



**CURSO DE QUÍMICA INDUSTRIAL**  
**UNIDADE UNIVERSITÁRIA DE DOURADOS**  
**RELATÓRIO FINAL DE ESTÁGIO**



**LINSTON ROMÃO SIARA**

**ACOMPANHAMENTO DAS ATIVIDADES REALIZADAS NO  
LABORATÓRIO DE ELETROQUÍMICA DO CENTRO DE  
PESQUISA EM BIODIVERSIDADE DA UEMS- CPBio**

**DOURADOS**

**2014**

**UNIVERSIDADE ESTADUAL DE MATO GROSSO DO SUL**  
**CURSO DE QUÍMICA INDUSTRIAL**  
**UNIDADE UNIVERSITÁRIA DE DOURADOS**  
**RELATÓRIO FINAL DE ESTÁGIO**

**LINSTON ROMÃO SIARA**

**ACOMPANHAMENTO DAS ATIVIDADES REALIZADAS NO  
LABORATÓRIO DE ELETROQUÍMICA DO CENTRO DE  
PESQUISA EM BIODIVERSIDADE DA UEMS- CPBio**

*Relatório Técnico Científico de Estágio Curricular  
Supervisionado Obrigatório II apresentado ao Curso  
de Química Industrial da Universidade Estadual de  
Mato Grosso do Sul sob Supervisão Técnica e a  
orientação do Professor Dr. Gilberto José de Arruda.*

**DOURADOS**

**2014**

**BANCA EXAMINADORA**

---

**Prof. Dr. Gilberto José de Arruda**  
(Orientador)

---

**Profª Drª Jandira Aparecida Simoneti**

---

**Profª Drª Leila Cristina Konradt Moraes**

---

**Profª Drª Marcelina Ovelar Solaliendres**

**Dourados, Dezembro 2014**

## **AGRADECIMENTOS**

Primeiramente, a DEUS pela oportunidade e pelo privilégio em vivenciar tamanha experiência, ao frequentar este curso, levando muitas lições para minha vida e formação.

A minha mãe Silvia Romão, pela excelente criação e pela formação do meu caráter, sempre dando apoio, carinho, amizade, me incentivando, e me levando em busca dos meus objetivos.

Ao meu orientador pelo incentivo, presteza no auxílio as atividades, companheirismo e orientação não só na conclusão desde trabalho como na vida.

Ao pessoal do CPBio, pelo companheirismo durante todo esse tempo de convívio, aos amigos do curso e da vida, obrigado pelo apoio pelas risadas.

Agradecer a todos que no CPBio, pela oportunidade dada ao meu estágio pelo aprendizado durante esse tempo, pelas lições que irei levar.

Meus sinceros agradecimentos a todos aqueles que de alguma forma doaram um pouco de si para que mais uma etapa fosse concluída.

## RESUMO

O trabalho no laboratório pode ser desenvolvido visando a vários objetivos, pode ser usado para demonstrar um fenômeno, ilustrar um princípio teórico, coletar dados, testar uma hipótese, desenvolver habilidades básicas de observação ou medida, propiciar à familiarização com os instrumentos e até proporcionar experiências com coisas desconhecidas. Tendo como objetivo principal do estágio o acompanhamento das atividades de rotina do laboratório de eletroquímica. O acadêmico pôde acompanhar o manuseio de equipamentos como balança, pHmetro e destilador de água, auxiliar alunos de pesquisas nas atividades envolvendo eletroquímica, bem como se familiarizar com a organização de um laboratório. As atividades foram realizadas no Centro de Pesquisa em Biodiversidade (CPBio), na Universidade Estadual de Mato Grosso do Sul, onde no período do estágio o acadêmico pode desenvolver novas habilidades de laboratório, assim como relacionar conhecimentos já aprendidos, com a prática realizada. Satisfazendo assim o objetivo do estágio em auxiliar na formação e na vida acadêmica do aluno, favorecendo sua qualificação técnica, pessoal e social.

**Palavras-chave:** Laboratório de Eletroquímica, Estágio, CPBio, Pesquisa.

## LISTA DE FIGURAS

Figura 1 -	Esquema da forma de aplicação de potencial e voltamograma para cada tipo de voltametria.	12
Figura 2 -	Potenciostato/Galvanostato AUTOLAB PGSTAT-12 do laboratório de equipamentos 3 - CPBio.	20
Figura 3 -	VVL com nafion e sem nafion, na concentração de linuron 62 ppm, em eletrólito de H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> .	22
Figura 4 -	CV com zeolita e sem zeolita para uma solução de 11 ppm de carbedazim em tampão BR 0,2 mol L <sup>-1</sup> .	24
Figura 5 -	Esquema de um modelo clássico de destilador de água.	25
Figura 6 -	Sistema de destilação de água do laboratório CPBio.	26
Figura 7 -	Princípio básico da balança eletrônica: A: prato da balança; B: peso interno para calibração; C: corrente; D: processador (o qual controla a calibração, a tara e o liga-desliga do aparelho); E: visor digital da massa; F: sensor; G: bobina.	27
Figura 8 -	Balança analítica Shimadzu com precisão de 0,0001 gramas do laboratório CPBio	28
Figura 9 -	Esquema de eletrodo para medir pH.	29
Figura 10	pHmetro do laboratório CPBio.	29

-

## SUMÁRIO

<b>1 INTRODUÇÃO</b> .....	8
<b>1.1 LABORATÓRIO DE ELETROQUÍMICA</b> .....	9
<b>1.1.1 Potenciostato/Galvanostato</b> .....	9
<b>1.1.2 Voltametria</b> .....	9
<b>1.1.3 Tipos de voltametrias</b> .....	10
1.1.3.1 Voltametria Cíclica (VC).....	10
1.1.3.2 Voltametria de varredura linear (VVL).....	10
1.1.3.3 Voltametria de onda quadrada (VOQ).....	11
1.1.3.4 Voltametria de pulso diferencial (VPD).....	11
<b>1.1.4 ELETRODOS MODIFICADOS</b> .....	12
1.1.4.1 Modificação com filmes poliméricos.....	13
1.1.4.2 Modificação com material inorgânico .....	14
<b>1.2 EQUIPAMENTOS UTILIZADOS NAS ATIVIDADES DESENVOLVIDAS NO CPBio</b> .....	14
<b>1.2.1 Balança</b> .....	14
<b>1.2.2 Destilador de água</b> .....	15
<b>1.2.3 pHmetro</b> .....	15
<b>2. OBJETIVOS</b> .....	16
<b>3. CARACTERIZAÇÃO DA INSTITUIÇÃO DE PESQUISA</b> .....	17
<b>3.1 UNIVERSIDADE ESTADUAL DE MATO GROSSO DO SUL (UEMS)</b> .....	17
<b>3.2 CENTRO DE PESQUISA EM BIODIVERSIDADE (CPBIO)</b> .....	18
<b>4. DESCRIÇÃO DAS ATIVIDADES DESENVOLVIDAS NO ESTÁGIO</b> .....	19
<b>4.1 OPERACIONALIZAÇÃO DO POTENCIOSTATO</b> .....	19
<b>4.1.1 MODIFICAÇÃO COM FILME POLIMÉRICO</b> .....	20
4.1.1.1 Metodologia.....	20
4.1.1.2 Resultados e Discussão.....	21
<b>4.1.2 MODIFICAÇÃO COM MATERIAL INORGÂNICO</b> .....	22
4.1.2.1 Metodologia.....	22
4.1.2.2 Resultados e Discussão.....	23
<b>4.2 ATIVIDADES DE MANUTENÇÃO DO LABORATÓRIO</b> .....	24
<b>4.2.1 PRODUÇÃO DE ÁGUA DESTILADA</b> .....	24

<b>4.3 SUPERVISÃO DO USO ADEQUADO DE EQUIPAMENTOS.....</b>	<b>26</b>
<b>4.3.1 Balança eletrônica.....</b>	<b>26</b>
<b>4.3.2 pHmetro.....</b>	<b>28</b>
<b>5 CONTRIBUIÇÕES DO ESTÁGIO PARA A FORMAÇÃO PROFISSIONAL.....</b>	<b>30</b>
<b>6. CONSIDERAÇÕES FINAIS.....</b>	<b>31</b>
<b>7. REFERÊNCIAS.....</b>	<b>32</b>
<b>ANEXOS.....</b>	<b>34</b>



## 1 INTRODUÇÃO

É notório o avanço da ciência nos últimos anos, as várias descobertas científicas são notificadas diariamente nos telejornais, e a sociedade, como alvo principal, não pode ficar indiferente, existe todo um processo necessário para que a ciência chegasse ao que é hoje: a responsável pela descoberta da cura de doenças e tecnologia para a melhoria da qualidade de vida (ALVES, 2014).

Como se vê, a Ciência desempenha um importante papel para a sociedade, mas o que necessariamente é preciso para a busca por novos produtos, teorias, elementos, enfim toda a novidade acerca das necessidades humanas (ALVES, 2014).

A importância do laboratório na investigação ou escala industrial em qualquer de suas especialidades, seja química, dimensional, elétrica, biológica, baseia-se no exercício de suas atividades sob condições ambientais controladas e normatizadas, de modo a assegurar que não ocorram influências estranhas que alterem o resultado do experimento ou medição e, ainda, de modo a garantir que o experimento seja repetível em outro laboratório e obtenha o mesmo resultado (BEZ, 2006).

O laboratório de química é um dos locais mais fascinantes e surpreendentes, principalmente para aqueles que o visitam pela primeira vez. Por meio dele, o aprendizado se dá de forma prática e é mais fácil observar como a Química é útil para o bem-estar da sociedade (FOGAÇA, 2014).

Primeiramente é preciso ter a formação em Química (Químico, Técnico em Química, Engenheiro químico), esses profissionais são capacitados para lidar com situações previsíveis em um laboratório (ALVES, 2014).

Nele, os profissionais dessa área – professores de química ou de ciências, pesquisadores, químicos industriais, técnicos de nível médio e engenheiros químicos – realizam diversas análises, reações químicas e outros processos que são facilitados por meio do uso de alguns equipamentos, aparelhos e dispositivos criados especialmente para essas atividades (FOGAÇA, 2014).

O laboratório é o lugar apropriado para a execução de experimentos, é indispensável que tenha uma iluminação boa, água em abundância, eletricidade, equipamentos de segurança e um profissional como o técnico de laboratório. Todos estes itens são obrigatórios para se obter resultados dentro dos padrões exigidos (ALVES, 2014).

Os laboratórios são formados pela interseção de muitos elementos como pesquisadores, técnicos, alunos, equipamentos e diferentes materiais, cuja unidade é fornecida pelas linhas de pesquisa nas diversas áreas da química como físico-química, ambiental, inorgânica, orgânica, entre outras. Logo, podem ser analisados como um campo de relacionamento, formado pela ação conjunta desses elementos heterogêneos, caracterizados pela diversidade de interesses, visões de mundo e modos de conduta (TEIXEIRA, 1998).

## **1.1 LABORATÓRIO DE ELETROQUÍMICA**

A Físico-Química utiliza a matemática para a construção de suas bases teóricas, mostrando que as relações físicas com as substâncias químicas através de cálculos efetuados, para confirmação dos dados experimentais. Sua importância é fundamental por que ela fornece todas as ferramentas necessárias para realização dos experimentos. Entre os ramos da físico-química destaca-se a eletroquímica. Eletroquímica é um ramo da química que estuda as reações e fenômenos onde há transferência de carga elétrica. Este campo científico abrange todos os processos químicos que envolvam transferência de elétrons entre substâncias, logo, a transformação de energia química em energia elétrica (SANTOS, 2014).

### **1.1.1 Potenciostato/Galvanostato**

Um potenciostato é um instrumento amplamente utilizado em vários experimentos, é um circuito eletrônico utilizado para controlar tensões em que a entrada se baseia num amplificador diferencial, tipicamente utilizado em circuitos para aplicações eletroquímicas (GONZALEZ, 2014).

### **1.1.2 Voltametria**

A voltametria é uma técnica eletroquímica onde as informações qualitativas e quantitativas de uma espécie química são obtidas a partir do registro de curvas corrente-potencial, feitas durante a eletrólise dessa espécie em uma cela eletroquímica constituída de pelo menos dois eletrodos, sendo um deles um eletrodo (o eletrodo de trabalho) e o outro um eletrodo de superfície relativamente grande (usualmente um eletrodo de referência). O potencial é aplicado entre os dois eletrodos em forma de varredura, isto é, variando-o a uma velocidade constante em função do tempo. O potencial e a corrente resultante são registrados simultaneamente. A curva corrente vs. potencial obtida é chamada de voltamograma. (ALEIXO, L. M, 2003)

As técnicas voltamétricas relacionam medidas de quantidades elétricas, tais como, corrente, potencial e carga, com parâmetros químicos (VAZ, *et al*, 1996). Estas apresentam algumas vantagens frente às técnicas tradicionais. A principal delas é a possibilidade, na maioria das vezes, de análise direta da amostra, sem a necessidade de etapa de separação ou pré-tratamento. Além disto, a aplicação de métodos eletroanalíticos possibilita a análise em materiais coloridos ou com partículas sólidas dispersas. A análise direta é, analiticamente, muito conveniente já que o uso de técnicas espectroscópicas e métodos ópticos, na maioria das vezes, requerem separações preliminares. Em geral as técnicas eletroanalíticas são menos seletivas e sensíveis que as cromatográficas, mas são mais rápidas e baratas. A sensibilidade pode variar de alguns ppb ou menos até vários ppm. A sensibilidade é expressa pelo potencial de redução e oxidação que são característicos para cada substância e condição experimental e a sensibilidade pela corrente das ondas ou picos gerados dos processos eletroquímicos ocorrendo no eletrodo (WANG, 1994).

A escolha da técnica voltamétrica a ser utilizada está relacionada com o tipo e a qualidade de informação quantitativa-qualitativa que se quer obter a respeito do analito ou do processo que envolve a interação entre o analito e o eletrodo de trabalho (PACHECO, 2013).

### **1.1.3 TIPOS DE VOLTAMETRIAS**

#### **1.1.3.1 Voltametria Cíclica (VC)**

A voltametria cíclica é a técnica mais comumente usada para adquirir informações qualitativas sobre os processos eletroquímicos. A eficiência desta técnica resulta de sua característica de rapidamente fornecer informações sobre a termodinâmica de processos redox, da cinética de reações heterogêneas de transferência de elétrons e sobre reações químicas acopladas a processos adsorptivos. (WANG, 1994)

Inicia-se a aplicação do potencial de um valor no qual nenhuma redução ocorre, com o aumento do potencial para regiões mais negativas (catódica) ocorre a redução do composto em solução, gerando um pico de corrente proporcional à concentração deste composto, quando o potencial já tiver atingido um valor no qual nenhuma reação de redução ocorre, o potencial é varrido no sentido inverso, até o valor inicial, e no caso de uma reação reversível, os produtos que tiverem sido gerados no sentido direto (e se localizam ainda próximos à superfície do eletrodo) serão oxidados, gerando um pico simétrico ao pico da redução. O tipo de voltamograma gerado depende do tipo de mecanismo redox que o composto em questão

sofre no eletrodo, o que faz da voltametria cíclica uma ferramenta valiosa para estudos mecanísticos (PACHECO, *et al.*, 2013).

Do ponto de vista dos estudos mecanísticos, a voltametria cíclica representa uma das principais técnicas não espectrométricas empregadas inclusive por não eletroquímicos, especialmente devido a sua facilidade de aplicação e interpretação (PACHECO, *et al.*, 2010).

### 1.1.3.2 Voltametria de varredura linear (VVL)

Na voltametria de varredura linear, também chamada por alguns autores de cronoamperometria de varredura de potencial linear, o potencial aplicado ao eletrodo de trabalho varia linearmente com o tempo, esta técnica possibilita a aplicação de velocidades de varredura relativamente altas (até  $1000 \text{ mV s}^{-1}$ ), no entanto não é uma técnica muito sensível (PACHECO, *et al.*, 2013).

A corrente é medida de forma direta, em função do potencial aplicado, desta forma a corrente total medida possui contribuições tanto da corrente faradáica (desejável) quanto da corrente capacitiva (ruído), o que prejudica em muito a aplicação desta técnica para aplicações quantitativas. Os limites de detecção obtidos por essa técnica, nas estimativas mais otimistas, são da ordem de  $10^{-6} \text{ mol L}^{-1}$  (PACHECO, *et al.*, 2013).

### 1.1.3.3 Voltametria de onda quadrada (VOQ)

Na voltametria de onda quadrada, uma onda quadrada simétrica de amplitude sobreposta a uma rampa de potencial na forma de escada, é aplicada ao eletrodo de trabalho. A corrente é amostrada duas vezes, uma ao final do pulso direto, quando a direção do pulso é igual à direção da varredura, e outro ao final do pulso reverso, onde a direção do pulso é contrária à direção da varredura. Assim como na voltametria de pulso diferencial, esta dupla amostragem da corrente garante uma minimização da contribuição da corrente capacitiva sobre a corrente total medida. O voltamograma resultante consiste da diferença entre estas duas correntes versus a rampa de potencial aplicado.

### 1.1.3.4 Voltametria de pulso diferencial (VPD)

Na voltametria de pulso diferencial, pulsos de amplitude fixos sobrepostos a uma rampa de potencial crescente são aplicados ao eletrodo de trabalho. A corrente é medida duas vezes, uma antes da aplicação do pulso e outra ao final do pulso. A primeira corrente é instrumentalmente subtraída da segunda, e a diferença das correntes é plotada versus o

potencial aplicado. O voltamograma resultante consiste de picos de corrente de forma gaussiana, cuja área deste pico é diretamente proporcional à concentração do analito.

Figura 1 – Esquema da forma de aplicação de potencial e voltamograma para cada tipo de voltametria.

Tipo de voltametria	Sinal de excitação	Corrente resultante
varredura linear		
pulso diferencial		
onda quadrada		
Voltametria cíclica		

#### 1.1.4 ELETRODOS MODIFICADOS

Na década de 70, cujo objetivo da modificação é pré-estabelecer e controlar a natureza físico-química da interface eletrodo solução como forma de alterar a reatividade e seletividade do sensor base, favorecendo assim, o desenvolvimento de eletrodos para vários fins e aplicações, desde a catálise de reações orgânicas e inorgânicas até a transferência de elétrons em moléculas de interesse de carbono vítreo, ouro, latina, pasta de carbono, fibra de carbono e mercúrio na forma de filme (PEREIRA, SANTOS e KUBOTA, 2002).

Em geral, o principal motivo para modificar um eletrodo é a obtenção de um sensor qualitativamente novo com propriedades desejadas, muitas vezes pré-definidos. A esse respeito, as pastas de carbono, sem dúvida, representam um dos materiais mais convenientes para a preparação de eletrodos modificados. Em contraste com modificações relativamente complicadas de substratos sólidos, a preparação é muito simples, geralmente por meio de vários procedimentos alternativos. O modificador pode ser dissolvido diretamente no aglutinante ou misturado mecanicamente à pasta durante a sua homogeneização. Também é possível embeber partículas de grafite com uma solução de um modificador, e depois evaporar o solvente (SVANCARA, *et al.*, 1996).

#### 1.1.4.1 Modificação com filmes poliméricos

Esta técnica consiste no recobrimento da superfície do eletrodo com filmes poliméricos condutores ou permeáveis ao eletrólito de suporte e à espécie de interesse. A modificação com membranas poliméricas permite a imobilização de muitas monocamadas da espécie ativa na superfície modificada, ampliando consideravelmente a resposta eletroquímica. Desta forma, filmes poliméricos têm sido empregados em eletrodos quimicamente modificados e usados no desenvolvimento de sensores para proteger a superfície dos eletrodos de impurezas, bloquear interferentes, imobilizar biocomponentes, incorporar mediadores e fornecer biocompatibilidade (PEREIRA, SANTOS e KUBOTA, 2002).

Devido à grande variedade das características dos polímeros, pode-se explorar suas propriedades conforme o interesse. Dessa forma, polímero eletroativo (eletrocatalise), quimicamente ativo (propriedades ligantes ou de troca-iônica para pré-concentração) e inerte (apenas exclusão de interferentes) são frequentemente utilizados. No geral, os filmes poliméricos são classificados em 4 classes: condutores, de troca-iônica, não-condutores e de membranas compostas (PEREIRA, SANTOS e KUBOTA, 2002).

A modificação da superfície do eletrodo com polímero ocorre com muitas monocamadas de espécies ativas. Tipicamente, os polímeros empregados têm sítios quimicamente ou eletroquimicamente ativos e respostas eletroquímicas maiores e mais fáceis são obtidas quando grandes quantidades de camadas são colocadas na superfície do eletrodo (FUNGARO, 2000). Segundo Fungaro (2000) vários métodos são usados para preparar eletrodos cobertos com filmes poliméricos:

- Cobertura por banho: um eletrodo é mantido em uma solução do polímero, a qual é depositada via um processo de adsorção.
- Evaporação: um pequeno volume da solução polimérica é colocado sobre a superfície do eletrodo e evapora-se o solvente. O eletrodo é usado em um eletrólito ou solvente onde o polímero é insolúvel.
- Deposição oxidativa ou redutiva: depende da solubilidade do polímero no estado iônico. O polímero oxidado (ou reduzido) em um solvente resulta em uma forma insolúvel que precipita na superfície do eletrodo.
- Cobertura e rotação: o eletrodo é mantido girando após uma gota da solução polimérica ter sido colocada na sua superfície.
- Eletropolimerização: os produtos da reação no eletrodo são poliméricos e insolúveis no solvente usado. A eletropolimerização de vários compostos monoméricos substituídos pode proporcionar ao eletrodo propriedades elétricas e analíticas interessantes.
- Polimerização por métodos não eletroquímicos: polimerização ativada por plasma, foto-induzida por UV ou polimerização de organosilanos.

Em termos de perspectivas futuras, destaca-se a grande potencialidade do uso dos eletrodos modificados com estes ionômeros na determinação de espécies orgânicas de interesse ambiental, principalmente pesticidas (FUNGARO, 2000).

#### 1.1.4.2 Modificação com material inorgânico

Os eletrodos modificados com materiais inorgânicos praticamente formam uma nova categoria dos eletrodos quimicamente modificados. Vários compostos têm sido usados como reagente modificador de eletrodos convencionais. Estes incluem: óxidos metálicos, ftalocianinas e porfinas metálicas, fosfatos e fosfonatos, sílica gel, zeólitas, dentre outros. (PEREIRA, SANTOS e KUBOTA, 2002).

## **1.2 EQUIPAMENTOS UTILIZADOS NAS ATIVIDADES DESENVOLVIDAS NO CPBio**

### **1.2.1 Balança**

A balança é um instrumento que mede a massa de um corpo ou substância, usando meios para comparar a resistência da gravidade que atua sobre o corpo, a palavra vem dos

termos bis latino (significa dois) e Linx (prato). O peso está relacionado a força que a gravidade exerce sobre a massa de um corpo, dado pela equação  $p = m \times g$ . Vale notar que a aceleração depende de fatores como latitude geográfica, altitude acima do nível do mar e densidade da terra, no local onde a medição é executada (WASHINGTON, 2005).

### **1.2.2 Destilador de água**

No destilador a água corrente do próprio laboratório é purificada, usando processos controlados de vaporização e resfriamento. O processo é caracterizado por uma dupla mudança de estado físico, em que uma substância, inicialmente no estado líquido, é aquecida até atingir a temperatura de ebulição, transformando-se em vapor, e novamente resfriada até que toda a massa retorne ao estado líquido. A água destilada tem uma maior pureza em comparação com água da torneira; onde está praticamente livre as substâncias contaminantes (WASHINGTON, 2005).

### **1.2.3 pHmetro**

O pHmetro é um aparelho usado para medição de pH, que consiste em um eletrodo acoplado a um potenciômetro (aparelho medidor de diferença de potencial). O medidor de pH é um milivoltímetro com uma escala que converte o valor de potencial do eletrodo em unidades de pH. Este equipamento permite as medições da acidez de uma solução aquosa, desde que seja utilizado corretamente (WASHINGTON, 2005).



## **2. OBJETIVOS**

Este relatório tem como objetivo descrever as atividades realizadas durante o Estágio Curricular Supervisionado Obrigatório II realizado no laboratório de eletroquímica do Centro de Pesquisa em Biodiversidade – CPBio, localizado na unidade sede da Universidade Estadual de Mato Grosso do Sul em Dourados, MS.

O estágio teve como objetivo principal desenvolver habilidades na operacionalização de alguns equipamentos do laboratório, dando foco nos equipamentos ligados ao laboratório de eletroquímica. Além de vivenciar e acompanhar atividades de rotina em um laboratório de pesquisa, através da supervisão de alunos de IC em atividades experimentais e rotineiras do laboratório.

### **3. CARACTERIZAÇÃO DA INSTITUIÇÃO DE PESQUISA**

#### **3.1 UNIVERSIDADE ESTADUAL DE MATO GROSSO DO SUL (UEMS)**

A Universidade Estadual de Mato Grosso do Sul foi criada pela Constituição Estadual de 1979 e ratificada pela constituição de 1989 conforme os termos do disposto no artigo 48 do Ato das Disposições Constitucionais de 1989, foi instituída pela Lei nº 1461, de 20 de dezembro de 1993, com sede e foro na cidade de Dourados (PORTAL DA UNIVERSIDADE ESTADUAL DE MATO GROSSO DO SUL, 2014).

Visando dar atendimento ao disposto constitucional, em 1993, o governo nomeou a Comissão de Implantação da UEMS para que se delineasse uma proposta de Universidade voltada para as necessidades regionais objetivando superá-las e contribuir através do ensino, da pesquisa e da extensão para o desenvolvimento científico, tecnológico e social do estado (PORTAL DA UNIVERSIDADE ESTADUAL DE MATO GROSSO DO SUL, 2014).

Através de reuniões com as comunidades locais, foram definidas as necessidades regionais e chegou-se à concepção de uma Universidade com vocação voltada para a propagação do ensino superior no interior do Estado, alicerçado na pesquisa e extensão, respaldada na Política de Educação do Estado de Mato Grosso do Sul, que se propunha a reduzir as disparidades do saber e alavancar o desenvolvimento regional (PORTAL DA UNIVERSIDADE ESTADUAL DE MATO GROSSO DO SUL, 2014).

Em fevereiro de 1994, o Conselho Estadual de Educação de Mato Grosso do Sul deu parecer favorável à concessão da autorização para implantação do Projeto da Universidade Estadual de Mato Grosso do Sul e aprovação de seu Estatuto e Regimento Geral, porém, faltava ainda à autorização do então Conselho Federal de Educação, conforme a legislação vigente (PORTAL DA UNIVERSIDADE ESTADUAL DE MATO GROSSO DO SUL, 2014).

O processo de Autorização da UEMS tramitou no Ministério de Educação e Desporto por aproximadamente dois anos e, em 27 de Agosto de 1997, foi publicada pelo Conselho Estadual de Educação a Deliberação CEE/MS Nº 4.787 de 20/08/97, credenciando-a, e Deliberação CEE/MS nº 7447 de 29/01/04, recredenciando-a até o final de 2008, conforme a Lei de Diretrizes e Bases da Educação, Lei nº 9394/96” (PORTAL DA UNIVERSIDADE ESTADUAL DE MATO GROSSO DO SUL, 2014).

### **3.2 CENTRO DE PESQUISA EM BIODIVERSIDADE (CPBIO)**

O Centro de Pesquisa em Biodiversidade da UEMS teve sua construção financiada com o projeto Rede Integrada de Pesquisa em Biodiversidade financiado pela FINEP e vários equipamentos foram adquiridos pelo projeto de Ampliação da Rede Integrada de Pesquisa em Biodiversidade também do FINEP. No prédio as atividades foram iniciadas em 2005 e vários instrumentos foram adquiridos para equipar os laboratórios previstos na proposta.

Este Centro tem com atividade principal a pesquisa em Biodiversidade, voltada principalmente a questões do Estado. A partir desta criação houve um crescimento nas pesquisas em produtos naturais, alimentos, pesticidas, peixes, crustáceos. Também colaborou com o PGRN (Programa de Pós-graduação em Recursos Naturais - Mestrado e Doutorado) da Unidade de Dourados.

Atualmente, em 2014, o CPBio está instalado em uma construção com dois andares (Bloco C), desenvolvendo pesquisas nas áreas de Química, Física e Biologia. Sendo na parte superior os laboratórios de química, que estão divididos em: Laboratório de equipamentos 1 (Cromatografia), Laboratório de preparo 1 (Produtos Naturais), Laboratório de equipamentos 2 (Biotecnologia) e Laboratório de equipamentos 3 (Eletroquímica).

## **4. DESCRIÇÃO DAS ATIVIDADES DESENVOLVIDAS NO ESTÁGIO**

As atividades foram desenvolvidas no Laboratório de Equipamento 3 (Eletroquímica), bem como atividades em equipamentos nos outros laboratórios. Durante o período de estágio o estagiário auxiliou:

- Na operacionalização do equipamento ligado a eletroquímica, potenciostato, para o instruções, treinamento e supervisão de alunos de IC.
- No desenvolvimento de metodologia para modificação de eletrodo.
- Em atividades manutenção como produção de água destilada no laboratório
- Na supervisão do uso adequado de equipamentos como balanças e medidores de pH.

### **4.1 OPERACIONALIZAÇÃO DO POTENCIOSTATO**

O potenciostato podem controlar a diferença de potencial de um eletrodo de trabalho, com o auxílio de um eletrodo de referência e um eletrodo auxiliar. Este instrumento é capaz de manter uma diferença de potencial constante de eletrodo de trabalho, tomando como referência a tensão no eletrodo de referência e corrigindo as variações de corrente no eletrodo auxiliar. É constituído por um circuito elétrico que controla o potencial através da detecção de mudanças na resistência, variando de acordo com a corrente fornecida para o sistema: uma resistência mais elevada irá resultar numa diminuição na corrente, ao passo que uma resistência mais baixa irá resultar num aumento do fluxo a fim de manter uma tensão constante, que mede a diferença de potencial entre o eletrodo de trabalho e o eletrodo de referência, sendo que a corrente é aplicada através do contra-eletrodo. (GONZALEZ, 2014).

Foram acompanhadas algumas análises referentes a projetos de IC das Thais Silva Alves e Érica de Castro Ferro, intitulados “Determinação Eletroquímica de Antioxidantes em Amostras de Biodiesel Utilizando Eletrodos de Pasta de Carbono Modificados com Nanomateriais a Base de Carbono” e “Avaliação da Resposta Eletroquímica do Herbicida Trifluralina Utilizando Eletrodo de Carbono Vítreo Modificado com Filme de Nafion, Ftolacianina de Cobalto (II), Óxido de Zircônio e Poli-L-Lisina em Meio Ácido” respectivamente. Também acompanhou as análises referentes ao TCC da acadêmica Elizabete Maria Maximiano com o título, “Utilização de eletrodos de pasta de carbono funcionalizados com zeólita na determinação eletroquímica de carbedazim em amostra de água, formulação comercial, suco de frutas cítricas e leite”. Tais projetos estão vinculados as linhas de pesquisa desenvolvida no Laboratório de equipamentos 3 do CPBio.

O equipamento disponível no laboratório de eletroquímica é um potenciostato-galvanostato da AUTOLAB PGSTAT-12 (Figura 2).

Figura 2 – Potenciostato/Galvanostato AUTOLAB PGSTAT-12 do laboratório de equipamentos 3 - CPBio.



Fonte – Arquivo pessoal

## 4.1.1 MODIFICAÇÃO COM FILME POLIMÉRICO

### 4.1.1.1 Metodologia

Com o objetivo de estudar a resposta eletroquímica do herbicida linuron, sob a superfície do eletrodo de carbono vítreo como eletrodo de trabalho modificando a superfície com filme de nafion, foram feitas análises eletroquímicas, utilizando um potenciostato, com a técnica de voltametria de varredura linear.

Para as medidas eletroquímicas, utilizou-se uma célula eletroquímica com 3 eletrodos e capacidade de 25 mL. Os eletrodos de fio de platina, (Ag/AgCl) e eletrodo de carbono vítreo com área geométrica de  $0,190 \text{ cm}^2$ , foram utilizados como eletrodo auxiliar, referência e de trabalho, respectivamente.

O eletrodo de carbono vítreo foi previamente limpo em feltro umedecido com solução de alumina  $0,3 \mu\text{m}$  numa politriz e levado em banho ultrassônico em álcool etílico absoluto (99,8%), água destilada e ácido nítrico (0,1%) respectivamente, durante 3 minutos em cada etapa.

O filme de nafion na superfície do eletrodo de carbono vítreo foi obtido adicionando  $20 \mu\text{L}$  da solução de nafion (0,1%), na superfície do eletrodo já limpo secando a temperatura ambiente, representando a quantidade de nafion de  $221 \mu\text{g cm}^{-2}$  na superfície do eletrodo.

A solução de estoque de linuron (Riedel-deHaën®), com pureza de 99,7%, foi preparada pela dissolução do padrão em 70:30% (água:acetonitrila). Para as medidas eletroquímicas em VVL foi utilizada uma solução de linuron com concentração de 62 ppm na célula.

As medidas eletroquímicas foram obtidas após 10 minutos de purga de nitrogênio com pureza de 99,999%. E realizadas em um potenciostato-galvanostato, acoplado a um computador equipado com o programa Gpes 4.9 para a aquisição de dados.

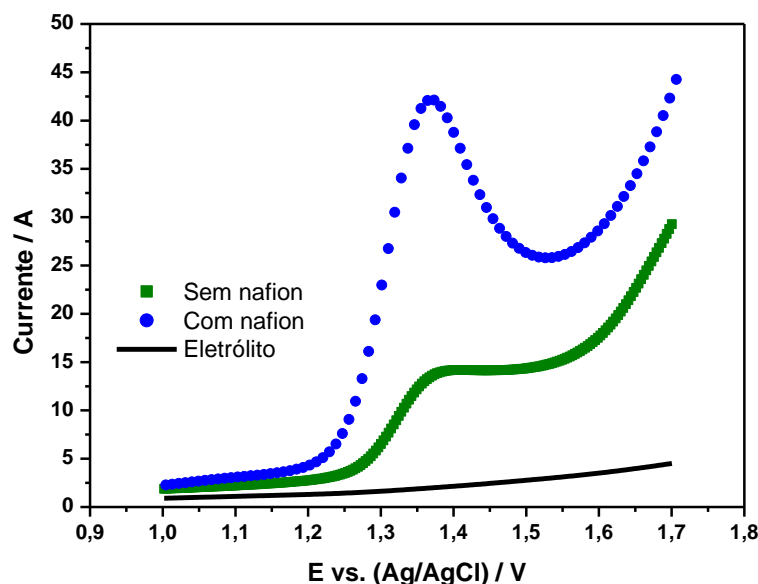
#### 4.1.1.2 Resultados e Discussão

A Figura 3 mostra os voltamogramas obtidos em VVL, realizados em uma solução de linuron de 62 ppm, utilizando eletrodo com nafion e sem nafion. Observa-se a presença de um pico de oxidação em ambos os voltamogramas, esse pico pode ser atribuído à oxidação eletroquímica do linuron através da perda de grupos metoxi e metila. Este inicialmente envolve a eliminação do grupo metoxi (substituído por um átomo de hidrogênio), através da formação de 3-(3,4-diclorofenil)-1-metilureia e ácido fórmico (DORDEVIC et al., 2012). Os resultados obtidos em VVL apresentam um aumento acima de 500% na intensidade do pico, onde apresentaram a intensidade de 5,369 e 28,040, para sem nafion e com nafion, respectivamente.

A capacidade de pré-concentração dos eletrodos modificados com filmes finos de polímeros de troca iônica foi descrita em estudos do começo da década de 80 (OYAMA et al, 1980). Nesta técnica usam-se eletrodos sólidos, coberto com um filme fino do polímero trocador de íon, o qual permite uma, detecção voltamétrica simultânea e rápida do íon analito eletroativo (WANG,1992).

O nafion consiste de um polímero perfluorado com unidades de tetrafluorpolietileno ( $n = 5$  a  $13$ ), ligado a um éter, que por sua vez está ligado a um ácido sulfônico. É um ionômero perfluoro-sulfonatado polianiônico, que tem a capacidade de acumular cátions (ESPENSCHIED et al, 1986). A permeabilidade seletiva do nafion também resulta da natureza polianiônica do filme, a qual faz uma barreira para ânions e de sua estrutura microscópica de canais estreitos que evita a penetração de moléculas volumosas (HSU et al, 1983).

Figura 3 - VVL com nafion e sem nafion, na concentração de linuron 62 ppm, em eletrólito de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>.



## 4.1.2 MODIFICAÇÃO COM MATERIAL INORGÂNICO

### 4.1.2.1 Metodologia

Foi estudado o efeito da zeólita na resposta eletroquímica do pesticida carbendazim utilizando como método eletroquímico a voltametria cíclica.

Foi utilizada como célula eletroquímica nas medidas voltamétricas uma célula de vidro, de compartimento único com três eletrodos: eletrodo de prata/cloreto de prata (Ag/AgCl) como referência; eletrodo de fio de platina como eletrodo auxiliar e como eletrodos de trabalho foram utilizados CPE (grafite 3,5 gramas + Nujol 1,5 gramas) e ZMCPE (grafite 3,501 + Nujol 1,500 + Zeólita 0,250 gramas), utilizando o tampão BR 0,2 mol L<sup>-1</sup> em pH = 5.

As análises voltamétricas foram analisadas a um potencial de 1,1 a 0,25 V. A solução de estoque do MBC foi obtida pela dissolução em 90:10 (acetonitrila:ácido sulfúrico) do padrão de Carbendazim da Riedel-deHaën® com pureza de 99,1%, sendo que a solução de trabalho apresentava-se na concentração de 11 ppb.

As medidas eletroquímicas foram obtidas após 10 minutos de purga de nitrogênio com pureza de 99,999%. E realizadas em um potenciostato-galvanostato, acoplado a um computador equipado com o programa Gpes 4.9 para a aquisição de dados.

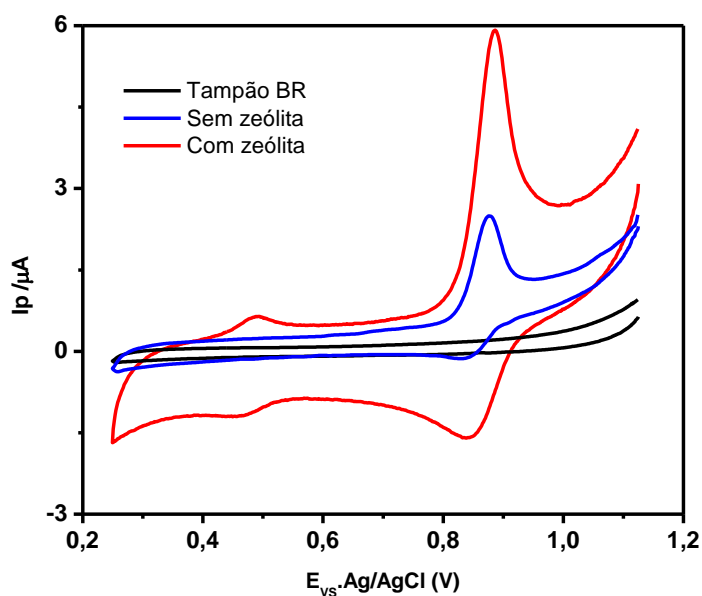
#### 4.1.2.2 Resultados e Discussão

A Figura 4 apresenta os voltamogramas cíclicos para o tampão BR utilizando CPE (voltamograma 1) e para uma solução de carbedazim (MBC) 11 ppm utilizando CPE (voltamograma 2) e ZMCPE (voltamograma 3). Pode-se observar a ausência de pico de oxidação e redução no primeiro voltamograma caracterizando que nessa janela de varredura de potencial não existe interferência do tampão. A eletroatividade do MBC é comprovada com a aparência de 1 pico de oxidação ( $I_p$  2,53 $\mu$ A/Ep 0,88V) e 1 de redução ( $I_p$  -0,67 $\mu$ A/Ep 0,84V) utilizando-se CPE, e no caso do ZMCPE ocorrem 2 picos de oxidação ( $I_p$  5,93 $\mu$ A/Ep 0,88V e  $I_p$   $\mu$ A/Ep 0,49V) e 2 de redução ( $I_p$  -1,75 $\mu$ A/Ep 0,84V e  $I_p$  -0,2067 $\mu$ A/Ep 0,45V). A presença dos quatro picos no ZMCPE se deve ao comportamento quase-reversível do MBC. Levando-se em consideração apenas o pico de oxidação de maior intensidade para os dois eletrodos observa-se um aumento de 134,4% na corrente de pico  $I_p$  sem que houvesse deslocamento no potencial de pico Ep.

As zeólitas são aluminossilicatos cristalinos de larga aplicação industrial. Numerosos processos industriais de refino, petroquímica e química fina utilizam catalisadores à base de zeólitas. As razões de seu êxito em catálise são sua alta área superficial, capacidade de adsorção, seus centros ácidos, o tamanho de seus canais e cavidades e sua seletividade de forma. Estas características fazem com que as zeólitas sejam materiais interessantes para serem utilizados também como trocadores iônicos, peneiras moleculares e adsorventes (LUZ, 1995).



Figura 4 – CV com zeólita e sem zeólita para uma solução de 11 ppm de carbedazim em tampão BR 0,2 mol L<sup>-1</sup>.



## 4.2 ATIVIDADES DE MANUTENÇÃO DO LABORATÓRIO

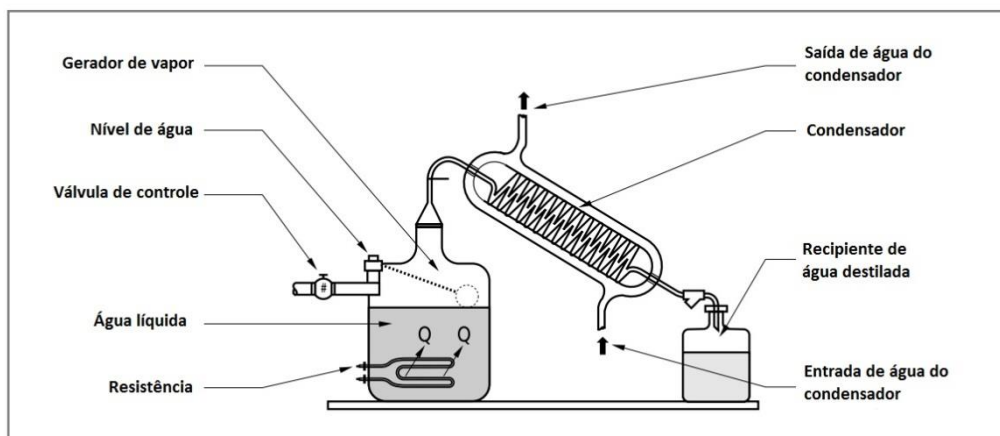
### 4.2.1 PRODUÇÃO DE ÁGUA DESTILADA

A destilação é um processo físico de separação de misturas homogêneas. Essa técnica é uma das mais aplicadas em laboratórios de Química e baseia-se na diferença de temperatura de ebulição entre as substâncias que compõem a mistura. Quando a mistura é aquecida, o líquido que possui menor ponto de ebulição evapora primeiro, passa por essa coluna e chega até o condensador, onde retorna ao estado líquido e é coletado. Assim, quando o outro líquido começa a passar para o estado de vapor, a coluna de fracionamento dificulta que ele prossiga para o condensador (FOGAÇA, 2014)

Aplicando energia de calor à água em fase líquida, por um processo de aquecimento, torna-se vapor de água, isto permite ser separado moléculas de água, das outras moléculas de substâncias ou elementos que estão presentes. O vapor de água é coletado e através de um condensador, o vapor passa para a fase líquida. Em seguida, é recolhida em tanque de armazenamento. A água destilada tem uma maior pureza em comparação com água da torneira. Água destilada é caracterizada pela ausência de sólido em suspensão e é utilizada em muitas aplicações centros para a prestação de serviços de saúde, especialmente em unidades de laboratório e de esterilização, e dietética. O grau de pureza é tanto maior quanto mais específico for os procedimentos. A água utilizada nos laboratórios deve conter uma concentração total de sólidos não mais do que 1 ppm e valores de pH de entre 5,4 e 7,2. O destilador de água reproduz o fenômeno natural. Sua configuração e design variar volumes de

água exigidos. A Figura 5 ilustra um modelo clássico de destilador de água (WASHINGTON, 2005).

Figura 5 – Esquema de um modelo clássico de destilador de água.



Fonte - WASHINGTON, 2005.

No período o estagiário acompanhou e auxiliou no processo de funcionamento dos destiladores, e a produção de água destilada. O CPBio conta atualmente com dois destiladores (Marconi MA078 e Marte), apresentado na Figura 5, com capacidade de produção de 4,5 a 5 litros por hora. Segundo informações do técnico responsável a produção é de cerca de 150 litros de água destilada por mês, um volume suficiente para abastecer o uso de todos os laboratórios da seção de química e física do Centro de Pesquisa.

Figura 6 – Sistema de destilação de água do laboratório CPBio.



Fonte – Arquivo pessoal

## 4.3 SUPERVISÃO DO USO ADEQUADO DE EQUIPAMENTOS

### 4.3.1 Balança eletrônica

Ela é usada para medir a massa de um corpo ou substância ou o seu peso, como entre massa e peso existe uma relação bem definido. Em laboratório é usada para realizar atividades de controle qualidade como para preparar misturas de componentes em proporções predefinido e para determinar as densidades ou gravidades específicas (WASHINGTON, 2005).

O princípio usado nas balanças eletrônicas (Figura 7) é a aplicação de uma força restauradora eletromagnética ao suporte do prato da balança. O prato fica sobre um cilindro metálico oco, envolto por uma bobina que se ajusta no pólo interno de um ímã cilíndrico. Uma corrente elétrica na bobina cria um campo magnético que suporta ou levita o cilindro, o prato, um braço indicador e o objeto sobre o prato. A corrente é ajustada, de modo que o nível do braço indicador fique na posição nula quando o prato está vazio. Quando um objeto é colocado no prato da balança, o deslocamento do suporte é compensado. O braço indicador e o próprio prato movem-se para baixo, o que aumenta a quantidade de luz que atinge a fotocélula do indicador de nulidade. A intensidade da força restauradora é controlada pela corrente que passa pelas bobinas do sistema de compensação eletromagnética, que, por sua vez, é proporcional à massa adicionada. A corrente da fotocélula é então amplificada e passa a

alimentar a bobina, criando assim um campo magnético maior, o que faz o prato voltar à sua posição original. A corrente necessária para manter o prato e o objeto na posição nula é diretamente proporcional à massa do objeto. Um microprocessador converte a intensidade de corrente em massa, sendo mostrada no visor (AFONSO e DA SILVA, 2004).

Tipos de balança eletrônicas:

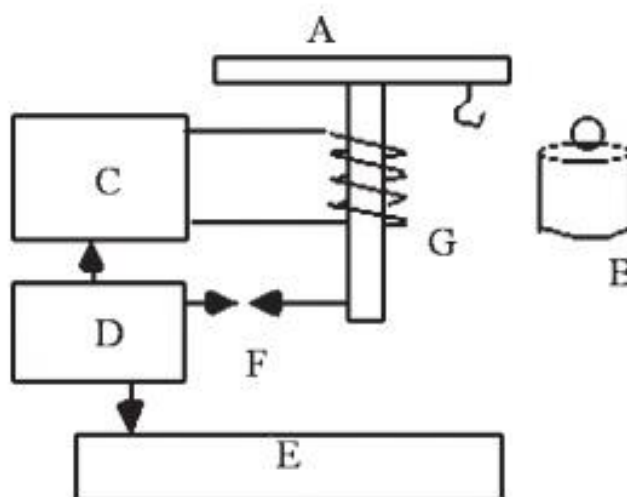
**Análítica** – Também chamada de balança de precisão é aquela de uso mais restrito, destinada principalmente a determinação de massas com alta precisão e em condições ambientais controladas (temperatura, umidade, etc.).

**Comum** – Utilizada em supermercados e no comércio em geral é destinada a medida de massas de mercadorias e produtos do dia-a-dia.

**Industrial** – Aquela que se destina a medições de cargas muito elevadas.

**Rodoviária** – Quando se destina à medição do peso de veículos em trânsito

Figura 7 - Princípio básico da balança eletrônica: A: prato da balança; B: peso interno para calibração; C: corrente; D: processador (o qual controla a calibração, a tara e o liga-desliga do aparelho); E: visor digital da massa; F: sensor; G: bobina



Fonte - AFONSO e DA SILVA, 2004.

O laboratório de preparo do CPBIO conta atualmente com três balanças, uma analítica (Shimadzu) com precisão de 0,0001 gramas e capacidade de pesar até 220 gramas, uma semi-analítica (BEL Engineering) com precisão de 0,001 gramas e capacidade de pesar até 500 gramas e uma balança comum de laboratório (Tecnal) com precisão de 0,01 gramas e

capacidade de pesar até 4100 gramas, sendo que a balança mais operada no convívio do laboratório é a balança analítica, devido a sua maior precisão na pesagem.

Figura 8 – Balança analítica Shimadzu com precisão de 0,0001 gramas do laboratório CPBio.

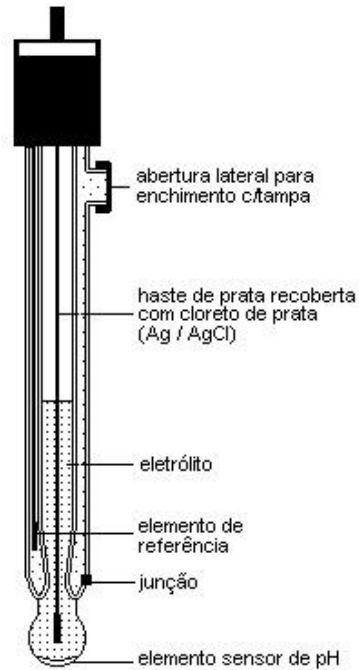


Fonte – Arquivo pessoal

#### 4.3.2 pHmetro

O sistema medidor de pH ou pH-metro consiste de um potenciômetro (aparelho medidor de diferença de potencial), um eletrodo de vidro, um eletrodo de referência e um sensor de compensação de temperatura, chamado de eletrodo de vidro combinado, se utilizados em uma única célula. Muito usado em laboratórios, o pHmetro é um medidor de potencial hidrogeniônico (pH), indicando a acidez, neutralidade ou alcalinidade de amostras diversas. Esse equipamento é composto basicamente por um eletrodo conectado a um potenciômetro, que possibilita a conversão do valor de potencial do eletrodo em unidades de pH. Quando o eletrodo é submerso na amostra, ele produz milivolts que são transformados para uma escala de pH. A calibração dos eletrodos nos reguladores de pH garante um desenvolvimento muito preciso na medição. As calibrações são realizadas com soluções de calibração de pH 4 e pH 7. (OLIVEIRA e FERNANDES, 2014).

Figura 9 – Esquema de eletrodo para medir pH.



Fonte - OLIVEIRA e FERNANDES, 2014.

O CPBIO conta com um pHmetro em funcionamento (HANNA Instruments HI 3221), sendo que o processo de calibração é o mecanismo crucial para o funcionamento correto da medida.

Figura 10 – pHmetro do laboratório CPBio.



Fonte – Arquivo pessoal

## **5 CONTRIBUIÇÕES DO ESTÁGIO PARA A FORMAÇÃO PROFISSIONAL**

A busca pelo conhecimento teórico é de suma importância para que saibamos o que estamos fazendo e conhecer as opções do que fazer e como fazer uma determinada atividade proposta, ou seja, não ser apenas mecânico ao realizar certa tarefa. Toda e qualquer atividade prática é mais bem executada quando há uma boa base teórica prévia

Porém, mesmo quando há uma ótima formação teórica, não há livros ou apostilas que ensinam o que se aprende apenas com a vivência diária. Assim sendo de suma importância a realização deste estágio, um meio de aprender aquilo que só se aprende na pratica. Onde pode se absorver de forma positiva todo o conhecimento adquirido, conhecendo novas técnicas, funcionamento e manuseio de equipamentos, organização de um laboratório, acima de tudo respeito e ética. Que irão contribuir diretamente na formação profissional.

## **6. CONSIDERAÇÕES FINAIS**

Todas as atividades propostas foram bem desenvolvidas, adquirindo o máximo conhecimento durante o estágio, que serviu como complemento da base estudada no período do curso.

Outro aspecto de profunda relevância na realização de um estágio é a vivência em um ambiente de trabalho, onde a cobrança por resultados é maior, convívio em grupo, entre outros, onde se aprendeu o que é fazer parte de uma equipe, no caso um integrante do laboratório, sabendo de suas responsabilidades e obrigações.

Procurou estar sempre participando com dedicação e interesse no que me foi proposto, respeitando colegas de estágio e supervisores, me dispondo a fazer o que fosse pedido ou simplesmente sugerido. Vejo que o estágio seja em qualquer formação é algo que não se deve ficar marcado apenas no histórico profissional, e sim que faça parte de um futuro, no qual será inserido seja qual for à área de atuação.



## 7. REFERENCIAS

AFONSO, J. C.; DA SILVA, R. M. A EVOLUÇÃO DA BALANÇA ANALÍTICA. v. 27, n. **Química Nova**, p. 1021–1027, 2004.

ALEIXO, L. M. *Chemkeys*. São Paulo, 2003.

ALVES, L. **Laboratório de Química**. Disponível em:  
<<http://www.brasilecola.com/quimica/laboratorio-quimica.htm>>. Acesso em: 30 nov. 2014.

ALVES, L. **O laboratório e a análise Química**. Disponível em:  
<<http://www.brasilecola.com/quimica/o-laboratorio-analise-quimica.htm>>. Acesso em: 30 nov. 2014.

AUCÉLIO, R. Q. Voltamétrias: Uma Breve Revisão Sobre os Conceitos. **Rev. Virtual Quim.**, 2013, 5 (4), 516-537. Ago.2013.

BEZ, R. **CONFECÇÃO DE NOVOS PRODUTOS A PARTIR DE RESÍDUOS DE MALHA**. Blumenau, 96f, 2006.

Determination of Dimoxystrobin and Azoxystrobin in Potatoes and Grapes. **Food Analytical Methods**, v. 3, n. 3, p. 205–210, set. 2010.

DORDEVIC, J. PAPP, Z. GUZSVÁNY, V. SVANCARA, I. *Sensors* 12 (2012) 148-161.

ESPENSCHIED, T.M.; CHATAK ROY, A.R.; MOORE III, R.B.; PENNER R.M.; FOGAÇA, J. R. V. **Destilação. Destilação simples e fracionada**. Disponível em:  
<<http://www.mundoeducacao.com/quimica/destilacao.htm>>. Acesso em: 1 dez. 2014.

FOGAÇA, J. R. V. **Equipamentos usados no Laboratório de Química**. Disponível em:  
<<http://www.alunosonline.com.br/quimica/equipamentos-usados-no-laboratorio-quimica.html>>. Acesso em: 28 nov. 2014.

FOGAÇA, J. R. V. **Físico-Química. Áreas de estudo da Físico-Química**. Disponível em: <<http://www.mundoeducacao.com/quimica/fisico-quimica.htm>>. Acesso em: 30 nov. 2014.

FUNGARO, D. A. Eletrodos modificados com polímeros perfluorados e sulfonados: aplicações em análises ambientais. **Química Nova**, n. 23, p. 805–811, 2000.

GONZALEZ, M. **La Guía de Química**. Disponível em: <http://quimica.laguia2000.com/conceptos-basicos/potenciostato#ixzz3GLVO4oRj>. Acessado em Outubro de 2014.

HSU, W.Y.; GIERKE, T.D. J. Membr. Sci., **1983**, (13), 307

LUZ, A. B. Zeólitas: propriedades e usos industriais. Rio de Janeiro, 35p, 1995.

MARASCHIN, L. **Avaliação do Grau de Contaminação por Pesticidas nas Águas dos principais rios formadores do Pantanal Mato-Grossense**. Cuiabá, Cap. 2, 2003.

OLIVEIRA, R. DE; FERNANDES, C. **ESTUDO E DETERMINAÇÃO DO “pH”**, Disponível em: <<http://www.dec.ufcg.edu.br/saneamento/PH.html>>. Acesso em: 1 dez. 2014.

OYAMA, N.; ANSON, F. C.; *J. Electrochem. Soc.* **1980**, 127, 247.

PACHECO, W. F., SEMAAN, F. S.; ALMEIDA, V. G. K.; RITTA, A. G. S. L.;

PEREIRA, A. C.; SANTOS, A. S.; KUBOTA, L. T., Tendências em modificação de eletrodos amperométricos para aplicações eletroanalíticas, **Quim. Nova**, 25: 1012, 2002.

**Portal da Universidade Estadual de Mato Grosso do Sul**. Disponível em:

<<http://www.uems.br/portal/historia.php>>. Acesso em: 30 nov. 2014.

SANTOS, L. R. DOS. **Físico-química - Ciências**. Disponível em:

<<http://www.infoescola.com/quimica/fisico-quimica/>>. Acesso em: 30 nov. 2014.

SVANCARA, I.; HVIKDALOVA, M.; VYTRAS, K.; KALCHER, K.; NOVOTNY, R. A microscopic study on carbon paste electrodes. **Electroanalysis**, 8, pag61-5, 1996.

TEIXEIRA, M. de O.; NUNES, T. C. M e MELLO, J. M. C. **História, Ciências, Saúde**. Manguinhos, 1998.

VAZ, C. M. P.; CRESTANA, S.; MACHADO, S.A.S.; MAZO, L.H.; AVACA, L.A.

**International Journal of Environmental and Analytical Chemistry**, 1996.

WANG, J. **Analytical electrochemistry**. New York: VCH, 1994.

WASHINGTON, D. C. **MANUAL DE MANTENIMIENTO PARA EQUIPO DE LABORATORIO**. Tecnología y Prestación de Servicios de Salud (THS), 209f, 2005.

## ANEXOS

### ANEXO A - PROCEDIMENTO DE USO RESUMIDO – DESTILADOR

#### Orientação Geral:

- Proceda com a limpeza do destilador pelo menos uma vez no ano;
- A limpeza da caldeira do destilador deve ser feita com auxílio de solução 5% de ácido tricloroacético ou 10% ácido acético, panos, buchas e palha de aço;
- Não deixe o destilador funcionando sem supervisão por mais de duas horas.

#### Operação:

1. Gire no sentido anti-horário o registro de água até o fim, o mesmo se encontra logo abaixo do destilador (é possível observar a saída de água na mangueira de esgotamento do equipamento);
2. Aperte a mangueira de saída de água do destilador (canto inferior direito do destilador);
3. Segure firme o aperto até sair água pela parte superior da pré-caldeira (caixa de plástico preto), o tempo para essa operação é cerca de um minuto;
4. Acione o interruptor do destilador, o mesmo se encontra próximo do registro de água a direita (ao ligar pode ser ouvido o funcionamento das resistências);
5. Após acumular a quantidade suficiente, desligue o destilador no interruptor;
6. Aguardar um minuto e então gire no sentido horário o registro de água até o fim.

#### Orientação Geral:

- Proceda com a limpeza do destilador pelo menos uma vez no ano;
- A limpeza da caldeira do destilador deve ser feita com auxílio de solução 5% de ácido tricloroacético ou 10% ácido acético, panos, buchas e palha de aço;
- Não deixe o destilador funcionando sem supervisão por mais de duas horas.

#### Operação:

7. Mova no sentido anti-horário o registro de água até o fim, é possível observar a saída de água na mangueira de esgotamento do equipamento;
8. Abra no sentido anti-horário o registro de saída do destilador (centro inferior traseiro do destilador, maçaneta azul) o suficiente para que a água fique no nível cinco centímetros acima das resistências da caldeira (geralmente uma volta até 3-4 voltas);
9. Acione o disjuntor do equipamento, localizado na parte inferior traseira direita do destilador, o botão vermelho frontal ficará aceso;

10. Aperte o botão verde do destilador, o mesmo se acende e as resistências ficarão vermelhas ao rubro;
11. Após acumular a quantidade suficiente, aperte o botão vermelho e desligue o disjuntor traseiro do equipamento;
12. Aguardar um minuto e feche no sentido horário o registro de saída do destilador (centro inferior traseiro do destilador, maçaneta azul);
13. Mova no sentido horário o registro de água até o fim.

## ANEXO B - PROCEDIMENTO DE USO RESUMIDO – BALANÇAS

### Orientação Geral:

- Verifique sempre se a bolha de nivelamento está centrada no círculo;
- Não coloque os reagentes químicos diretos no prato;
- Reagentes voláteis e corrosivos devem ser pesados em recipiente fechados;
- A limpeza da balança deve ser feita com um pincel de cerdas macias logo após a pesagem;
- Não pesar amostras quentes ou resfriadas, aguarde que a amostra a ser pesada esteja à temperatura da sala da balança.

### Operação das balanças modelos BEL engineering

#### **Tara e Pesagem:**

14. Ao ligar na tomada a balança, aguarde o teste padrão da balança e calibração automática;
15. Quando no visor aparecer apenas um ponto, a balança estará em STAND BY;
16. Aperte a tecla ON/OFF para ligar;
17. Coloque um recipiente sobre o prato;
18. Aguarde a estabilização, pressione a tecla TARE (onde aparecerão uns traços);
19. Após o término da tara, aparecerá os zeros no visor;
20. Coloque no recipiente de pesagem;
21. Aguarde a estabilização do valor de pesagem;
22. Faça a leitura do valor.

### Operação da balança Shimadzu

#### **Tara e Medida:**

1. Pressione a tecla LIGAR/RET. (o STAND BY desaparece e o visor fica todo aceso);
2. Serão realizados o teste padrão e calibração automaticamente;
3. Aparecerá o zero no visor;
4. Coloque o recipiente de taragem sobre o prato;
5. Aguarde o símbolo de estabilidade (▸) aparecer no visor;
6. Pressione a tecla TARE;
7. Após o aparecimento dos zeros, coloque a amostra no prato;
8. Faça a leitura após o símbolo de estabilidade (▸) aparecer.

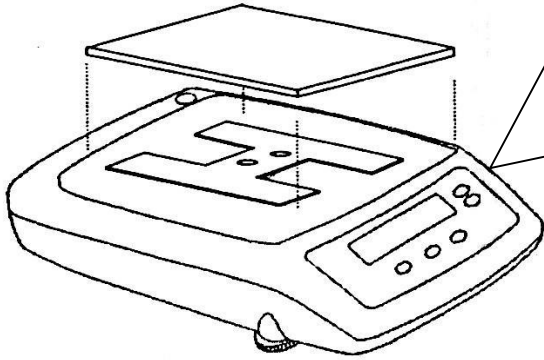
### Referência:

- Shimadzu Corporation. Manual de Instruções Balanças Analíticas modelos AW/AX/AY de editoração da Shimadzu. Tóquio, Japão, 2004.
- BEL Engineering. Manual do usuário linhas 6K/16K de editoração da BEL. São Paulo, SP, 2004.
- Pompeiro, Armando J. L. O. *et. Al.*. Técnicas e operações unitárias em química laboratorial. 4ª edição. Lisboa, Portugal. Fundação Calouste GulbenKian, 2003. p. 21-31.

### Limpeza das Balanças

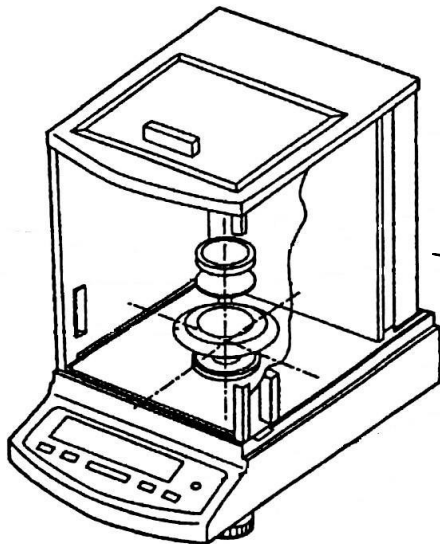
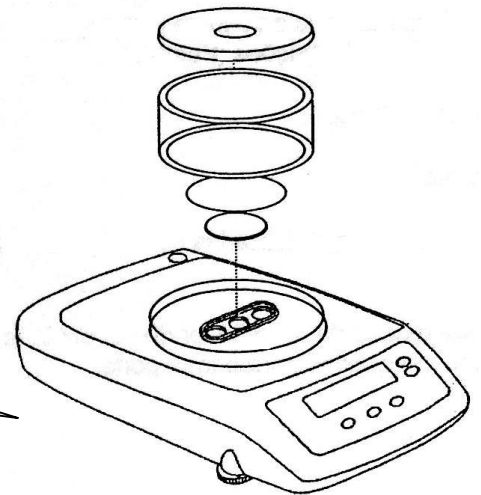
- Use um pano macio e umedecido com um detergente neutro;
- Retire o prato para lavagem na pia e a câmara de proteção (no caso da balança semi-analítica);
- Antes de colocar novamente o prato e as outras partes, certifique ambos estejam bem secos, use para secagem rápida um pano com isopropanol.

• TIPOS DE BALANÇA



Balança comum de laboratório:  
 Precisão – 0,01g  
 Peso máximo – 4.100g  
 Pesagem de plantas (folhas, raízes, frutos, etc.); fase estacionária, amostras não tratadas e etc.

Balança semi-analítica:  
 Precisão – 0,001g  
 Peso máximo – 500g  
 Pesagem de amostra pré-tratada, sais diversos e etc.



Balança analítica:  
 Precisão – 0,0001g  
 Peso máximo – 220g  
 Pesagem de amostra purificada, pequenas frações de amostra, padrões analíticos, padrões, corantes, indicadores e etc.

## ANEXO C - PROCEDIMENTO DE USO RESUMIDO – POTENCIÔMETRO (pHMETRO)


### Orientação Geral:

- Faça calibração do eletrodo com as soluções tampão pH 4 e 7 ao ligar o pHmetro;
- Fazer a reposição da solução de referência (KCl 3M) toda vez que a mesma estiver  $\pm 1$  cm abaixo do respiro (parte superior);
- Deixar o eletrodo em repouso na solução de KCl 3M quando não estiver em uso;
- A calibração anterior feita fica mantida mesmo estando em “STAND BY”, mas é perdida quando o pHmetro é desligado pelo plug traseiro ou retirado da tomada;
- Para limpar o eletrodo entre as leituras ou depois de sair da solução de repouso, utilize papel macio que não solte farpas ou algodão;
- Para lavar o eletrodo utilize água destilada;
- Para iniciar a calibração ou a leitura sempre abra o respiro;
- Mergulhe o eletrodo no mínimo até o contato de cerâmica (ponto branco próximo ao bulbo) e no máximo até abaixo do nível da solução de referência, não esqueça mergulhar também o termômetro.

### Operação


- o Calibração:


23. Ligue o equipamento acionando o interruptor posicionado na parte superior esquerda traseira e

depois a tecla  ;

24. Aguarde até o visor apresentar “ESCOLHA A OPÇÃO” e tecla  ;

25. Na tela subsequente tecla novamente  ;

26. Siga as instruções e após ter colocado a solução padrão pH 7 tecla  ;

27. Siga as instruções e após ter colocado a solução padrão pH 4 tecla  ;

28. Estando tudo ok a parecerá no visor “OK”;

- o Leitura:

▪ No menu “ESCOLHA A OPÇÃO” tecla  ;

▪ Aguarde até a estabilidade para fazer a leitura.

### Referência:

- Tecnal – equipamentos para laboratório Ltda. Manual do medidor de pH TEC-3MP. Piracicaba, SP, Jan/2005.



### Orientação Geral:

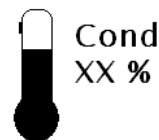
- Faça calibração do eletrodo com as soluções tampão pH 4 e 7 ao ligar o pHmetro;
- Deixar o eletrodo em repouso na solução de KCl 3M quando não estiver em uso;


- A calibração anterior feita fica mantida mesmo estando em “STAND BY”, mas é perdida quando o pHmetro é desligado pelo plug traseiro ou retirado da tomada;
- Para limpar o eletrodo entre as leituras ou depois de sair da solução de repouso, utilize papel macio que não solte farpas ou algodão;
- Para lavar o eletrodo utilize água destilada;
- Para iniciar a calibração ou a leitura sempre abra o respiro;
- Mergulhe o eletrodo no mínimo até o contato de cerâmica (ponto branco próximo ao bulbo) e no máximo até abaixo do nível da solução de referência, não esqueça mergulhar também o termômetro.

### Operação


#### ○ Calibração:

1. Ligue o equipamento acionando o interruptor posicionado na parte superior direita traseira;
2. Quando o visor apresentar “pH” na tela, clicar no botão “CAL”;
3. Aparecerá na tela “Calibração” no canto superior esquerdo e no canto inferior direito aparecerá o primeiro padrão pH 7,01 para ser colocado;
4. Lave e limpe o eletrodo e coloque-o na solução padrão pH 7;
5. Aparecerá no canto superior direito o seguinte símbolo , aguarde até o mesmo desaparecer e irá surgir no canto inferior direito a palavra “Confirma”;
6. Clicar no botão logo abaixo da palavra “Confirma”;
7. Canto inferior direito aparecerá o segundo padrão pH 4,01 para ser colocado;
8. Lave e limpe o eletrodo e coloque-o na solução padrão pH 4;
9. Aparecerá no canto superior direito o seguinte símbolo , aguarde até o mesmo desaparecer e irá surgir no canto inferior direito a palavra “Confirma”;
10. Clicar no botão logo abaixo da palavra “Confirma”;
11. Clicar então em “ESC”;



12. No canto superior esquerdo aparecerá a seguinte imagem , onde XX é o valor do “Slope” do eletrodo devido a calibração.

#### ○ Leitura:

- Colocar o eletrodo limpo na solução de medida;
- Aparecerá no canto superior direito o seguinte símbolo , aguarde até o mesmo desaparecer para anotar o pH.