

INTERFERÊNCIA DO Cr(VI) NAS DETERMINAÇÕES  
VOLTAMÉTRICAS DE METAIS PESADOS

Antonio C. Barbosa e Taís A. Pitta G. Cotta

Departamento de Química - Universidade de Brasília  
Brasília, D.F. - Brasil - 70910

A exatidão nas determinações de traços de metais pesados pode ser seriamente comprometida pela presença de interferentes, nem sempre levados em conta na literatura (1). Neste estudo identificamos a interferência do cromato nas determinações voltamétricas do Zn, Cd e Pb, em KCl(1,0M) como eletrólito suporte. Esta interferência se manifesta tanto nas intensidades de corrente como nos potenciais de pico dos três metais. Ela pode ser registrada utilizando-se a Polarografia de Pulso Diferencial-DPP (2), bem como a Voltametria de Redissolução Anódica-ASV (Fig. 1), apesar da baixa solubilidade do Cr no mercúrio (3), o que impossibilita a determinação do cromo por esta técnica. Constatamos também a interferência do Zn nas determinações do Cr(VI) por DPP (Fig. 2) apesar deste fato não ser mencionado em artigos sobre o assunto (4-6).

Esta interferência é extremamente complexa e a fim de melhor caracterizá-la, estudamos os metais em várias concentrações, variando-se a concentração de cromato.

O comportamento do zinco foi estudado mantendo-se fixa sua concentração nos valores de 0,25; 0,50; 1,00; 1,50 e 2,00 $\mu\text{g}.\text{ml}^{-1}$  variando-se a de Cr(VI) desde 0,05 até

2,50 $\mu\text{g}.\text{ml}^{-1}$ . Em todos os casos, o comportamento de cada curva foi acompanhado num período mínimo de 50 minutos. Os resultados foram reunidos em três grupos, de acordo com o comportamento apresentado. O primeiro grupo de resultados caracteriza-se por um pequeno decaimento da corrente do Zn(II) imediatamente após a adição do cromato, estabilizando-se em seguida, ou no valor original ou em valores um pouco mais baixos. Não são observadas alterações nos potenciais de pico. No segundo grupo de resultados, logo após a adição do Cr(VI), a corrente sofre um grande decaimento estabilizando-se em patamares variados, sempre bem abaixo do inicial, observando-se, em alguns casos, um deslocamento do potencial de pico no sentido catódico. Finalmente, no terceiro grupo estão reunidas as situações mais drásticas, com profundas alterações tanto no potencial quanto na corrente do Zn(II). Neste caso, observamos um desdobramento do pico inicial, com o aparecimento de um segundo pico, deslocado anodicamente de até 200 mV. A Figura 3 é um exemplo de alguns desses resultados.

O Cd e Pb apresentam resultados semelhantes ao do zinco. No caso do Cd as concentrações foram 0,10; 1,00 e 2,50 $\mu\text{g}.\text{ml}^{-1}$  enquanto que para o Pb foram 0,25; 1,00 e 2,50 $\mu\text{g}.\text{ml}^{-1}$ . O Cd se mostra mais resistente às perturbações causadas pelo cromato, cujas concentrações variaram de 0,10 até 10,00 $\mu\text{g}.\text{ml}^{-1}$ . Quanto ao chumbo, foi constatado que antes da precipitação com o cromato ocorrem também os mesmos fenômenos de decaimento da corrente, deslocamento de potencial e desdobramento do pico.

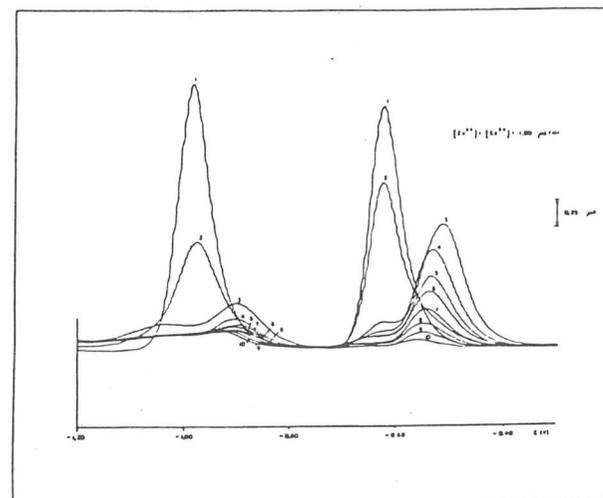


Fig. 1. Influência do cromato nos picos de Zn(II) e Cd(II) (Técnica ASV). Concentrações de cromato de  $\mu\text{g} \text{ ml}^{-1}$ : curva 1=0; 2=1,00; 3=2,00; 4=3,00; 5=4,00; 6=5,00; 7=7,00; 8=9,00; 9=11,00; 10=15,00.

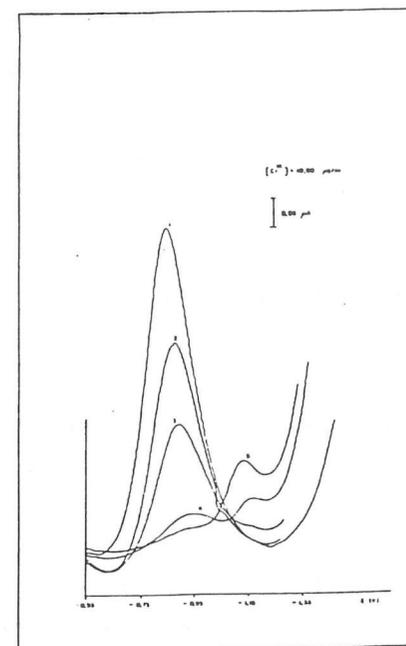


Fig. 2. Influência do zinco(II) no pico de Cr(VI) (Técnica DPP). Concentrações de Zn(II) em  $\mu\text{g} \text{ ml}^{-1}$ : curva 1=0; 2=2,5; 3=5,0; 4=7,5; 5=8,5.

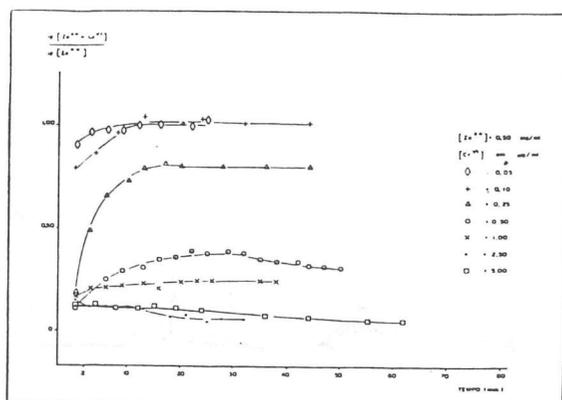


Fig. 3. Influência do cromato na intensidade do pico de Zn(II), em função do tempo (Técnica ASV).

Pela análise dos resultados obtidos concluímos que há formação de duas novas espécies na solução. Uma eletroativa, que causa o decaimento da corrente, e a outra eletroativa, caracterizada pelo aparecimento do 2º pico.

As experiências foram realizadas utilizando-se o conjunto polarográfico da PAR, reagentes da Merck (Suprapuro ou P.A) e água "quartex"(7).

#### Referências:

1. Rogers, L.B.; *Journal of Chemical Education*, **63** (1986)3.
2. Jindal, V.K.; Khan, M.A.; Bhatnagas, R.M. e Varma, S.; *Anal. Chem.*, **57** (1985)380.
3. Vydra, F.; Stulík, K.I. e Juláková, E.; *Electrochemical Stripping Analysis*, John Wiley & Sons, New York, 1976.
4. Bourbon, P.; Alary, J.; Lepert, J.C. e Balsa, C.; *Analisis*, **9** (1981) 110.
5. Harzdorf, C. e Janser, G.; *Anal. Chem. Acta*, **165** (1984) 201.
6. Vanderbalck, J.L. e Patriarche, G.J.; *Anal. Lett.*, **17**(A 20) (1984)2309.
7. Quartex; "Appareils de Distillation sans Ebullition"; (série PB), Paris.

## THE USE OF ION SELECTIVE ELECTRODE IN THE STUDY OF COMPLEX FORMATION. REACTIONS OF SILVER ION WITH AMINO AND CARBOXYLIC GROUP LIGANDS.

J.M. Caridade Costa and J. Simões Redinha

Departamento de Química, Universidade de Coimbra  
3000 Coimbra, Portugal

### INTRODUCTION

Some of the ion selective electrodes commercially available allow the measurement of ionic activities in solution in a large range concentrations and with very high precision. The detection limits are  $10^{-6}$  -  $10^{-7}$  mol. dm<sup>-3</sup>, much lower than those reached by metallic electrodes. Furthermore the electrode equilibrium is quickly obtained. These features make the use of selective electrodes successful for measuring ionic activities in the study of complexation reactions. Actually in these reactions it is important to sweep from a high to a low range of concentration. This is the only way to put in evidence a larger number of formed species.

Nevertheless the application of these electrodes in complexing media basically raise two questions<sup>1,2</sup>: the first concerns the possibility of making measurements of concentration values below the limit of the experimental calibration curve; the second concerns the interference of the complexing agent on the equilibrium of the electrode.

In this paper we present the results obtained with the silver sul-