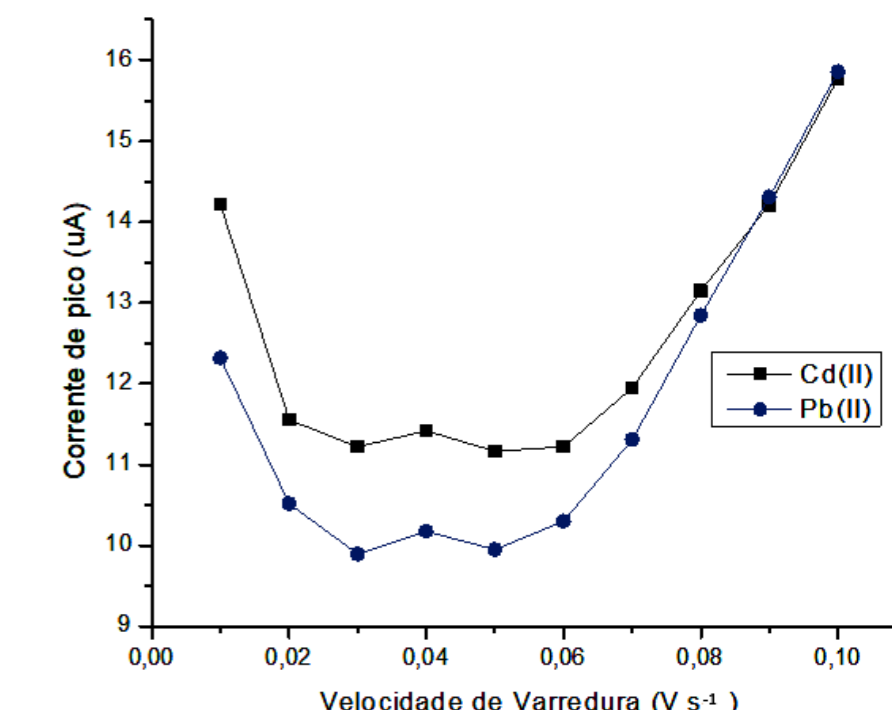
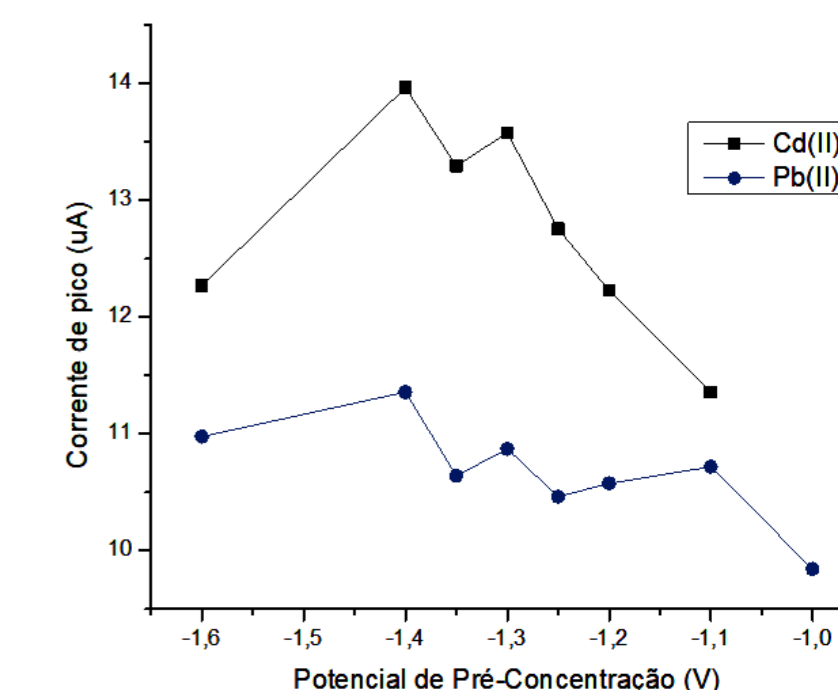
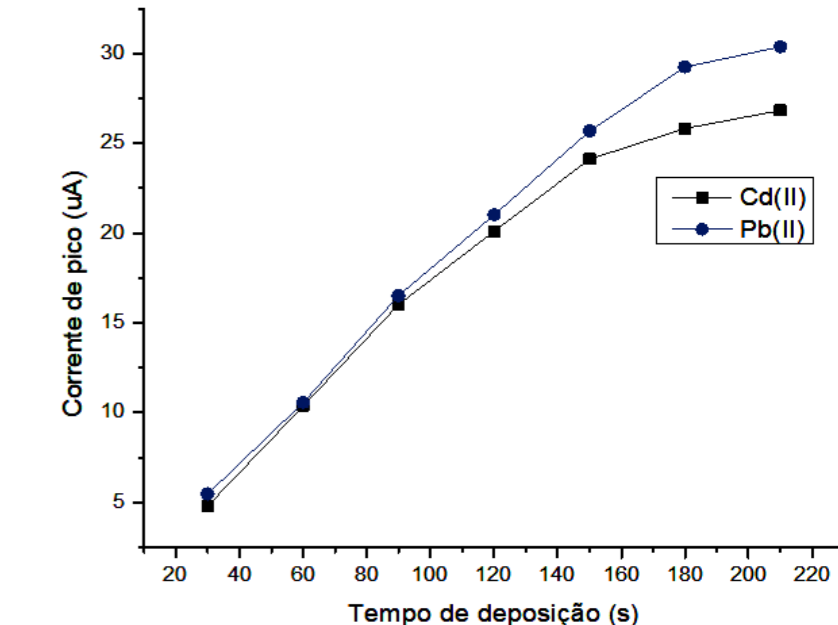
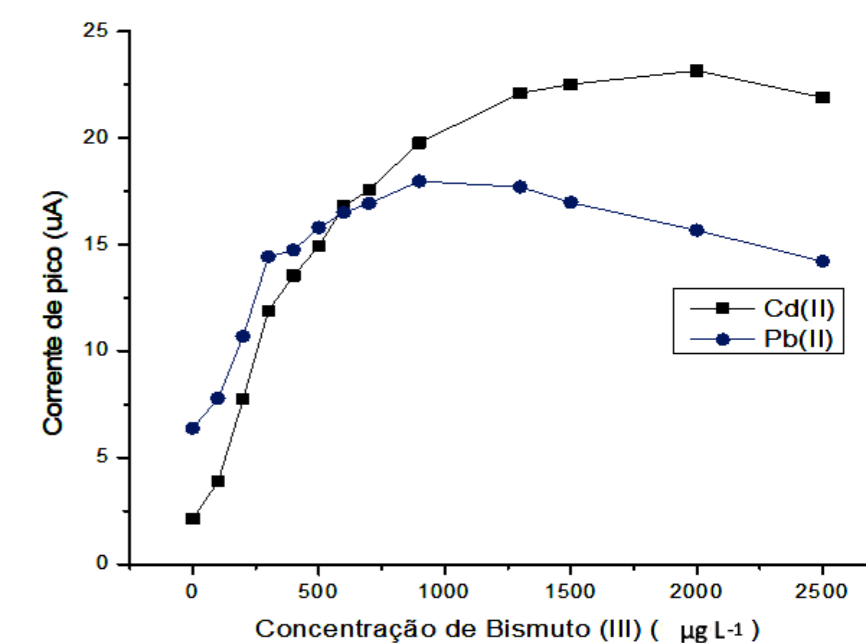


Figura 5. Otimização do método. Resposta da corrente de pico em função de diferentes parâmetros instrumentais para 50 µg L⁻¹ de Cd(II) e 50 µg L⁻¹ Pb(II).

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 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	



Figura 1. Potenciostato portátil EmStatBlue (PalmSens)

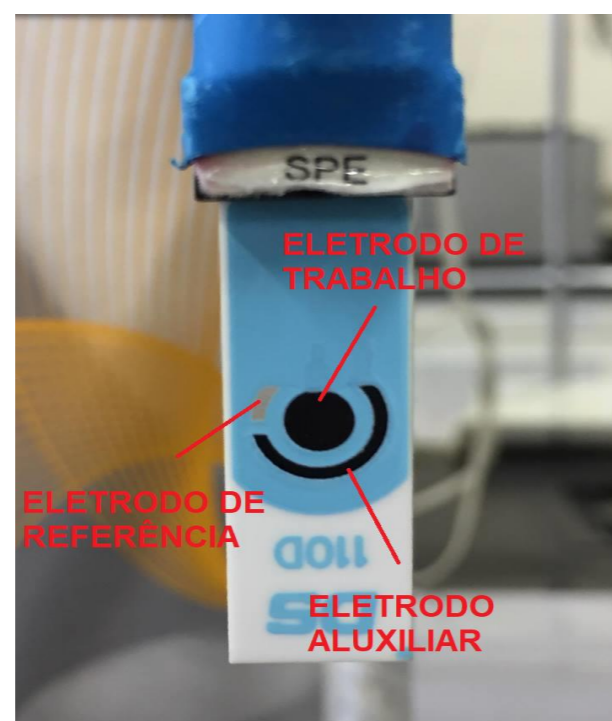


Figura 2. Eletrodo impresso modificado com nanotubos de carbono de parede única (DropSens)

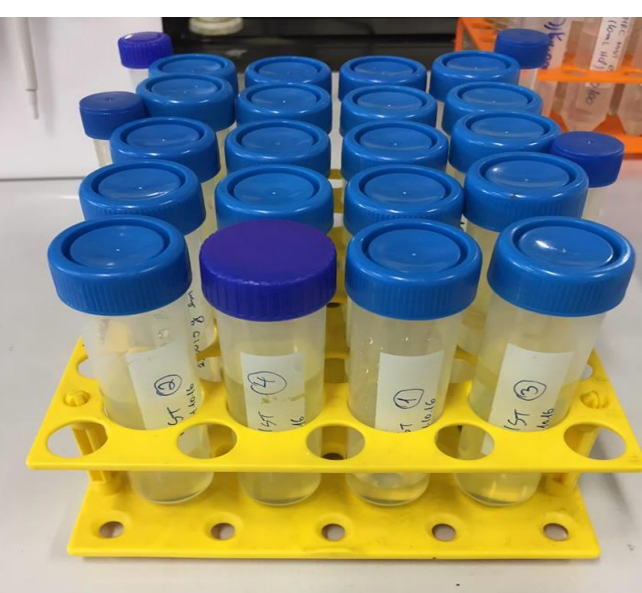


Figura 3. Amostras de Fertilizantes

Amostras de Fertilizantes

Norma IN MAPA/SDA nº 03/2015

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

Tabela 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

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.