VII EAITI 2017 ENCONTRO ANUAL DE INICIAÇÃO TECNOLÓGICA E INOVAÇÃO
UNIVERSIDADE ESTADUAL DE PONTA GROSSA | 09 e 10 de novembro de 2017

Desenvolvimento de um método voltamétrico para determinação de morfolina empregando eletrodo de diamante dopado com boro pré-tratado catódicamente.

Matheus Yoshimitsu Tatsuta Nakamae (PIBITI/CNPq/UEL), Luana Rianne da Rocha, Roberta Antigo Medeiros, César Ricardo Teixeira Tarley (Orientador), ctarleyquim@yahoo.com.br.

Universidade Estadual de Londrina / Departamento de Química.

Ciências Exatas e da Terra: Química, Química Analítica, Instrumentação Analítica

Palavras Chave: *Morfolina, voltametria, eletrodo de diamante dopado com boro, onda quadrada.*

Resumo

Neste trabalho, foi desenvolvido um método eletroanalítico para a determinação de morfolina (MOR) através do emprego de um eletrodo de diamante dopado com boro (EDDB) pré-tratado catodicamente. O método foi realizado utilizando-se de um eletrodo de Ag/AgCl e um fio de platina como eletrodo de referencia e auxiliar respectivamente, em uma solução de KCl 0,1 mol L^{-1} em ph 10. A técnica de voltametria de onda quadrada foi otimizada para os parâmetros que apresentaram as melhores respostas: frequência de 30 Hz, amplitude de pulso de 100 mV e incremento de varredura de 20 mV. O método apresentou um limite de detecção de 2,0 mg L^{-1} e um limite de quantificação de 6,9 mg L^{-1} com faixa linear de 5,0 a 100,0 mg.L^{-1}. Posteriormente foi aplicado a amostras simuladas de águas de caldeira mostrando exatidão e boa precisão intra-dia e inter-dia.

Introdução

A corrosão é um dos principais problemas enfrentados pelas indústrias nos dias atuais. Substâncias inibidoras, entre elas as aminas, têm sido amplamente empregadas para proteção dos equipamentos[1]. Dentre elas destaca-se a morfolina, que quando presente em altas concentrações e exposta a condições de alta pressão e temperatura pode se decompor levando a formação de compostos corrosivos[2]. Técnicas eletroanaliticas para determinação da concentração de MOR se destacam devido ao seu baixo custo, simplicidade e rapidez nas análises[1,2]. Estudos voltamétricos se mostram promissores considerando-se que poucos estudos foram feitos e publicados a cerca da analise eletroanalítica morfolina[1,3].

Material e Métodos

As medidas foram realizadas em uma célula convencional de três eletrodos. O estudo inicial de caracterização foi feito usando-se da técnica de voltametria cíclica. Posteriormente, as condições do meio e da técnica eletroanalítica foram otimizadas. Para tanto, foram montadas curvas analíticas utilizando-se as técnicas voltamétricas de pulso diferencial (VPD) e onda quadrada (VOQ). Foi realizado teste de interferentes e a exatidão do método foi testada por adição e recuperação da molécula em uma amostra sintética.

Resultados Obtidos

O EDDB apresentou uma maior corrente de pico anódica (Ipa) quando comparado ao eletrodo de carbono vítreo. Também foi determinado como melhor eletrólito de suporte uma solução de KCl 0,1 mol.L^{-1} em pH 10,0. A técnica de VOQ apresentou melhor sensibilidade e limite de detecção do que a VPD. Os testes feitos com a MOR mostram uma linearidade da Ipa com a concentração de MOR na faixa de 5,0 a 100,0 mg L^{-1} (figura 1). O método desenvolvido foi aplicado a uma amostra sintética de água de caldeira[4] adicionando-se três concentrações diferentes de MOR, e os valores percentuais de recuperação mostra que o método é capaz de determinar a concentração de MOR mesmo na presença de outros compostos. (Tabela 1)

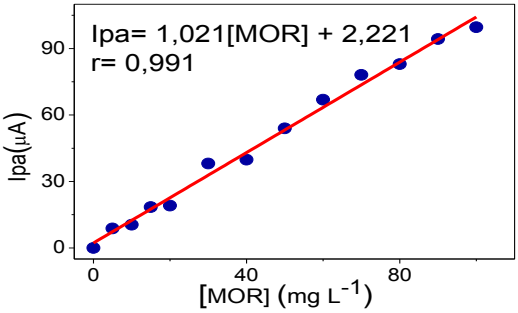


Figura 1. Curva analítica para morfolina

Tabela 1. Determinação da MOR em amostra simulada de água de caldeira.

[MOR] adicionada	[MOR] obtida	(%) de recuperação
30,0 mg.L^{-1}	32,81 ± 0,44	109,37
60,0 mg.L^{-1}	60,51 ± 1,43	100,84
90,0 mg.L^{-1}	81,77 ± 0,79	90,86

Conclusão

A técnica de VOQ utilizando-se do EDDB foi otimizada apresentando limites de detecção e precisão inter-dia e intra-dia satisfatórios. O método apresentou exatidão e seletividade.

Agradecimentos

Agradeço à Universidade Estadual de Londrina, ao orientador e à CNPq pelo incentivo e oportunidade.

[1]Oliveira, S.M.; Siguemura, A.; Lima, H.O.; De Souza, F.C.; Magalhães A.O.; Toledo, R.M.; D'elia, E. *J. Braz. Chem. Soc*. **2014**, v.25, p.1399.
[2]Lamarre, C.; Gilbert, R.; Gendron, A. *Journal of Chromatography*, **1989** v.461, p.249
[3]Kolliopouls, A.V.; Metter, J.P.; Banks, C.E.; *Environmental Science: Water Res. Tech.* **2015,** v.1, p.40.
[4]Silva, J.O.M; *CRQ-IV Região,* ***2008***. Disponível em <http://www.crq4.org.br/sms /files/file/mini_caldeiras_2008.pdf>.