

DETECÇÃO E QUANTIFICAÇÃO ELETROANALÍTICA DE COBRE EM RESÍDUOS

YASMIN OLIVEIRA DEVOTI, ANDRÉ FERNANDES PEREIRA,
ALEXSANDRO NUNES COLIM, BRUNA CLÁUDIA LOURENÇÃO

Palavras-chave: Metal tóxico; Voltametria de onda quadrada; Eletrodo de diamante dopado com boro; Redissolução anódica.

INTRODUÇÃO

Entre os resíduos gerados em laboratórios, os aquosos contendo metais tóxicos merecem destaque. O cobre, embora essencial em pequenas quantidades, pode causar sérios impactos ambientais e à saúde em concentrações elevadas (Bagchi et al., 2020).

Os métodos espectroscópicos são os mais utilizados na análise de metais, porém apresentam alto custo. Nesse contexto, técnicas eletroanalíticas têm se destacado por aliarem baixo custo a boa exatidão, precisão, sensibilidade e limites de detecção reduzidos. Entre elas, destacam-se as técnicas pulsadas (onda quadrada (SWV) e pulso diferencial (DPV)) que, associadas ao método de redissolução anódica (ASV), promovem pré-concentração da amostra e aumento da resposta de corrente (Skoog et al., 2015).

Assim, este trabalho teve como objetivo desenvolver um método eletroanalítico para monitorar e quantificar cobre em resíduos dos laboratórios de ensino da Universidade do Estado de Minas Gerais (Uemg), tanto antes quanto após o tratamento.

MATERIAL E MÉTODOS

A solução estoque de cobre (Cu^{2+}) $0,1 \text{ mol L}^{-1}$ foi obtida a partir do $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2$ preparada em água deionizada. Solução de ácido sulfúrico $0,5 \text{ mol L}^{-1}$ foi preparada em água deionizada e diluída quando necessário.

As amostras de resíduos laboratoriais contendo cobre foram obtidas no Laboratório de Ensino, Pesquisa e Extensão (LABEPE) da Uemg – Ituiutaba. As amostras foram tratadas utilizando o método de precipitação com hidróxido de sódio em pH 4,8,10 e 12. (Afonso et al., 2003), o resíduo sólido (precipitado) foi filtrado e o resíduo líquido (sobrenadante) foi analisado.

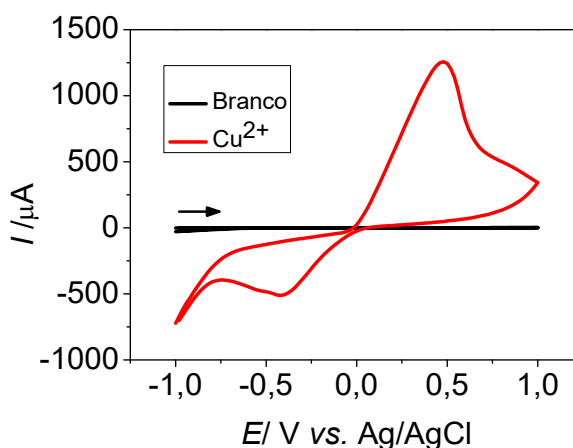
Todas as medidas eletroanalíticas foram realizadas em um potenciostato PalmSens®. Os procedimentos eletroanalíticos foram realizados em uma célula eletroquímica de compartimento único equipada com uma tampa, onde há orifícios para o posicionamento dos eletrodos utilizados: eletrodo de referência Ag/AgCl (KCl 3,0 mol L⁻¹), eletrodo auxiliar de placa de platina e o eletrodo de trabalho, diamante dopado com boro (BDD) pré-tratado catodicamente (PTC) (-100mA/cm²/ 180 s).

RESULTADOS E DISCUSSÃO

Como é bastante conhecido na literatura, o uso da ASV para detecção de metais é bastante vantajosa, desta forma, optou-se por utilizar um potencial para que o cobre reduza na superfície do BDD, e em seguida, na varredura anódica, ele sofra a oxidação.

Assim, inicialmente o comportamento eletroquímico do Cu²⁺ sobre a superfície de BDD foi avaliado por CV utilizando-se como eletrólito suporte uma solução de tampão acetato 0,2 mol L⁻¹ (pH 4,8) e pré-concentração em -0,5 V por 30 s, Figura 1.

Figura 1 – Voltamograma cíclico (50mV/s) na ausência (branco) e na presença de Cu²⁺ 3,0 × 10⁻³ mol L⁻¹ em tampão acetato 0,2 mol L⁻¹ (pH 4,8) e eletrodo de BDD-PTC.



Fonte: Elaborada pelos autores, 2025.

Como pode ser observado na Figura 1, o Cu^{2+} apresentou um comportamento quase-reversível sobre o eletrodo de BDD-PTC, com pico de oxidação e redução em torno de 480 mV e -410 mV, respectivamente.

Observou-se no estudo de pH com tampão BR, que em valores acima de 5,0 começou a ocorrer a precipitação do Cu^{2+} no meio, com isso, o melhor sinal analítico foi obtido em ácido sulfúrico 0,01 mol L⁻¹.

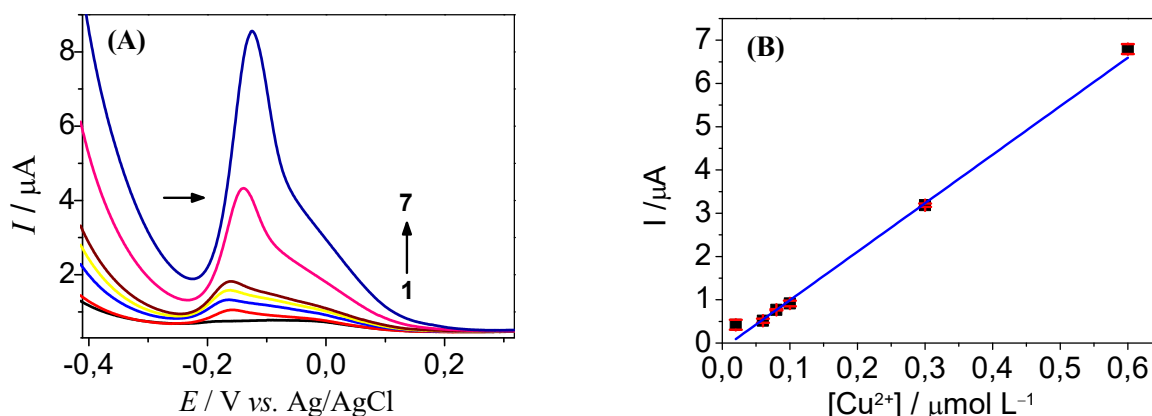
Em seguida, avaliou-se o melhor potencial de pré-tratamento e tempo para o uso da redissolução, e os melhores resultados foram obtidos utilizando-se $E = -0,6$ V e $t = 180$ s.

Avaliou-se também os parâmetros das técnicas pulsadas, DPV e SWV. Após a escolha das melhores condições em cada uma das técnicas, observou-se que a técnica SWV apresentou os melhores resultados em relação a definição de pico de oxidação e menor concentração de detecção do Cu^{2+} .

Assim, construiu-se uma curva de calibração utilizando a redissolução anódica com a SWV (SWASV) com linearidade de $2,00 \times 10^{-8}$ mol L⁻¹ a $6,00 \times 10^{-7}$ mol L⁻¹, conforme apresentado na Figura 2A.

A equação da reta que representa a curva obtida (Figura 2B) pode ser descrita como: I (A) = $-9,05 \times 10^{-8} + 11,33 \times 10^{10} [\text{Cu}^{2+} / (\text{mol L}^{-1})]$; ($r = 0,9949$). E o limite de detecção (LD) calculado, conforme a IUPAC, (Skoog et al., 2015) foi de $4,02 \times 10^{-9}$ mol L⁻¹.

Figura 2 – A) Voltamogramas obtidos por SWASV em diferentes concentrações de Cu^{2+} (1 a 7: (1) Branco, (2) $2,00 \times 10^{-8}$ mol L⁻¹ a (7) $6,00 \times 10^{-7}$ mol L⁻¹). B) Curva analítica. Eletrólito suporte: ácido sulfúrico 0,01 mol L⁻¹; condições da SWASV: (α): 130 mV; (f): 10 Hz; (ΔE): 1 mV; $E = -0,6$ V e $t = 180$ s.



Fonte: Elaborada pelos autores, 2025.

A repetibilidade do método foi analisada para a concentração de Cu^{2+} $9,0 \times 10^{-8} \text{ mol L}^{-1}$, e para dez medidas consecutivas obteve-se um desvio padrão relativo de 11 %, indicando assim uma boa repetibilidade do procedimento desenvolvido.

Os resultados da amostra sem tratamento e tratada com diferentes valores de pH foi analisada pelo método proposto e os resultados estão apresentados na Tabela 1.

Tabela 1 – Resultados obtidos na determinação de Cu^{2+} na amostra de resíduos laboratoriais, antes e após o tratamento com diferentes valores de pH, usando o método de SWASV desenvolvido

| Amostras | | | | | |
|---|----------------------------------|----------------------------------|----------------------------------|----------------------------------|----------------------------------|
| | Antes do tratamento | Após tratamento | | | |
| | | pH 4 | pH 8 | pH 10 | pH 12 |
| $[\text{Cu}^{2+}]^*$ (mol L^{-1}) | $(1,85 \pm 0,08) \times 10^{-2}$ | $(7,53 \pm 0,03) \times 10^{-3}$ | $(5,56 \pm 0,17) \times 10^{-4}$ | $(6,38 \pm 0,08) \times 10^{-7}$ | $(4,72 \pm 0,38) \times 10^{-7}$ |

*n = 3

As amostras tratadas apresentaram concentrações inferiores a amostra sem tratamento. Além disso, houve diminuição na concentração de Cu^{2+} conforme o pH do tratamento de resíduo aumentou, o que demonstra que a solubilidade do hidróxido de cobre diminui com o aumento do pH, ocasionando menos Cu^{2+} em solução, dados condizentes com a literatura (Afonso, et. al., 2003). Com isso, a amostra tratada com pH 12 foi a que apresentou menor concentração de Cu^{2+} , supondo melhor eficiência no tratamento neste valor de pH.

Adicionalmente, considerou-se que o tratamento dos resíduos foi totalmente eficaz para os pH 10 e 12, uma vez que, as amostras tratadas neste pH apresentaram teor de Cu^{2+} abaixo do limite estabelecido pela legislação do Conama 430/2011 ($1,57 \times 10^{-5} \text{ mol L}^{-1}$) (Brasil, 2011).

CONSIDERAÇÕES FINAIS

Foi possível concluir que o eletrodo de BDD PTC e o uso da SWASV foi bastante adequada para determinação de Cu^{2+} obtendo-se uma curva linear de $2,0 \times 10^{-8} \text{ mol L}^{-1}$ a $6,0 \times 10^{-7} \text{ mol L}^{-1}$ e LD de $4,02 \times 10^{-9} \text{ mol L}^{-1}$.

O procedimento desenvolvido foi adequado para análises das amostras laboratoriais de resíduos e observou-se uma grande diminuição da concentração de

Cu²⁺ antes e após o tratamento. Adicionalmente, as amostras apresentaram diminuição na concentração de Cu²⁺ conforme o pH tratamento de resíduo aumentou, e ainda, as amostras tratadas com pH acima de 8 apresentaram valores adequados de Cu²⁺, conforme as normas do Conama 430/2011 (Brasil, 2011).

AGRADECIMENTOS

FAPEMIG - APQ 04371-24 , PQ/UEMG - 14/2024 e PAPq/UEMG - 15/2024

REFERÊNCIAS

AFONSO, J. C. et al. Gerenciamento de resíduos laboratoriais: recuperação de elementos

BAGCHI, D.; BAGCHI, M. **Metal toxicology handbook**. 1. ed. Boca Raton: CRC Press, 2020. 510 p.

BRASIL. Conselho Nacional do Meio Ambiente. Resolução CONAMA nº 430, de 13 de maio de 2011. Dispõe sobre as condições e padrões de lançamento de efluentes, complementa e altera a Resolução no 357, de 17 de março de 2005, do Conselho Nacional do Meio Ambiente-CONAMA. **Diário Oficial da União**, Brasília, DF, 16 maio 2011. Disponível em: <https://www.legisweb.com.br/legislacao/?id=114770>. Acesso em: 25 set. 2025.

NASR, M.; NEGM, A. Solid waste management and sustainability: introduction and updates. In: NASR, M.; NEGM, A. (org.). **Solid waste management: advances and trends**. Cham: Springer Nature Switzerland, 2024. p. 1-16. (Sustainable Development Goals Series).

SKOOG, D. A. et al. **Fundamentos de química analítica**. 9. ed. Porto Alegre: Bookman, 2015. 1088 p.

AUTORES

Alexsandro Nunes Colim. Analista Universitário da Universidade do Estado de Minas Gerais (Uemg) – Unidade Acadêmica de Ituiutaba. Bacharel, Licenciado, Mestre e Doutor em Química pela Universidade Federal de Santa Maria. Atualmente, é responsável pela gestão dos Laboratórios de Ensino, Pesquisa e Extensão vinculados ao setor LABEPE/ UEMG-Ituiutaba. E-mail: alexsandro.colim@uemg.br

André Fernandes Pereira: Discente graduando do curso de Engenharia Agrônoma na Uemg -Ituiutaba. E-mail: andre.241158551@discente.uemg.br

Bruna Cláudia Lourenção. Professora da Uemg - Ituiutaba. Licenciada em Química pela Universidade Federal de São Carlos (UFSCar), mestrado em Química pela Universidade de São Paulo (campus São Carlos) e doutorado em Química pela UFSCar, na área de Química Analítica, com ênfase em Eletroanalítica. E-mail: bruna.lourencao@uemg.br

Yasmin Oliveira Devoti: Discente graduando do curso de Engenharia Agrônômica na Universidade do Estado de Minas Gerais (UEMG-Ituiutaba). E-mail: yasmin.241153592@discente.uemg.br