

ELETROPOLIMERIZAÇÃO DE ANILINA SOBRE ESPUMA DE CARBONO E SUAS APLICAÇÕES COMO SENSOR DE METAIS PESADOS E ZINCO

Milena Arraes dos Santos (PIBIC/CNPq/FA/Uem), Rafael da Silva (Orientador), e-mail: ra103307@uem.br.

Universidade Estadual de Maringá/ Centro de Ciências Exatas e da Terra/Maringá, PR.

Área e subárea do conhecimento: Química - 10603026

Palavras-chave: Sensor, Zinco, Polianilina.

Resumo:

A aplicação de um material como sensor de zinco é de grande valia para indústria alimentícia e a agricultura, devido aos riscos e malefícios que o zinco em grande quantidade pode causar. O material desenvolvido como sensor, foi realizado a partir de uma rota sintética simplificada, utilizando a polianilina como constituinte principal do material. Desta forma, foi realizada a aplicação do sensor através da técnica de voltametria de onda quadrada, onde, obteve-se respostas analíticas eficazes, partindo da otimização dos parâmetros eletro-analíticos da técnica, no qual, foram caracterizados os melhores resultados em pH=4, frequência 40Hz, amplitude 60mV, tempo de deposição em 300s, tempo de equilíbrio de 20s, aplicado a uma faixa de potencial de -1,5 á - 0,6 V.

Introdução

Polímeros condutores tem sido alvo de grande enfoque nas pesquisas nos últimos anos, decorrente de suas características condutoras que se assemelham a dos metais. Alguns polímeros condutores tem a capacidade de conduzir corrente elétrica através do fluxo de partículas carregadas, os íons, em seu interior ou ao longo de sua cadeia polimérica, podendo qualificar esses polímeros como condutores elétricos. Devido a essa característica os polímeros condutores possuem uma serie de aplicações nas mais diversas áreas tecnológicas tais como, proteção à corrosão, baterias, eletrocatalise, sensores e entre outros (MORETO, 2006).

Um dos polímeros condutores pertencentes à classe de polímeros eletroativos e que atraiu atenção para os estudos em sensores é a polianilina (PANI) devido a sua síntese ser simples e por ser estável em condições ambientais. Porém, a polianilina tem baixa solubilidade em solventes comuns e baixa estabilidade mecânica, o que a torna mais frágil e com isso, não pode ser usada como um eletrodo independente, precisando neste caso, de um suporte mecânico, um substrato (MILAKIN, et al., 2013).

Materiais e métodos

Preparação dos filmes polimerizados

Inicialmente, utilizando um feltro de carbono cortado e devidamente limpo com água destilada e acetona, posteriormente secado em temperatura ambiente, efetuou-se o processo de recobrimento com polianilina.

Na etapa de recobrimento, o feltro foi submetido a uma solução de 40,00 mL de HCl 1M + 1,83 mL de anilina 0,5M, seguidamente, foi inserido a um sistema eletroquímico de uma célula de três eletrodos para a eletropolimerização da anilina e deposição da mesma ao feltro de carbono, o eletrodo de platina foi usado como contra-eletrodo, o calomelano saturado como referência e o feltro de carbono como trabalho. Nas condições em faixa de potencial de -0,5 a 1,0 V e corrente de 1000 mA, realizou-se a voltametria cíclica em um potenciostato sob variações de ciclos e velocidades.

Para isso foram utilizados os seguintes métodos: *Voltametria cíclica*, *Espectroscopia no infravermelho (FTIR)*, *Microscopia eletrônica de varredura (MEV)* e *Voltametria de onda quadrada*.

Resultados e Discussão

Voltametria cíclica

A caracterização da polianilina em todos os filmes polimerizados por diferentes velocidades e ciclos foi determinada por voltametria cíclica:

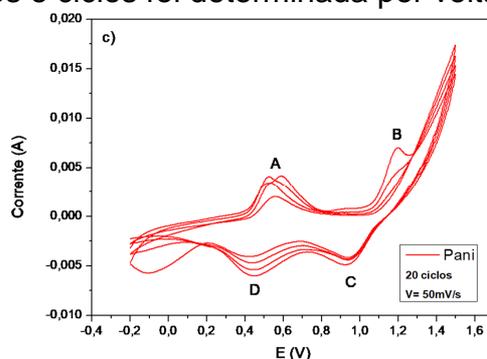


Figura 1 – Curvas de voltametria cíclica para a polianilina depositada a 20 ciclos e velocidade de 50 mV/s

No esquema a seguir pode-se observar as reações redox que acontecem durante este processo:

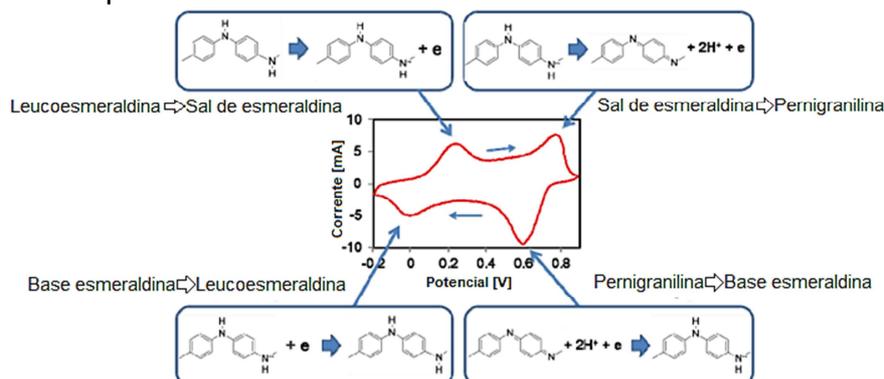


Figura 2 - Exemplo da curva de voltametria cíclica envolvendo as reações redox da anilina.

Espectroscopia no infravermelho (FTIR)

Os espectros dos filmes polianilina/feltro de carbono nas diferentes variações de taxa de varredura e quantidade de ciclos com picos característicos de PANI:

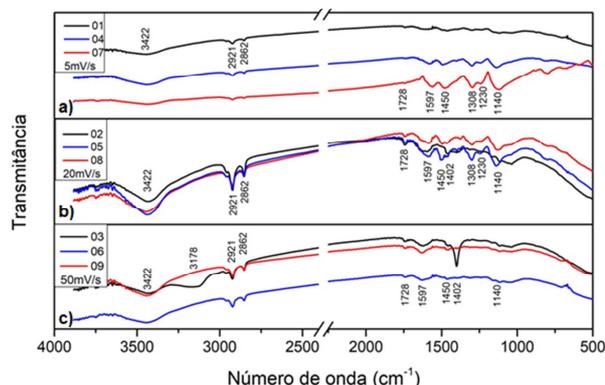
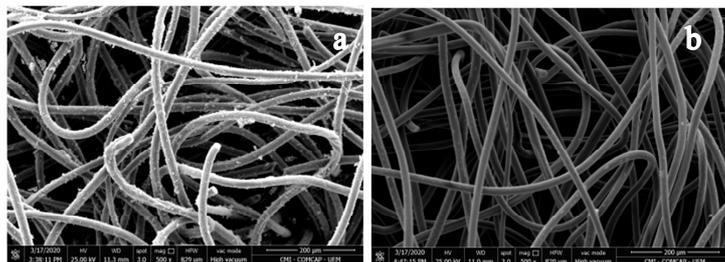


Figura 3 – Espectros no infravermelho (FTIR) para o filme de polianilina sob feltro de carbono. *Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)*

A microscopia eletrônica de Varredura foi realizada nas amostras sintetizadas nas seguintes condições: 20 ciclos e 5mV/s; 20 ciclos e 50mV/s:

Figura 4 – Caracterização das amostras “a” e “b” por microscopia eletrônica de varredura.



Com base na amostra “b”, pose-se observar, que a amostra possui a maior quantidade de PANI depositada, devido a sua baixa taxa de varredura e maior quantidade de ciclos no processo de síntese, em contrapartida, na amostra “a”, no qual possui menor quantidade de polianilina depositada ao feltro de carbono, é devido às condições submetidas à síntese, com 20 ciclos e taxa de varredura de 50mV/s.

Caracterizando a melhor amostra atuando como sensor

Para uma melhor análise, realizou-se uma nova amostra, sintetizada nas condições de 10 ciclos e taxa de varredura de 50mV/s. Mantendo fixo a concentração de zinco, pH=4, amplitude 60,0 mV, frequência 60,0 Hz, tempo de deposição de 120s e tempo de equilíbrio 20s. Obteve-se o seguinte resultado:

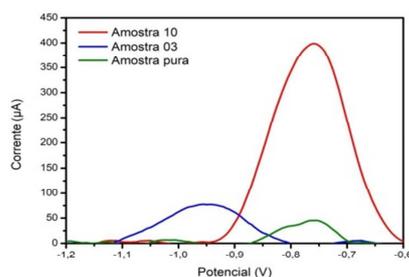


Figura 5 – Comparação das amostras 03, 10 e feltro de carbono puro.

A partir do gráfico acima (figura 5), pode-se observar que a amostra 10 realizada sob condições de 10 ciclos e 50mV/s, apresentou maior sensibilidade em comparação a amostra 03. Além disso, pode-se afirmar que a polianilina atua como um constituinte fundamental para o sensor, visto que, com apenas o feltro de carbono puro o material apresentou um decréscimo considerável da sensibilidade.

Conclusão

O processo de síntese do filme foi efetivo. A partir da voltametria cíclica pode-se concluir que a polianilina apresentou todos os seus estados de oxidação, sendo que o pico A, do sal de esmeraldina, apresentou maior transferência de cargas, o que condiz com a literatura.

A aplicação do material como sensor alvo foi de grande eficácia. A amostra que melhor se destacou na sensibilidade analítica foi a sintetizada com 10 ciclos e com taxa de varredura de 50mV/s. Os parâmetros eletroanalíticos foram otimizados como: pH, da frequência, amplitude e tempo de equilíbrio e tempo de deposição, obtendo, deste modo, uma curva de maior sensibilidade contribuindo para uma melhor detecção de zinco.

Referências

MORETO, Fabiana. **Utilização de Polímeros e copolímeros condutores na detecção de compostos orgânicos**. São Carlos – SP, 2006. Disponível em: <https://teses.usp.br/teses/disponiveis/75/75131/tde11052007110953/publico/FabianaMoreto.pdf>.

Milakin K. A. et al. **Polyaniline-Based Sensor Material for Potentiometric Determination of Ascorbic Acid**. February 22, 2013. Pag. 8. Disponível em: <https://onlinelibrary.wiley.com/doi/pdf/10.1002/elan.201300023>.

ALEXANDRE et. al. Zinco e ferro: de micronutrientes a contaminantes do solo. **Natureza online** - 2012. Disponível em: http://www.naturezaonline.com.br/natureza/conteudo/pdf/05_AlexandreJRetal_023028.pdf.

CRUZ J., SOARES H. Uma revisão sobre o zinco. **Ensaio e Ciência**. Vol. 15, Nº1, ano 2011. Disponível em: <https://www.redalyc.org/pdf/260/26019329014.pdf>.

FILHO V. F. L. **Eletropolimerização e Caracterização de Polianilina com Incorporação de Nanopartículas de TiO₂ a diferentes pHs**. Ouro Preto - MG 2015. Pág 97. Disponível em: https://www.repositorio.ufop.br/bitstream/123456789/6399/1/DISSERTA%3c3%87%3%83O_Eletropolimeriza%3c3%a7%3c3%a3oCaracteriza%3c3%a7%3c3%a3oPolianilina.pdf.

FILHO, V. F. L. **Eletropolimerização e caracterização de polianilina com incorporação de nanopartículas de TiO₂ a diferentes pHs**. Editora UFOP, Págs. 130. Ouro Preto – MG, 2018.