

**INSTITUTO FEDERAL DE ALAGOAS
MESTRADO EM TECNOLOGIAS AMBIENTAIS**

CHARLES BRONSON BEZERRA DE LUCENA

**DESENVOLVIMENTO DE UM POTENCIOSTATO PORTÁTIL DE BAIXO CUSTO
E SEU USO EM ANÁLISES AMBIENTAIS**

Marechal Deodoro

2023

CHARLES BRONSON BEZERRA DE LUCENA

**DESENVOLVIMENTO DE UM POTENCIOSTATO PORTÁTIL DE BAIXO CUSTO
E SEU USO EM ANÁLISES AMBIENTAIS**

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado ao Programa de Pós-Graduação em Tecnologias Ambientais (Modalidade Mestrado Profissional) como requisito para a obtenção do título de Mestre em Tecnologias Ambientais.

Orientador: Prof. Dr. Phabyanno Rodrigues
Lima

Marechal Deodoro

2023



**Dados Internacionais de Catalogação na
Publicação
Instituto Federal de Alagoas
Campus Marechal Deodoro
Biblioteca Dorival Apratto**

L935d

Lucena, Charles Bronson Bezerra de.

Desenvolvimento de um potenciostato portátil de baixo custo e seu uso em análises ambientais / Charles Bronson Bezerra de Lucena. – 2023.

61 f. : il., color.

2.16 megabytes (PDF)

Inclui bibliografia e figuras.

Dissertação (Mestrado Profissional em Tecnologias Ambientais) – Instituto Federal de Alagoas, *Campus Marechal Deodoro*, Marechal Deodoro, 2023.

Orientador: Prof. Dr. Phabyanno Rodrigues Lima

1. Potenciostatos. 2. Eletroquímica – sensores eletroquímicos. 3. Meio ambiente. I. Título. II. Lima, Phabyanno Rodrigues.

CDD: 541.37


**Maria Jôse Nascimento Leite Machado
Bibliotecária – CRB 4/2125**

CHARLES BRONSON BEZERRA DE LUCENA

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado ao Programa de Pós-Graduação em Tecnologias Ambientais (Modalidade Mestrado Profissional) como requisito para a obtenção do título de Mestre em Tecnologias Ambientais.


Aprovado em 18 de setembro de 2023.

Orientador:


 Documento assinado digitalmente
PHABYANNO RODRIGUES LIMA
Data: 09/01/2024 11:29:11-0300
Verifique em <https://validar.iti.gov.br>

Dr. Phabyanno Rodrigues Lima - IFAL / Campus Marechal Deodoro

Banca examinadora:

 Documento assinado digitalmente
CLEYLTON BEZERRA LOPES
Data: 09/01/2024 10:33:24-0300
Verifique em <https://validar.iti.gov.br>

Dr. Cleylton Bezerra Lopes – IFAL / Campus Satuba

 Documento assinado digitalmente
FRANCISCO DE ASSIS DOS SANTOS SILVA
Data: 09/01/2024 10:20:10-0300
Verifique em <https://validar.iti.gov.br>

Dr. Francisco de Assis dos Santos Silva - IFBAIANO / Campus Alagoinhas

Marechal Deodoro, AL

2023

*A Deus toda gloria primeiramente, pela força,
saúde e companhia. A seu Filho Jesus Cristo
pelo amor e a paz nos Momentos delicados e
difíceis...*

AGRADECIMENTOS

A minha mãe que é meu maior exemplo da minha vida, que com muito esforço e dedicação soube mostrar o melhor caminho a ser trilhado neste mundo, através da educação e muito amor dados a mim.

A minha irmã e sobrinhos sempre atenciosos e pessoas muito valorosas das quais me orgulho muito.

Ao meu orientador, Prof. Dr. Phabyanno Rodrigues, pela compreensão, amizade e confiança depositada, sendo um grande mestre, com quem aprendo por demais.

Ao amigo e professor Alberto do IFAL Campus Maceió pela parceria, amizade e valiosa ajuda no percurso desta pesquisa.

Aos membros da banca examinadora, Francisco e Cleylton, pois foram escolhidos por serem profissionais destacáveis.

Ao professore Fred e a professora Rosanny pela valorosa consultoria.

E a todos os amigos que de alguma forma ajudaram-me neste percurso.

Muito obrigado!!!

“A simplicidade é o último grau da sofisticação”
(Leonardo da Vinci)

LUCENA, Charles Bronson Bezerra de. Desenvolvimento de um Potenciostato Portátil de Baixo Custo e seu Uso em Análises Ambientais. Trabalho de Conclusão de Curso (Mestrado em Tecnologias Ambientais) – Campus Marechal Deodoro, Instituto Federal de Alagoas, Marechal Deodoro, 2023.

RESUMO

A população do planeta vem crescendo de forma consistente ao longo das décadas. As mais recentes projeções apontam que nos próximos dez anos tenhamos um incremento de 80 milhões de pessoas e que esse número só irá aumentar nas décadas seguintes. Este fato trará uma série de desafios e dentre eles podemos citar a necessidade de produzir alimentos para esse grande número de pessoas sem comprometer o meio ambiente ainda mais. A cada ano, a safra agrícola no Brasil vem batendo recordes, da mesma forma que o uso de defensivos agrícolas é incrementada na mesma direção. Se não forem utilizados de forma adequada estas substâncias tendem a prejudicar o meio ambiente de forma acelerada e seu monitoramento faz-se cada vez mais necessário. Este monitoramento é realizado através de análises químicas. Conscientizar as novas gerações acerca dos problemas relacionados a degradação do meio ambiente é importante e isto pode ser feito nas aulas de química. Como é notório, a realização de práticas em laboratório torna o aprendizado mais fácil e efetivo. Neste viés, a realização de aulas práticas necessita de um equipamento essencial: um potenciostato. Este equipamento possui um alto custo e seu uso está na maioria das vezes restrito a laboratórios de pesquisa. Esta pesquisa buscou desenvolver um potenciostato capaz de realizar análises eletroquímicas tendo como principais características seu baixo custo, facilidade de fabricação e portabilidade onde seu foco não é a realização de análises com grande precisão para ser utilizado em aulas para a quantificação de contaminantes de interesse ambiental. Buscamos na literatura projetos que contemplavam algumas destas características para promover adaptações e melhorias com o intuito de minimizar custos. O equipamento desenvolvido foi submetido a calibração pelo método de resistência elétrica para verificar sua obediência à lei de Ohm. O mesmo apresentou uma diferença de $\pm 0,14\%$ em relação a uma resistência fictícia frente a uma diferença de $\pm 0,1\%$ apresentada por um potenciostato comercial. Melhorias no futuro tais como aperfeiçoamento do software com a inserção de novas técnicas eletroquímicas, modificação do microcontrolador (arduino pro mini, ou similar) e desenvolvimento de um outro cabo de comunicação.

Palavras-chave: Potenciostatos; Eletroquímica; Sensores eletroquímicos; Meio-Ambiente.

LUCENA, Charles Bronson Bezerra de. Development of a Low Cost Portable Potentiostat and its Use in Environmental Analysis. Completion of course work (Master in Environmental Technologies) – Campus Marechal Deodoro, Instituto Federal de Alagoas, Marechal Deodoro, 2023.

ABSTRACT

The planet's population has been growing consistently over the decades. The most recent projections indicate that in the next ten years we will have an increase of 80 million people and that this number will only increase in the following decades. This fact will bring a series of challenges and among them we can mention the need to produce food for this large number of people without compromising the environment even further. Each year, the agricultural harvest in Brazil has been breaking records, in the same way that the use of agricultural pesticides is increasing in the same direction. If these substances are not used appropriately, they will quickly harm the environment and monitoring becomes increasingly necessary. This monitoring is carried out through chemical analysis. Raising awareness among new generations about problems related to environmental degradation is important and this can be done in chemistry classes. As is well known, carrying out practices in the laboratory makes learning easier and more effective. In this sense, carrying out practical classes requires essential equipment: a potentiostat. This equipment is expensive and its use is mostly restricted to research laboratories. This research sought to develop a potentiostat capable of carrying out electrochemical analyzes with the main characteristics being its low cost, ease of manufacture and portability where its focus is not on carrying out analyzes with great precision to be used in classes for the quantification of internal contaminants. -environmental stress. We searched the literature for projects that included some of these characteristics to promote adaptations and improvements with the aim of minimizing costs. The equipment developed was subjected to calibration using the electrical resistance method to verify its compliance with Ohm's law. It presented a difference of $\pm 0.14\%$ in relation to a fictitious resistance compared to a difference of $\pm 0.1\%$ presented by a commercial potentiostat. Improvements in the future such as improving the software with the insertion of new electrochemical techniques, modifying the microcontroller (Arduino pro mini, or similar and developing another communication cable.

Keywords: Potentiostats; Electrochemistry, Electrochemical sensors; Environment.

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

	Página
Figura 1 - Arranjo típico para medidas potenciométricas com um eletrodo de membrana. ...	23
Figura 2 - Um potenciostato com amp-op. A célula com três eletrodos tem um eletrodo de trabalho (ET), um eletrodo de referência (ER) e um contra-eletrodo (CE).	23
Figura 3 - Número de publicações na base de dados bibliográfica Scopus sobre a temática abordada nesta pesquisa.	27
Figura 4 - Número de publicações na base de dados bibliográfica Google Scholar sobre a temática abordada nesta pesquisa.	28
Figura 5 - Componentes eletrônicos utilizados na eletrônica analógica.	29
Figura 6 - Representações de uma Célula Eletroquímica.	32
Figura 7 . Representação de uma célula eletroquímica com três eletrodos.	32
Figura 8 . Célula eletroquímica real. 1 – Eletrodo de referência; 2 – Capilar; 3 – Eletrodo de trabalho; 4 – Contra-Eletrodo de Platina; 5 – Eletrólito.	33
Figura 9 - Esquema Básico de um Potenciostato.	34
Figura 10 - Placa eletrônica de um potenciostato comercial.	35
Figura 11 . Representação de voltamograma cíclico para uma reação hipotética ($A^{n+1} + e^- \rightarrow B^{n-1}$) de oxi-redução.	40
Figura 12 . Arduino Uno.	41
Figura 13 . Arduino Nano.	42
Figura 14 – (a) placa eletrônica do potenciostato construído para as análises desta pesquisa. (b) invólucro e cabo para conexão dos eletrodos.	46
Figura 15 . Eletrodo Metrohm Drop Sens DRP-110.	48
Figura 16 - Montagem para calibração utilizando uma resistência fixa.	51
Figura 17 - Gráfico de Tensão x Corrente Teórica/Corrente Nominal. Velocidade 25 mV/s.	52
Figura 18 - Gráfico de Tensão x Corrente Teórica/Corrente Nominal. Velocidade 50 mV/s.	52
Figura 19 . Gráfico de Tensão x Corrente Teórica/Corrente Nominal. Velocidade 100 mV/s.	53
Figura 20 . Voltagramas cíclicos realizados na velocidades de varredura de 25 mV/s em solução contendo ferricianeto e ferrocianeto de potássio.	53
Figura 21 . Voltagramas cíclicos realizados na velocidades de varredura de 50 mV/s em solução contendo ferricianeto e ferrocianeto de potássio.	54

Figura 22. Voltagramas cíclicos realizados na velocidades de varredura de 100 mV/s em solução contendo ferricianeto e ferrocianeto de potássio.	54
Figura 23. Gráfico da raiz quadrada da velocidade de varredura versus a corrente anódica máxima. (•) Potenciostato da Presente Pesquisa; (•) Potenciostato Comercial.....	56

LISTA DE TABELAS

	Página
Tabela 1 – Potenciostatos localizados durante a revisão bibliográfica com base nos critérios de faixa de corrente e tensão, facilidade de aquisição dos componentes eletrônicos, controlador, custo dos materiais, software, portabilidade e técnicas eletroquímicas disponíveis.....	37
Tabela 2. Custo de produção do potenciostato.	45
Tabela 3 - Parâmetros utilizados nas análises de calibração.	49
Tabela 4 - Faixas de Medição x Resistor Shunt.	50
Tabela 5 - Coeficientes angulares (m), coeficientes lineares (n) e equação da reta das calibrações do potenciostato da presente pesquisa utilizando um resistor de 10 k Ω	51
Tabela 6 - Potenciais e correntes de pico dos respectivos voltamogramas cíclicos em velocidades de varredura diferentes obtidos com o potenciostato objeto desta pesquisa (P) e obtidas utilizando um potenciostato comercial (C).	55

LISTA DE ABREVIATURAS

amp-op – Amplificador Operacional

CE – Contra Eletrodo

DDP – Diferença de Potencial

ER – Eletrodo de Referência

IEC – International Electrotechnical Commission

ET – Eletrodo de Trabalho

μA – Microamperes

mA – Miliamperes

VOC - Oscilador Controlado por Tensão

VCC – Tensão Contínua

LISTA DE SÍMBOLOS

A – Ampères

V – Volts

Ω – ohm

k – kilo

μ - Micro

m - Mili

SUMÁRIO

	Página
1. INTRODUÇÃO	16
2. REVISÃO DE LITERATURA.....	26
2.1 A Eletrônica.....	28
2.2 Sensores Eletroquímicos	30
2.3 Célula Eletroquímica de três Eletrodos.....	31
2.4 Métodos de Voltametria	33
2.5 Potenciostato.....	34
2.6 Métodos de Calibração.....	38
2.6.1 Método de Calibração por meio de um resistor	38
2.6.2 Calibração por voltametria de ferricianeto de potássio $K_3Fe(CN)_6$	39
2.7 Plataforma de Prototipagem Arduino.....	40
3. OBJETIVOS.....	43
3.1 Objeto geral	43
3.2 Objetivos específicos.....	43
4.0 MATERIAL E MÉTODOS.....	44
4.1 Reagente	48
4.2 Procedimento	48
5 RESULTADOS E DISCUSSÃO.....	50
5.1 Calibração através de um resistor	50
5.2 Comparação por voltametria cíclica de ferricianeto de potássio $K_3Fe(CN)_6$	53
6 CONCLUSÕES	58
7 REFERÊNCIAS.....	59

1. INTRODUÇÃO

A conferência das Nações Unidas sobre o Meio Ambiente Humano, ou simplesmente Conferência de Estocolmo, que ocorreu em 1972 na capital da Suécia foi o primeiro evento organizado pela Organização das Nações Unidas (ONU) para discutir de maneira ampla questões ambientais. Esta conferência foi um marco para defesa e proteção do meio ambiente e sua declaração final contém 8 metas e 26 princípios. A partir dos objetivos traçados por esta conferência, muitas ações vêm sendo desenvolvidas no setor do meio ambiente para estabelecer bases metodológicas para desenvolvimento de estudos ambientais.

Entre os princípios estabelecidos no documento final podemos destacar o princípio 7 que sugere que os Estados devem tomar todas as medidas possíveis para impedir a poluição dos mares por substâncias que possam por em perigo a saúde do homem, os recursos vivos e a vida marinha, menosprezar as possibilidades de derramamento ou impedir outras utilizações legítimas do mar e o princípio 18 que pontua que como parte de sua contribuição ao desenvolvimento econômico e social deve-se utilizar a ciência e a tecnologia para descobrir, evitar e combater os riscos que ameaçam o meio ambiente, para solucionar os problemas ambientais e para o bem comum da humanidade (UNEP, 1972).

As Nações Unidas (UN, 2019) projetam, em 2030, que o planeta terra terá 80 milhões de pessoas a mais que em 2019, totalizando 8,5 bilhões e esse número segue crescendo e totalizando 9,7 bilhões em 2050 e 10,69 bilhões em 2100. É notório que este crescimento considerável da população mundial trará importantes impactos para o meio ambiente, notadamente a necessidade de produzir-se alimentos para alimentar tamanha população e atualmente produzir mais alimentos é quase sinônimo de aumentar ainda mais o uso de defensivos agrícolas.

Agrotóxicos, defensivos agrícolas, pesticidas, praguicidas, remédios de planta, veneno. Essas são algumas das inúmeras denominações relacionadas a um grupo de substâncias químicas utilizadas no controle de pragas (animais e vegetais) e doenças de plantas (FUNDACENTRO, 1998).

Nas últimas décadas o uso de pesticidas aumentou indiscriminadamente, causando danos ambientais de grande magnitude, como a poluição de corpos hídricos, afetando ativamente

a qualidade de vida das populações ribeirinhas. Nestas três décadas mais recentes, o Brasil quadruplicou a utilização de pesticidas (agrotóxicos), o que nos levou ao ranking mundial no consumo destes produtos. (BARBOSA , 2011)

A poluição dos corpos hídricos é um dos principais pontos a serem considerados dentro desta temática, pois a sua contaminação, seja de origem inorgânica, orgânica (categoria que se enquadra a maior parte dos pesticidas) ou biológica, tem grande potencial de afetar negativamente a saúde da população, dos ecossistemas aquáticos e da natureza. (MASINDI; MUEDI, 2018)

A análise ambiental tem como objetivo principal servir de embasamento para o manejo dos recursos ambientais visando a proteção dos sistemas ambientais. Para (OLIVEIRA; MACHADO, 2004) as técnicas voltamétricas apresentam uma grande importância, pois os materiais desenvolvidos recentemente vêm sendo remodelados e apresentam um design miniaturizado, tornando-os práticos e portáteis, excelentes para pesquisas de campo.

A Química é a ciência que estuda a matéria, suas estruturas e propriedades, bem como as transformações que ela pode desenvolver. Seguindo este mesmo viés, “a química pode ser considerada como uma linguagem capaz de facilitar a leitura do mundo”. (CHASSOT, 2018).

Com base nesta afirmação e considerando que a química está presente no nosso dia-a-dia é fácil concluir que o ensino de química é necessário para facilitar a compreensão do nosso cotidiano. Apesar disso, conforme ainda pontua, “a constatação é de que tem sido um desafio para a sala de aula tornar o ensino de química útil” (CHASSOT, 2018).

O ser humano é uma espécie que está em constante evolução, desta forma, é normal que com o passar dos anos surjam novas tecnologias e modos diferentes de ver a vida onde o ensino deve acompanhar estas mudanças sob pena de tornar-se injustamente irrelevante sob o ponto de vista das novas gerações. Assim, utilizar como recurso didático apenas fórmulas e conceitos reforça nos alunos a percepção que a química é uma disciplina distante da realidade. Como observa (SCHNETZLER; ARAGÃO, 1995) o ensino de química ainda hoje, continua sendo:

Uma prática de ensino encaminhada quase exclusivamente para a retenção, por parte do aluno, de enormes quantidades de informações passivas, com o propósito de que essas sejam memorizadas, evocadas e devolvidas nos mesmos termos em que foram apresentadas na hora dos exames, através de provas, testes, exercícios mecânicos repetitivos... (SCHNETZLER; ARAGÃO, 1995)

Sabemos que o ser humano consegue reter melhor a informação utilizando os seus sentidos então, faz-se necessário utilizar-se de meios que tragam a esses estudantes um novo desafio alinhado ao uso de novas tecnologias. Isto busca trazer o interesse desses estudantes ao ensino de química ou de qualquer outro conhecimento. É preciso adaptar-se a geração que utilizada freneticamente o smartphone, o computador, as redes sociais, etc. Para o autor José Moran (2018), a aprendizagem por meio da transmissão é importante, mas a utilização complementar de outros recursos, como por exemplo por questionamento e experimentação é mais relevante para uma compreensão mais ampla e profunda.

Todavia, não podemos esquecer as inúmeras dificuldades que o ensino do nosso país enfrenta: falta de recursos, professores sem a qualificação constante e adequada, além de problemas de ordem social como estudantes com problemas de violência e drogas próximo ao local onde moram e às vezes sem condições de alimentar-se adequadamente.

Somado as dificuldades elencadas anteriormente, a realização de experimentos didáticos nas escolas brasileiras, sobretudo em escolas públicas sejam elas estaduais ou municipais, notadamente ao ensino de química e eletroquímica enfrenta ainda outras dificuldades que limitam o uso deste recurso didático tão essencial. Neste viés, podemos destacar a falta de um local apropriado para realização dos experimentos, materiais, reagentes e equipamentos tal como um potenciostato, sobretudo devido ao seu alto valor.

A eletroquímica estuda reações químicas que envolvem corrente elétrica e potencial, e seu entendimento tem contribuído de forma efetiva para os grandes avanços do mundo contemporâneo. De fato, a eletroquímica está correlacionada a muitos temas da atualidade, como por exemplo, carros elétricos e a necessidade de utilização de baterias eficientes, a necessidade de utilização de fontes alternativas e limpas de energia com o uso de células solares, a necessidade de encontrar formas simples e baratas de detectar contaminantes no meio-ambiente, só para citar alguns. (ZANONI, 2017)

Em setembro de 2023, um potenciostato, por exemplo, não pode ser encontrado no mercado nacional ou estrangeiro por menos de 15 mil reais ou 3 mil dólares americanos. Modelos mais avançados podem custar algo próximo a milhares de reais. Este valor é considerado elevado para grande parte das escolas brasileiras, sobretudo as municipais e estaduais e até mesmo

pelas federais se levarmos em consideração turmas com muitos alunos no qual um único equipamento pode tornar-se inviável para uso de todos os alunos. Na prática, nas Escolas e Institutos, este dispositivo está restrito a laboratórios de pesquisa e dificilmente estará disponível em um laboratório didático.

Considerando uma turma média de 30 alunos e admitindo 2 alunos por equipamento estamos falando de um investimento mínimo de R\$ 225.000,00 por escola. Se pudermos adquirir materiais para construção destes equipamentos por uma fração deste valor e os próprios alunos puderem construir estes equipamentos ganhamos duplamente. Tornamos mais próximo à realidade a aquisição, ganham os alunos da área de química utilizando este equipamento e ganham também os alunos de cursos voltados para eletro/eletrônica pois também podem colocar em prática conhecimentos adquiridos em seus cursos.

Sob este viés, seria necessária uma instituição pública com alunos aptos a construção dos mesmos. Pela sua abrangência nacional, por possuir cursos voltados à áreas tecnológicas e voltada para inovação é plausível que estes dispositivos poderiam ser desenvolvidos e construídos por alunos pertencentes a Rede Federal de Educação Profissional, Científica e Tecnológica.

A criação da Rede Federal de Educação Profissional, Científica e Tecnológica (RFEPC) remonta ao ano de 1909, quando, o então Presidente do Brasil, Nilo Peçanha, criou 19 escolas de Aprendizes Artífices. Estas Escolas deram origem, mais tarde, às Escolas Técnicas Federais, as Escolas Agrotécnicas Federais e aos Centros de Educação Profissional e Tecnológica, que no ano de 2008, foram reunidas, quase que integralmente, sob a alcunha de Institutos Federais de Educação, Ciência e Tecnologia.

Art. 2º. Nas Escolas de Aprendizes Artífices, custeadas pela União, se procurará formar operários e contramestres, ministrando-se o ensino prático e os conhecimentos técnicos necessários aos menores que pretendem aprender um ofício, havendo para isso até o numero de cinco oficinas de trabalho manual ou mecânico que forem mais convenientes e necessárias no Estado em que funcionar a escola, consultadas, quanto possível, as especialidades das industrias locais.(BRASIL, 1909)

Analisando o texto do Decreto 7.566 de 23 de setembro de 1909, que podemos considerar como sendo a “certidão de nascimento” da Rede Federal de Educação Profissional, Científica e Tecnológica, percebemos que os objetivos básicos dos hoje Institutos Federais permanece

bastante semelhante. Com o passar dos anos, novas instituições foram criadas por diversas legislações, e no ano de 2008, através da publicação da Lei 11.892 de 29 de Dezembro de 2008, instituiu-se a Rede como conhecemos em 2023.

Na seção II da referida Lei, das Finalidades e Características dos Institutos Federais, verificamos no artigo 6º que uma das 9 finalidades destas instituições é “promover a integração e a verticalização da educação básica à educação profissional e educação superior, otimizando a infra-estrutura física, os quadros de pessoal e os recursos de gestão.”(BRASIL, 2008)

Em 2023 a Rede é composta por 661 escolas espalhadas por 578 municípios do país, reunidas em 38 institutos federais de educação, ciência e tecnologia, 02 centros federais de educação tecnológica, 22 escolas técnicas vinculadas a Universidades Federais e o Colégio Pedro II. A Rede disponibiliza cursos de qualificação profissional, cursos técnicos de nível médio, cursos superiores de graduação – licenciatura, tecnologia e bacharelado – cursos superiores de pós-graduação lato e stricto sensu – especialização, mestrado e doutorado, e assim procuram promover a verticalização do ensino.

A verticalização do ensino vem ocorrendo dentro dos Institutos Federais como forma de integrar estudantes dos mais diversos níveis de estudo otimizando assim recursos materiais e humanos. A autora Margarete de Quevedo (QUEVEDO, 2016), pontua que verticalizar o ensino consiste em, da parte da instituição, ofertar cursos na mesma área de conhecimento, nos diferentes níveis de escolarização, e, na perspectiva do discente, ingressar na instituição em curso de nível médio e, nela mesma, percorrer o trajeto até a Pós-Graduação, na mesma área.

Conforme explica Blenda Cavalcante (OLIVEIRA, 2016), a verticalização impacta na vida de discentes e docentes. Ao oferecer diversos níveis de ensino na mesma área as instituições oferecem aos estudantes a possibilidade de planejar o itinerário formativo mais adequados aos seus objetivos, possibilitando o compartilhamento em um único espaço no qual estudantes do ensino médio possam conviver com estudantes de cursos superiores dividindo o mesmo ambiente em atividades de pesquisa e extensão.

Tomando como exemplo o Instituto Federal de Alagoas - IFAL, percebemos um claro exemplo de verticalização no ensino. A instituição oferece, dentre outros, cursos técnicos profissionalizantes de nível médio em Eletrônica, Eletrotécnica, Desenvolvimento de Sistemas e

Meio-ambiente, cursos de Bacharelado de Engenharia Elétrica e Sistemas de Informação, Licenciatura em Química, Pós Graduação *Latu Sensu* em Educação e Meio Ambiente e Pós Graduação *Strictu Sensu* (mestrado) em Tecnologias Ambientais.

Na área de Química – Técnico, Licenciatura e Bacharelados - responsáveis pelo uso dos reagentes específicos, soluções e aplicação dos dispositivos, na área de Eletricidade - técnico em Eletrônica/Eletrotécnica e Bacharelado em Engenharia Elétrica - trabalhando no desenvolvimento e aperfeiçoamento da eletrônica do equipamento, cursos na área de Informática - técnico em Desenvolvimento de Sistemas e Bacharelado em Sistema de Informação - com o uso de diferentes linguagens de programação (no aperfeiçoamento do software do equipamento) de fundamental importância para entrada de variáveis para funcionamento do sistema eletroquímico e, finalmente, na área de meio- ambiente (técnico em Meio-ambiente e Pós Graduações em Meio-ambiente (especialização) e Tecnologia Ambientais (mestrado) - responsáveis por apresentar a importância do monitoramento de espécies em matrizes de interesse ambiental, como por exemplo agroquímicos, etc.

Desta forma, alunos dos diferentes níveis e cursos podem ser os vetores para a implantação desses sistemas em escolas do estado e municípios, captando os futuros cientistas. Portanto, estaríamos auxiliando de fato a verticalização do Ensino nos Institutos Federais de Educação, bem como integrando, conseqüentemente, o ensino, pesquisa e extensão tecnológica.

A partir deste raciocínio podemos supor que o potenciostato desenvolvido nesta pesquisa pode ser perfeitamente aplicado na verticalização do ensino, pois, fazendo uso da multidisciplinaridade, é possível promover a integração entre diferentes níveis de ensino (Ensino técnico, Graduação e Pós-graduação).

Para os autores R. G. Compton, E. Laborda e K. R. Ward (2014), um potenciostato aplica uma diferença de potencial entre o eletrodo de trabalho e o eletrodo de referência em uma célula eletroquímica monitorando concomitantemente a passagem de corrente elétrica que ocorre entre o eletrodo de trabalho e o contra eletrodo, permitindo, assim, a ocorrência de reações de oxirredução não espontâneas.

Conforme esclarece o autor Joseph Wang (WANG, 2000), os métodos eletroanalíticos utilizam-se de propriedades elétricas mensuráveis (corrente elétrica, diferenças de potencial,

acúmulo interfaciais de carga, entre outros) a partir de fenômenos nos quais uma espécie redox interage física e/ou quimicamente com demais componentes do meio, ou mesmo com interfaces. Estas interações são observadas quando se aplicam perturbações controladas ao sistema, como, por exemplo, uma diferença de potencial entre eletrodos de uma cela eletroquímica. Essas medidas (chamadas de sinais eletroanalíticos) podem, então, ser relacionadas com algum parâmetro químico intrínseco da espécie.

É importante ressaltar, conforme pontuam (SKOOG et al., 2003) e (PACHECO et al., 2013) que os processos eletroquímicos se fundamentam nas reações de oxidação-redução, onde ocorrem as transferências de elétrons entre as espécies químicas. A espécie eletroativa atua de forma a oxidar ou reduzir em uma região de potencial aplicado, na qual a transferência de elétrons seja favorável termodinamicamente ou cineticamente, criando-se um fluxo de elétrons.

Adicionalmente, estes eventos de oxidação e redução só serão possíveis de realização na presença de um potenciostato. Assim, é possível perceber que o sistema eletroquímico, sozinho, não é capaz de realizar as análises e estudos de forma autônoma, ou seja, o potenciostato, assim como o sensor eletroquímico, se comportam como protagonistas neste processo.

A partir de 1941, um equipamento possibilitou um grande salto de conhecimento na área de eletrônica. Trata-se dos amplificadores Operacionais cuja patente foi depositada por Karl Dale Swartzel Jr. quando trabalhava no Bell Labs Inc (SWARTZEL, 1941). Eles receberam este nome porque foram inicialmente projetados para realizar operações matemáticas básicas utilizando tensão elétrica. Com outros componentes (resistores, capacitores, etc) eles podem ser ajustados de modo a fazer uma grande variedade de funções em processamento de sinal e custam relativamente pouco.

Os amplificadores operacionais (amp-op) podem realizar medições de potencial em células eletroquímicas de alta resistência sem que uma corrente seja drenada de forma significativa (SKOOG et al. 2003) montando com este componente um seguidor de corrente. Conecta-se a célula eletroquímica a entrada do amplificador operacional e a saída do amplificador operacional a um voltímetro para medir a tensão elétrica deste arranjo, conforme a figura 1.

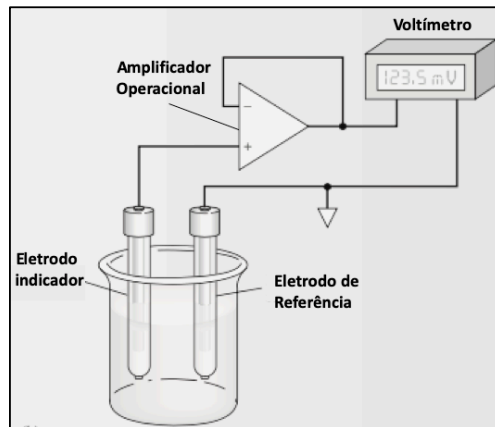


Figura 1 - Arranjo típico para medidas potenciométricas com um eletrodo de membrana.
 Fonte: (SKOOG et al., 2003)

A figura 2 apresenta o diagrama esquemático de um sistema eletroquímico que pode ser dividido em 4 partes: Fonte de Sinal (I), Circuito de Controle (II), Célula Eletroquímica (III) e Sistema de Aquisição de Dados (IV).

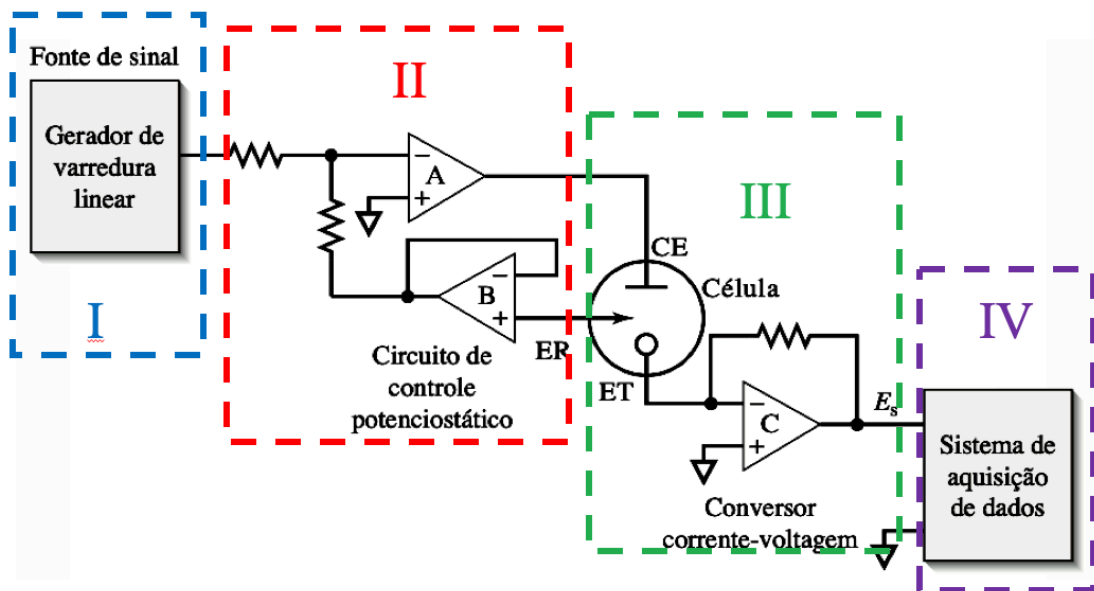


Figura 2 - Um potencioestato com amp-op. A célula com três eletrodos tem um eletrodo de trabalho (ET), um eletrodo de referência (ER) e um contra-eleto (CE).
 Fonte: (SKOOG et al., 2003)

Para funcionar, primeiramente, este sistema necessita de uma fonte de sinal (I), que no caso em análise é um sinal de tensão. Este sinal é obtido através de um Gerador de Varredura Linear, também conhecido como circuito VCO - Voltage Controlled Oscillator (Oscilador Controlado por Tensão), que nada mais é que um circuito em que é possível controlar a variação de tensão de forma automática.

Em operação este gerador de varredura linear varia o potencial entre os eletrodos de referência e de trabalho e a corrente na célula eletroquímica é monitorada pelo amplificador operacional C.

No circuito de controle (II) o eletrodo de referência (ER) está ligado ao seguidor de tensão (amp-op) B, que monitora a tensão do eletrodo de referência sem drenar qualquer corrente da célula eletroquímica. A saída do amp-op B, que representa a tensão do eletrodo de referência (ER), é alimentada de volta para a entrada do amp-op A para completar o circuito.

As funções do amp-op A são fornecer a corrente na célula eletro-química (II) entre o contra-eletrodo (CE) e o eletrodo de trabalho (ET) e manter a diferença de potencial entre o eletrodo de referência (ER) e o eletrodo de trabalho (ET) em um valor fornecido pelo gerador de varredura linear (I).

Ainda na figura 2, a corrente na célula eletroquímica é proporcional à voltagem de saída do amp-op C, ou seja, o valor da corrente pode ser calculado a partir dos valores medidos de E_s (tensão de saída do amp-op C) e da resistência R caracterizando-se assim um conversor de corrente-voltagem. Estes dados são registrados e analisados utilizando um computador com software específico representado na figura como sistema de aquisição de Dados (IV).

A presente pesquisa está concentrada nos itens I e II (Fonte de Sinal e Circuito de Controle) não fazendo parte, portanto, o item III e IV (Célula Eletroquímica e Sistema de Aquisição de Dados), ou seja, não faz parte desta pesquisa o desenvolvimento do sensor eletroquímico, nem no sistema de aquisição de dados. Para este último, existe apenas o cuidado que tal sistema (software) seja gratuito (livre para uso e de código aberto) tendo em vista que a licença de softwares comerciais para esta finalidade também poderá ensejar em custos adicionais.

Esta pesquisa teve como ponto de partida uma revisão sistemática de literatura para localizar potenciostados que tenham sido apenas desenvolvidos ou desenvolvidos e construídos, ou seja, a pesquisa tanto pode ser apenas no projeto do equipamento como o equipamento pode ter sido projetado e executado (construído fisicamente), por meios não industriais e que possam

ser adaptados para o ensino de química e eletroquímica em escolas de ensino básico, tomando como base aspectos relacionados ao custo, facilidade de uso, portabilidade, facilidade de aquisição de componentes e construção do dispositivo.

Adaptações aos modelos localizados nesta pesquisa poderão ser necessários para encaixar o dispositivo a ser desenvolvido aos aspectos já relatados, de forma que obtenhamos um potenciostato miniaturizado barato e eficiente que se apresente como alternativa considerável a utilização em experimentos de eletroquímica nas escolas brasileiras de qualquer esfera governamental (municipal, estadual e federal) e que possa ser construído pelos próprios alunos.

2. REVISÃO DE LITERATURA

Inicialmente realizamos uma busca na base de dados bibliográfica Scopus da Editora Campus/Elsevier, considerada a maior base de dados e documentos científicos de referência do mundo, utilizando as palavras-chave “low-costs AND portable AND potentiostat AND potentiostats” para localizar trabalhos correlatos que abordem pesquisas sobre potenciostatos portáteis de baixo custo. Não foi utilizado nenhum filtro de data/ano nem tão pouco referente ao idioma para obtenção destes resultados.

Ao todo, a plataforma localizou entre os anos de 2004 e 2023, 43 pesquisas, sendo 28 artigos e 15 relatórios de conferências (*conference papers*). Dos trabalhos encontrados as áreas mais pesquisadas são engenharia, com 27 pesquisas e química, com 17 pesquisas, destas 14 abordam a temática de análises eletroquímicas.

Com base nestes dados e observamos o gráfico da Figura 3, abaixo percebemos que não existem muitas publicações a respeito desta temática. Podemos observar ainda que os anos com mais publicações foram 2018 e 2022, com 6 e 7 trabalhos, respectivamente. Enfatizamos ainda que o maior número de trabalhos foi publicado no ano de 2022, o que pode se caracterizar no futuro como uma tendência de aumento no número de publicações. Finalmente, no corrente ano, até o mês de agosto, 5 trabalhos foram publicados.

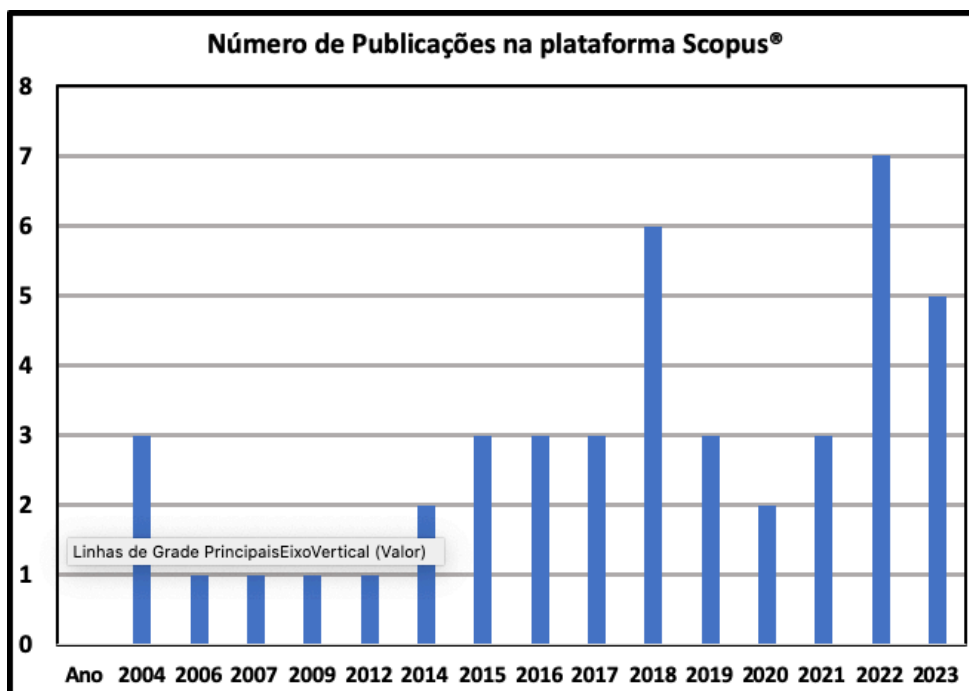


Figura 3 - Número de publicações na base de dados bibliográfica Scopus sobre a temática abordada nesta pesquisa.

Fonte: Presente pesquisa a partir de dados coletados no site scopus.com, acesso em 01/09/2023.

Posteriormente as mesmas palavras-chave foram utilizadas para pesquisa na base de dados bibliográfica Google Acadêmico (Scholar) no período de 2004 até 2023, sem restrição de idioma. De forma semelhante a busca realizada na plataforma Scopus, a pesquisa retornou 59 resultados. Conforme o gráfico apresentado na Figura 4, abaixo, neste período, o maior número de pesquisas foram publicadas no ano de 2018, sendo dez no total, 8 foram publicados em 2022 e até o mês de agosto de 2023, 2 artigos foram publicados.

Busca com os mesmos parâmetros das pesquisas foi realizada na plataforma Scielo® porém a pesquisa não retornou nenhum resultado, até agosto de 2023.

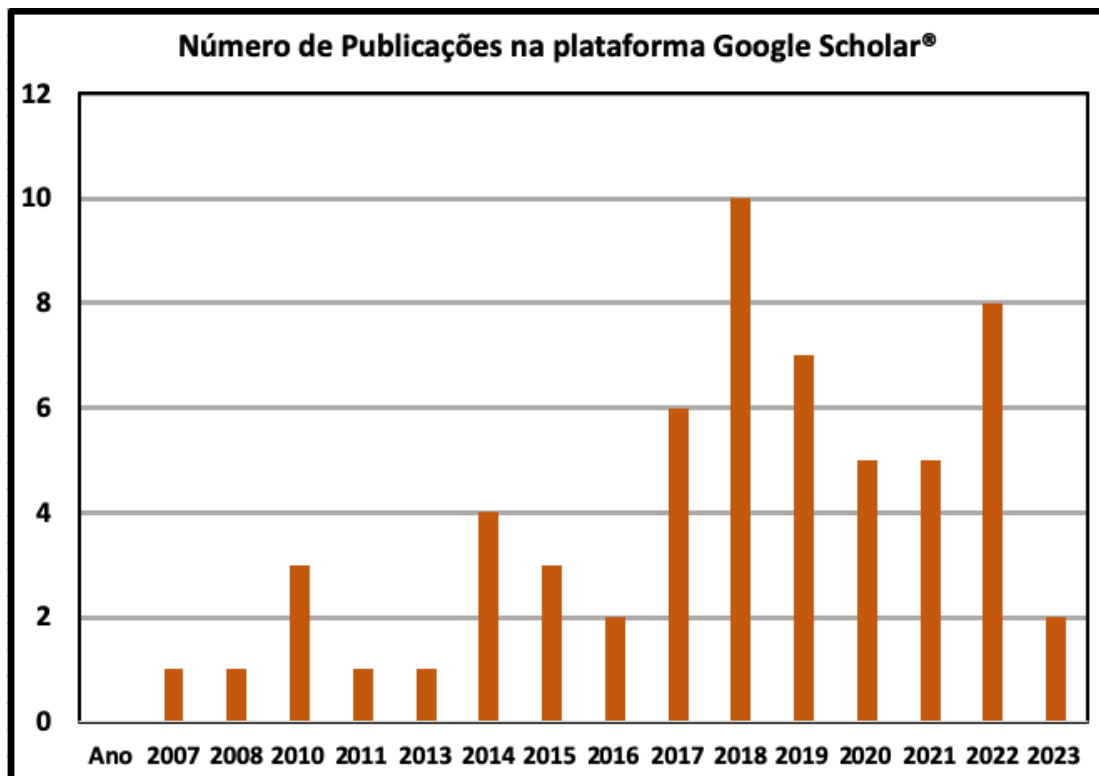


Figura 4 - Número de publicações na base de dados bibliográfica Google Scholar sobre a temática abordada nesta pesquisa.

Fonte: Presente pesquisa a partir de dados coletados no site scholar.google.com, acesso em 01/09/2023.

Realizamos, também, uma pesquisa na base de dados de patentes do Instituto Nacional de Propriedade Industrial (INPI). Primeiramente pesquisamos patentes cujo termo “potenciostato” está inserido no título do processo. A busca retornou apenas 1 resultado, referente a uma patente depositada pelo Centro Técnico Aeroespacial (CTA) no ano de 1983 e indeferida no ano de 1987. Em seguida realizamos uma nova pesquisa com o intuito de verificar a presença do termo no Resumo do processo. Desta vez, a pesquisa retornou 14 patentes depositadas, sendo que nos últimos 5 anos foram depositadas 5 patentes, com base nesta última pesquisa. Nesta busca, do total de patentes depositadas, 4 foram concedidas.

2.1 A Eletrônica

Conforme define a Comissão Eletrotécnica Internacional, “a eletrônica é o ramo da ciência que estuda o movimento de portadores de carga no vácuo, gás ou semicondutores, os fenômenos condução elétrica resultantes e suas aplicações” (IEC - INTERNATIONAL ELECTROTECHNICAL COMMISSION, 2007).

A eletrônica é um ramo de conhecimento relativamente antigo pois remota aos anos de 1800. Conforme esclarece em seu livro Power Eletronics, “os primeiros passos de eletrônica ocorreram em 1837 com a criação do telégrafo por Samuel Morse nos EUA. Em 1879, Thomas Edison fazendo experiências cria a primeira lâmpada incandescente da história. Mais tarde, John Ambrose Fleming criou o diodo.” (SHARMA, 2008)

A eletrônica subdivide-se em dois ramos, a eletrônica analógica e a eletrônica digital pois seu método de trabalho obedece a estas duas formas de apresentação dos sinais elétricos a serem tratados. Assim, a eletrônica analógica “aborda o estudo de circuitos em que se manifestam sinais de natureza contínua, ou que variam continuamente no tempo. Por sua vez, a eletrônica digital trata sinais que variam de forma discreta no tempo, a partir de pulsos.” (FILHO; MARUYAMA, 2019)

Os principais componentes da eletrônica analógica são transistores, resistores, capacitores, indutores (bobinas), potenciômetros e circuitos integrados (CI), baseando-se na lei de Ohm, que determina que a resistência elétrica é a razão entre o potencial elétrico e a corrente elétrica. A figura 5 mostra alguns componentes eletrônicos utilizados na eletrônica analógica.

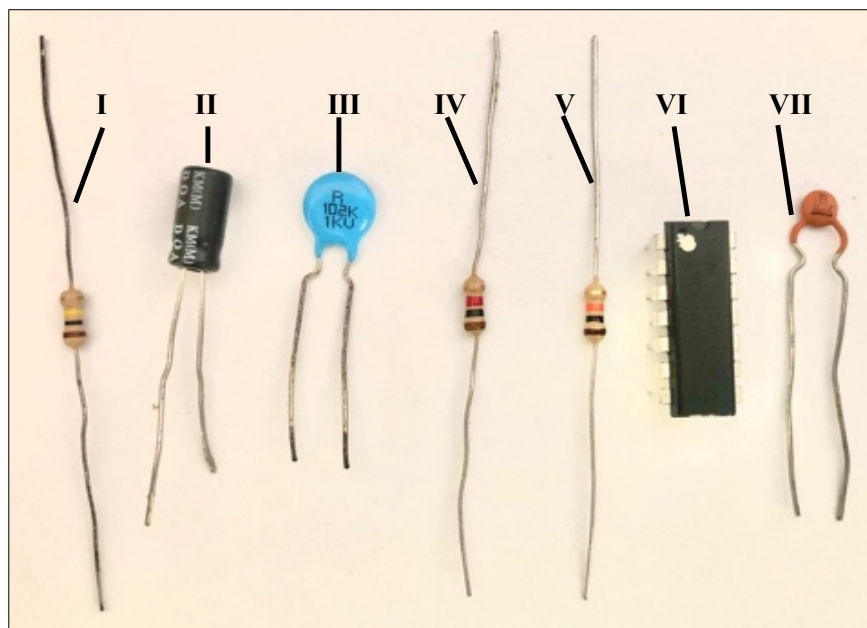


Figura 5 - Componentes eletrônicos utilizados na eletrônica analógica. Resistores (I, IV e V), capacitores (II, III e VII) e circuito integrado (VI).
Fonte: Presente Pesquisa.

2.2 Sensores Eletroquímicos

Dentre os vários ramos da Química, a Eletroquímica estuda o fenômeno da transferência de elétrons na transformação de energia química em energia elétrica e vice-versa. Em sistemas eletroquímicos “um dos maiores interesses presentes em análise químicas, reside no fato de entender por completo os processos e fatores que afetam o transporte de cargas numa interface, contendo um condutor eletrônico (eletrodos) e um condutor iônico (eletrólito)”. (BARD; FAULKNER, 2001).

De forma geral, sensores são dispositivos que identificam um estímulo físico ou químico produzindo um sinal que pode ser posteriormente transformado em outra grandeza física para medição. Tais equipamentos são vastamente utilizados em análises eletroquímicas. Desta forma, “os sensores eletroquímicos baseiam-se em reações de transferência de carga (processos faradáicos) ou em fenômenos de migração de cargas (processos não- faradáicos)”. (JANATA, 1989).

Os sensores eletroquímicos classificam-se de acordo com sua natureza em sensores e biossensores, podendo ainda ser classificados como Potenciométricos, Voltamétricos, Condutimétricos e Amperométricos. Os sensores Potenciométricos Baseiam-se na medida do potencial elétrico gerado na interface solução/sensor, estando presentes na solução as espécies aptas a interagir com a superfície do sensor. Eletrodos de íons-seletivos são um exemplo deste tipo de sensor. (ROVER; NETO; KUBOTA, 1997)

Em estudos de reações de oxidação e redução os sensores voltamétricos são muito úteis tanto em análises quantitativas quando em análises qualitativas. Em análises voltamétricas, aplica-se um nível de potencial dentro de uma determinada faixa e faz-se o monitoramento da corrente elétrica que flui. Segundo (CARDOSO, 2007), “a faixa de varredura é escolhida de acordo com o objetivo, sendo que para análises quantitativas quanto menor e mais próximo de zero for o potencial, menores são os níveis de problemas relacionados a interferências externas”.

Já para (ZADE; ZAMOSHCHIK, 2011), “os sensores condutimétricos são aqueles cujo princípio de detecção é baseado em mudanças na condutividade elétrica sob a exposição do sensor ao analito de interesse”.

De acordo com (LOWINSOHN; BERTOTTI, 2006), os sensores Amperométricos “constituem-se em dispositivos mantidos em potencial fixo e que propiciam sinais de corrente

faradaica proporcionais à concentração do analito, em função de processos eletródicos que ocorrem na interface eletrodo/solução”.

2.3 Célula Eletroquímica de três Eletrodos

Conforme esclarece (SKOOG et al., 2003), uma célula eletroquímica é um dispositivo que gera energia elétrica a partir de reações químicas. A energia elétrica também pode ser aplicada a essas células para causar reações químicas. As células eletroquímicas que geram uma corrente elétrica são chamadas de células voltaicas ou galvânicas e aquelas que geram reações químicas, via eletrólise, por exemplo, são chamadas de células eletrolíticas.

Para os autores (BARD; FAULKNER, 2001), “um Sensor Eletroquímico de Três Eletrodos ou Célula Eletroquímica de Três Eletrodos possui três terminais condutores denominados: Eletrodo de Trabalho (ET), Eletrodo Auxiliar ou Contra-Eletrodo (CE) e Eletrodo de Referência (ER)”.

A montagem desta célula pode ser representada por meio de um circuito elétrico equivalente. Na figura 6b, podemos perceber que entre o contra-eletrodo (CE) e o Eletrodo de referência (ER) existe um resistor com resistência de 1 k Ω e existe entre o eletrodo de referência (ER) e o Eletrodo de Trabalho (ET) um circuito misto com um resistor de 1 k Ω em paralelo com um capacitor de 0.1 μ F, arranjo este em série com um outro resistor de 1 k Ω . A representação desta célula eletroquímica é apresentada também na Figura 6a.

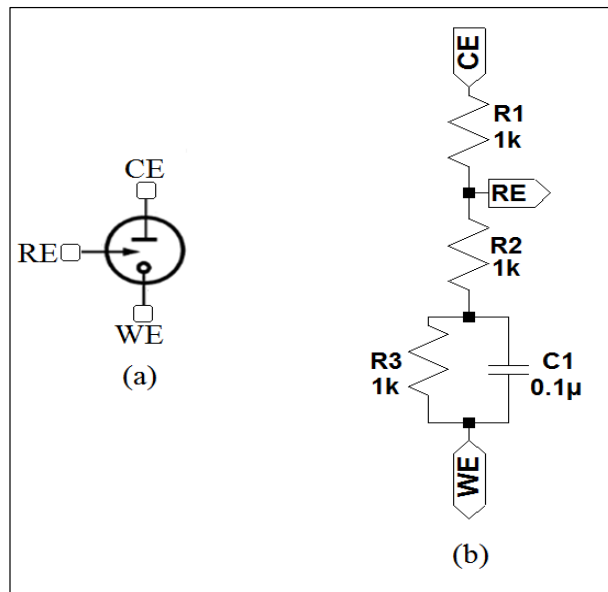


Figura 6 - Representações de uma Célula Eletroquímica.

(a) Símbolo da Célula Eletroquímica; (b) Circuito elétrico equivalente de uma célula eletroquímica. Fonte: (YARNITZKY C.N, 2000)

Na Figura 7 é demonstrado o esquema de uma célula eletroquímica de três eletrodos, e na Figura 8 é uma célula eletroquímica real. Nelas podemos ver como são dispostos e ligados os Eletrodos de Trabalho (ET), Referência (ER) e Contra-eletrodo (CE).

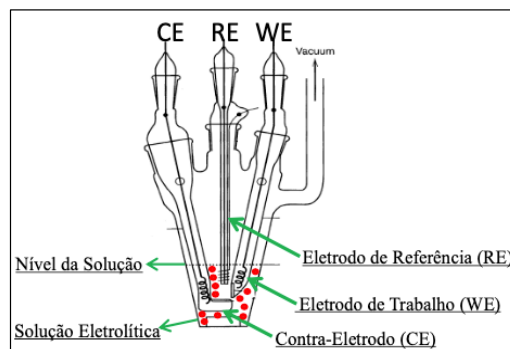


Figura 7. Representação de uma célula eletroquímica com três eletrodos. Fonte: (YARNITZKY C.N., 2000)

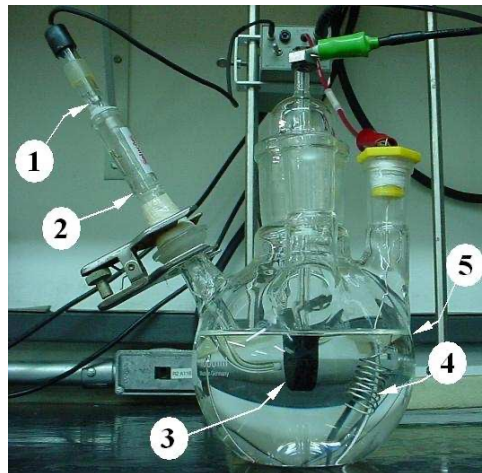


Figura 8. Célula eletroquímica real. 1 – Eletrodo de referência; 2 – Capilar; 3 – Eletrodo de trabalho; 4 – Contra-Eletrodo de Platina; 5 – Eletrólito.
Fonte: (LIBERTO, 2010)

Cada eletrodo da célula eletroquímica possui uma funcionalidade específica. Segundo (WANG, 2000), o eletrodo de trabalho é o local da célula eletroquímica, onde ocorrem as reações de oxidação e redução na solução eletrolítica em análise. O eletrodo de referência tem por função realizar a medida de potencial da solução e o contra-eletrodo é um condutor inerte em geral de platina com a tarefa de fornecer uma corrente para a célula eletroquímica fluindo até o eletrodo de trabalho.

2.4 Métodos de Voltametria

Métodos potenciométricos são amplamente utilizados para obter informações quantitativas e qualitativas em reações redox, que envolvem um fluxo de carga elétrica entre analitos e terminais. Para (PACHECO et al., 2013b), métodos de voltametria utilizam-se de grandezas elétricas mensuráveis, tais como: corrente elétrica e tensão elétrica (DDP), dentre outras, a partir de fenômenos nos quais a espécie redox interage fisicamente ou quimicamente com os demais componentes do meio.

Dentre os vários aspectos que relacionam os métodos eletroanalíticos de voltametria, podem-se citar diversas vantagens tais como: Seletividade e Especificidade das determinações – resultante da oxirredução das espécies analíticas de interesse em um potencial aplicado específico; seletividade – decorrente dos processos de oxirredução do analito em eletrodo de trabalho feito com material específico; Grande sensibilidade e baixos limites

de detecção – resultante tanto das técnicas de pré-concentração de sinal que proporcionam baixo sinal de fundo, entre outras. BRETT; BRETT (1993)

Métodos voltamétricos de Voltametria Cíclica são os mais utilizados para aquisição de informações qualitativas em processos eletroquímicos. Conforme (WANG 2000), “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”.

2.5 Potenciostato

Um potenciostato é um dispositivo eletrônico normalmente utilizado em análises eletroquímicas. Segundo BIOLOGIC (2010), “o dispositivo potenciostato foi desenvolvido por A. Hickling em 1942, em forma de circuito eletrônico com o objetivo de controlar a DDP em três eletrodos (trabalho, referência e auxiliar)”.

As reações redox envolvem transferência de elétrons entre compostos. Essas reações podem ocorrer espontaneamente ou podem ser forçadas e controladas por meio de um campo elétrico externo através de dois terminais elétricos, esse campo elétrico é aplicado variando o potencial elétrico em uma faixa de valores que contém o potencial de redução de algum analito de interesse. (HERNÁNDEZ, 2017)

A aplicação de tensão é realizada entre os eletrodos de trabalho e referência e a corrente elétrica circula entre os eletrodos de trabalho e auxiliar. Os sinais gerados são medidos utilizando os amplificadores operacionais. A Figura 9 representa um circuito básico de um potenciostato com três eletrodos.

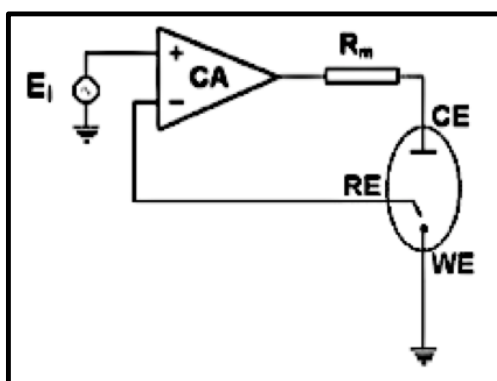


Figura 9 - Esquema Básico de um Potenciostato.
Fonte: (BIOLOGIC, 2010)

O potencial do eletrodo de trabalho WE varia linearmente com o tempo em relação ao eletrodo de referência RE, a corrente elétrica flui entre o eletrodo de trabalho WE e o contraeletrodo CE. O voltamograma é construído registrando a corrente gerada contra a tensão que se obtém para diferentes tensões obtidas movimentando o contato C do potenciômetro manualmente ou por meio de um motor. O potencial elétrico do eletrodo de trabalho WE é medido em relação ao eletrodo de referência RE, a corrente elétrica é medida entre o eletrodo de trabalho WE e o contra-eletrodo CE. O eletrodo de referência é de alta impedância e conduz uma corrente elétrica quase nula para minimizar as perdas pela Lei de Ohm através do eletrólito. SKOOG et al. (2003)

Um potenciostato possui duas funções principais. A primeira é regular a diferença de potencial entre os eletrodos de trabalho e referência e a segunda é medir a corrente elétrica que flui através do contra-eletrodo e do eletrodo de trabalho. O desenvolvimento de um potenciostato não comercial requer a satisfação destas duas funções. A figura 10 mostra a placa eletrônica de um potenciostato comercial que custa em 2023, aproximadamente, R\$ 15.000,00.

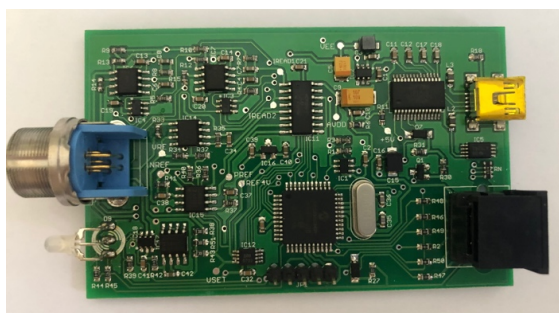


Figura 10 - Placa eletrônica de um potenciostato comercial.
Fonte: Presente Pesquisa

Há um grande interesse no desenvolvimento de estruturas de potenciostato implementados em circuitos integrados no processo de fabricação CMOS (Complementary Metal Oxide Semiconductor). Um dos grandes interesses no desenvolvimento de dispositivos em escalas submicrométricas reside no aumento de funcionalidades integradas em uma área relativamente pequena aliado ao menor consumo de energia desses dispositivos. (MUTSUMI et al. 2009)

A utilização de componentes eletrônicos de baixo custo aliada a microprocessadores populares é fartamente descrita na literatura para o desenvolvimento de mini potenciostatos não comerciais. Um potenciostato de baixo custo controlado por uma plataforma de prototipagem Arduino foi desenvolvido para o ensino de química por (LI, 2018). Neste estudo foram utilizados as técnicas de Voltametria Cíclica, Voltametria Linear e Cronoamperometria utilizando o software comercial Labview[®], com faixa de tensão de -2,5 a 2,5 em tensão contínua (VCC) e uma faixa de corrente de 10 μ A a 10 mA e o controlador utilizado foi o arduino.

Técnicas de Voltametria Cíclica, Voltametria Linear, Voltametria de Pulsos Diferenciais, Amperometria e Potenciometria foram utilizadas no potenciostato desenvolvido por (HUANG, 2017). O equipamento visto neste estudo utilizou o controlador C8051F005 e o software comercial Labview[®], com faixa de tensão de -1,6 a 1,6 VCC e uma faixa de corrente de 160 nA a 16 mA.

Utilizando o controlador STM32F4 e o software comercial Labview[®], (SEGURA; JIMÈNES; GIRALDO, 2016) desenvolveram um potenciostato para utilização em técnicas de Voltametria Cíclica e Cronoamperometria com faixa de tensão de 0 a 20 VCC e uma faixa de corrente de 0 a 2 A.

A utilização de técnicas de voltametria cíclica foram realizadas utilizando um potenciostato desenvolvido por (NAGATA; SUZUKI, 2018). Fazendo uso de um controlador Raspberry Pi e da linguagem de programação Lua este estudo desenvolveu um potenciostato com faixa de tensão de -4 a 4 VCC e uma faixa de corrente de 1 μ A a 20 mA.

Os controladores PIC24 e PIC 32 aliados ao software comercial Matlab[®] R2012 foram utilizados para o desenvolvimento de um potenciostato visto por (PRUMA et al., 2018). O equipamento que possui faixa de tensão de -2,5 a 2,5 VCC e foi aplicado em técnicas de Voltametria Cíclica e Amperometria.

A tabela 1 apresenta um comparativo entre os potenciostatos levantados pela presente Pesquisa. Ela procura enquadrar os equipamentos pesquisados em relação as características desejáveis para o potenciostato que esta pesquisa pretende desenvolver.

Potenciostato	Faixa de Corrente e Tensão adequadas	Facilidade de aquisição dos componentes eletrônicos	Controlador	Custo dos materiais	Software Grátis	Portabilidade	Técnicas Disponíveis	Nota
HUANG (2017)	Não Atende	Atende	Atende	Atende	Não Atende	Atende	Atende	5
SEGURA; JIMÈNES; GIRALDO, (2016)	Atende	Atende	Atende	Atende	Não Atende	Atende	Não Atende	5
(NAGATA; SUZUKI, 2018)	Atende	Atende	Não Atende	Não Atende	Atende	Atende	Não Atende	4
PRUMA et al., 2018	Atende	Atende	Atende	Atende	Não Atende	Atende	Não Atende	5
LI, 2018	Atende	Atende	Atende	Atende	Atende	Atende	Atende	7

Tabela 1 – Potenciostatos localizados durante a revisão bibliográfica com base nos critérios de faixa de corrente e tensão, facilidade de aquisição dos componentes eletrônicos, controlador, custo dos materiais, software, portabilidade e técnicas eletroquímicas disponíveis.

Fonte: Presente Pesquisa.

Para elaboração da tabela 1 foram admitidos os seguintes critérios:

- Faixa de Corrente e Tensão adequadas – Recebe classificação “atende” se o projeto comporta uma faixa de tensão, no mínimo, de -2,5 a 2,5 V;

- Facilidade de aquisição dos componentes eletrônicos – Recebe classificação “atende” sempre que os componentes eletrônicos puderem ser adquiridos no mercado local/nacional com facilidade.

- Controlador - Recebe classificação “atende” sempre que o controlador possuir custo de aquisição inferior aos demais equipamentos eletrônicos do projeto.

- Custo dos materiais - Recebe classificação “atende” sempre que o custo total de aquisição dos materiais for inferior a R\$ 500,00 (quinhentos reais).

- Software Gratuito - Recebe classificação “atende” sempre que o software que controla o potenciostato for gratuito ou possuir licença livre de utilização.

- Portabilidade – Recebe classificação “atende”, sempre que o tamanho do equipamento for menor que 3375 cm^3 ($15 \times 15 \times 15 \text{ cm}$).

- Técnicas Disponíveis - Recebe classificação “atende”, sempre que o software do equipamento for capaz de realizar, no mínimo, as técnicas de voltametria cíclica, voltametria linear e cronoamperometria.

Sempre que o projeto foi classificado como atende em quaisquer dos critérios definidos ele recebeu uma pontuação igual a 1 (um) e sempre que o projeto foi classificado como não atende ele recebeu uma pontuação igual a 0 (zero), de forma que a nota obtida na última coluna da tabela foi o somatório de todas as notas individuais dos critérios estabelecidos.

2.6 Métodos de Calibração

2.6.1 Método de Calibração por meio de um resistor

O método de calibração por meio de um resistor é relativamente simples pois faz uso apenas de um resistor facilmente encontrado no comércio local ou retirado de alguma placa eletrônica fora de uso.

Neste método primeiramente, a célula eletroquímica é removida e o eletrodo de referência é desconectado. O método consiste na substituição da célula eletroquímica por uma célula "fictícia", que consiste em uma resistência simples R de $1 \text{ k}\Omega$. O eletrodo de trabalho (ET) é conectado a um terminal do resistor e o contra-eletrodo (CE) e o eletrodo de referência (ER) são conectados ao outro terminal do resistor. Ao enviar uma onda de tensão triangular com o gerador de funções, devemos obter como resposta uma onda triangular, mas com uma inclinação diferente, a inclinação dessa onda triangular nos permite calcular a resistência da célula fictícia, esse valor deve estar próximo ao valor nominal de $1 \text{ k}\Omega$. (KISSINGER; HEINEMAN; WILLIAN, 1996)

2.6.2 Calibração por voltametria de ferricianeto de potássio $K_3Fe(CN)_6$

De acordo com (MARTÍNEZ; NARRO; CORTÉS, 2012), o ferrocianeto de potássio $K_3Fe(CN)_6$ é amplamente utilizado em laboratório para demonstrar e verificar o funcionamento de potenciostatos, uma vez que o par redox Fe(III/II) é generosamente reversível sob várias condições de temperatura, concentração, analitos e eletrólitos de suporte.

Os voltagramas cíclicos do par redox $Fe(CN)_6^{3-/4-}$ mostram que, quando se aplica um potencial positivo ao eletrodo de trabalho, isto é, no varrimento direto, ocorre uma oxidação, e a corrente anódica resultante é devida ao processo de eletrodo $[Fe(CN)_6]^{4-} \rightarrow [Fe(CN)_6]^{3-} + e^-$. no varrimento inverso, na direção negativa, ocorre uma redução, e a corrente catódica resultante é devida ao processo eletrodo $[Fe(CN)_6]^{3-} + e^- \rightarrow [Fe(CN)_6]^{4-}$. (KONCKI 2007).

Assim, esta técnica consiste em aplicar a uma célula eletroquímica uma rampa de tensão, que varia linearmente com o tempo na forma $v = dE/dt$, quando o sentido da varredura é invertido para completar um ciclo, ou seja, aplica-se a referida célula eletroquímica a técnica de voltametria cíclica.

A figura 11, mostra a representação de voltagrama cíclico de uma reação hipotética ($A^{n+1} + e^- \rightarrow B^{n-1}$) de oxi-redução. O formato de onda deste gráfico possui alguns pontos de interesse. No início da varredura, observa-se uma pequena corrente decorrente de impurezas presentes na solução. Após este período inicial nenhuma corrente é observada pois neste valor de potencial nenhuma espécie da amostra pode ser oxidada ou reduzida. Quando o potencial vai diminuindo ocorre um aumento na corrente catódica devido a redução dos íons A^{n+1} gerando assim um pico de potencial (E_{pc}).

Após este pico de tensão a criação de um gradiente de concentração na superfície do eletrodo faz com que a camada de difusão se estenda à distâncias cada vez maiores deste, ocasionando assim uma diminuição na corrente. Esta então decai até o potencial de inversão ser alcançado. Quando o potencial se torna suficientemente positivo, as espécies anteriormente reduzidas passam então a ser oxidadas, neste momento um novo pico de potencial (E_{pa}) é agora observado.

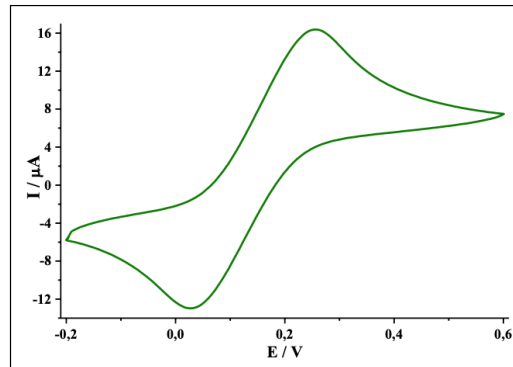


Figura 11. Representação de voltamograma cíclico para uma reação hipotética ($A^{n+1} + e^- \rightarrow B^{n-1}$) de oxi-redução.
Fonte: ALMEIDA (2016)

De acordo com (BRETT; BRETT, 1993), alguns parâmetros podem ser observados no caso da voltametria Cíclica:

- A razão entre as correntes de pico anódico ($i_{p,a}$) e catódico ($i_{p,c}$) deve ser igual um.
- A corrente de pico (i_p) deve ser diretamente proporcional a raiz da velocidade de varredura no qual o experimento é conduzido.
- O pico de potencial (E_p) deve ser independente da velocidade de varredura.
- A diferença entre o E_p e o potencial de meio pico ($E_{p/2}$) deve ser de $56.6/n$ ($n=1$) mV.

2.7 Plataforma de Prototipagem Arduino

Para (CASTRUCCI; BOTTURA, 2007), “o processo de automação é considerado o ato de apoiar qualquer sistema em computadores que vise substituir tarefas de trabalho humano e/ou que vise soluções rápidas e econômicas para as indústrias e serviços modernos”.

Plataformas de desenvolvimento utilizando microcontroladores podem ser utilizadas em projetos das mais diferentes áreas de conhecimento. De acordo com (STEINSBERGER 2018), “o microcontrolador pode ser entendido como a incorporação de um microprocessador, de sistemas de temporização, de aquisição e de comunicação em um mesmo circuito integrado”.

Segundo WALKOWIAK; NEHRING (2016), “um exemplo de plataforma de desenvolvimento, baseado em microcontrolador, largamente utilizado atualmente é o Arduino que faz

parte do conceito de hardware e software livre e está aberto para uso e contribuição por toda sociedade”.

O arduino é uma plataforma de prototipagem eletrônica de hardware livre e de placa única, que possui diversos modelos, projetada com um microcontrolador Atmel AVR com entradas e saídas integradas a placa principal. Possui uma linguagem de programação essencialmente C/C++. O objetivo do projeto é “criar ferramentas que são acessíveis, com baixo custo, flexíveis e fáceis de se usar por principiantes e profissionais. Principalmente para aqueles que não teriam alcance aos controladores mais sofisticados e ferramentas mais complicadas.” ARDUINO CC (2023).

O arduino Uno é um dos modelos disponíveis de Arduino, “é uma placa microcontroladora baseada no ATmega328P. Possui 14 pinos de entrada/saída digital e 6 entradas analógicas, um ressonador cerâmico de 16 MHz, uma conexão USB, um conector de energia, um cabeçalho ICSP e um botão de reset”. ARDUINO CC (2023). A figura 12 mostra um arduino Uno.

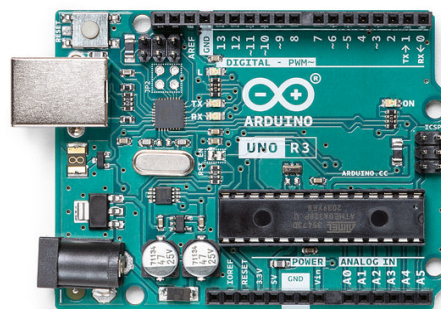


Figura 12. Arduino Uno.

Fonte: https://cdn.shopify.com/s/files/1/0438/4735/2471/products/A000066_03.front_576x432.jpg?v=1629815860. Acesso em 09/03/2023.

Assim, para aplicações mais simples, esta placa contém tudo o que é necessário para suportar o microcontrolador bastando apenas conectá-lo a um computador com um cabo USB ou ligá-lo com um adaptador CA para CC ou bateria para começar a utilizá-lo.

Um outro modelo de arduino disponível é o Arduino Nano. Trata-se de uma “pequena placa pequena baseada no ATmega328 e funciona com um cabo USB Mini-B no lugar de um cabo USB padrão.” ARDUINO CC (2023). Esta configuração possui 8 entradas analógicas 6

saídas PWM. A mesma possui um preço de aquisição ligeiramente inferior ao arduino Uno porém com dimensões consideravelmente menores. A figura 13 mostra um arduino nano.

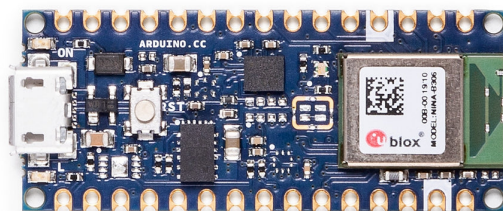


Figura 13. Arduino Nano.

Fonte: https://cdn.shopify.com/s/files/1/0438/4735/2471/products/ABX00030_03.front_576x432.jpg?v=1626445239. Acesso em 09/03/2023.

O estudo de utilização da plataforma de prototipagem Arduino faz parte do plano pedagógico dos cursos de eletrônica e eletrotécnica do Instituto Federal de Alagoas. Em consulta ao plano pedagógico dos referidos cursos (disponível em ifal.edu.br), verificamos que no caso do curso técnico em eletrônica o estudo da plataforma de prototipagem arduino é abordada na disciplina de Sistemas Digitais Programáveis, que possui carga horária de 120 h/a. No curso técnico em eletrotécnica o conteúdo é abordado na disciplina de informática aplicada, também de 120 h/a. Já no curso técnico em eletroeletrônica, o conteúdo é abordado na disciplina Microcontroladores e sistemas embarcados, com carga horária de 120 h/a.

Assim, via de regra, os alunos destes cursos podem construir o próprio equipamento que utilizarão nas aulas de química de seus próprios cursos ou ser utilizado por alunos de outros cursos da própria instituição reforçando assim, o aspecto interdisciplinar da presente pesquisa. Também poderão promover melhorias inserindo nossas funcionalidades no equipamento seja propondo modificações na placa eletrônica, seja melhorando ou criando um novo software.

3. OBJETIVOS

3.1 Objeto geral

Desenvolver um potenciostato portátil de baixo custo e fácil utilização para uso em aulas práticas de eletroquímica em análises com foco ambiental.

3.2 Objetivos específicos

Conhecer os processos eletroquímicos através de uma revisão sistemática de literatura.

Identificar os potenciostatos que possam ser usados em análises eletroquímicas com foco ambiental e que possam ser construídos pelos próprios alunos.

Caracterizar o analisador apropriado para análises eletroquímicas respeitando os critérios de portabilidade, baixo custo e fácil utilização.

4.0 MATERIAL E MÉTODOS

Esta pesquisa foi desenvolvida nos Laboratórios de Química e no Laboratório Compartilhado de Pesquisa e Inovação do Instituto Federal de Alagoas, Campus Marechal Deodoro e Maceió, respectivamente.

Os componentes eletrônicos bem como demais equipamentos necessários para confecção dos circuitos impressos utilizados no potenciostato bem como a plataforma de prototipagem eletrônica Arduino foram adquiridos junto ao comércio local, quando possível, e de empresas nacionais e estrangeiras respeitando os critérios de facilidade de obtenção e preço.

Inicialmente foi realizado uma revisão sistemática de literatura que englobou a temática das técnicas eletroquímicas e desenvolvimento de potenciostatos. No que tange as técnicas eletroquímicas a pesquisa englobou as técnicas de voltametria cíclica, voltametria linear e cronamperometria. No que tange aos potenciostatos o foco foi definir um projeto de potenciostato que servisse de base para o dispositivo desenvolvido/construído nesta pesquisa, tendo como principais características portabilidade, facilidade de uso, facilidade de aquisição dos materiais, software gratuito/livre de forma que adaptações para adequar-se as necessidades dessa pesquisa se tornassem mais facilitadas e que utilizasse materiais que fossem objeto de estudo dos próprios alunos da escola/instituto.

Com base na tabela 1, os potenciostatos escolhidos para análise foram classificados por 7 critérios. Cada critério avaliado como “atende” pelos parâmetros já explicitados recebeu 1 ponto, ou seja, os potenciostatos analisados poderiam receber notas que variavam entre 0 e 7. Conforme podemos observar na tabela 1, o potenciostato desenvolvido por LI (2018) recebeu a maior nota entre os demais projetos analisados, ou seja, recebeu 7 pontos. Este potenciostato foi desenvolvido em conjunto com o Instituto Africano de Materiais (Joint Undertaking for an African Materials Institute – JUAMI). Inicialmente este potenciostato era controlado por um software gratuito que necessitava de arquivos do Labview®, porém, mais recentemente um outro software gratuito e totalmente independente do Labview® foi desenvolvido para o controle do equipamento.

Este equipamento foi escolhido como base para esta pesquisa pois foi o que mais se aproximou dos objetivos propostos, ou seja, trata-se de um potenciostato de baixo custo, para

demonstrações em sala de aula e experimentos simples, construído na plataforma Arduino, que é objeto de estudo do curso técnico dos Institutos Federais e que utiliza uma API Python para o controle do mesmo.

Os equipamentos eletrônicos e demais materiais foram adquiridos e procedeu-se com a construção do dispositivo. Foi investido aproximadamente R\$ 300,00 (trezentos reais) em valores de dezembro de 2022. Este valor inclui o frete para a cidade de Maceió/AL referente aos materiais adquiridos de fornecedores nacionais e estrangeiros. Importante frisar que em sua grande maioria os componentes eletrônicos (capacitores e resistores) foram adquiridos no comércio local a um custo bastante reduzido. A tabela 2 pormenoriza o custo de produção do equipamento.

MATERIAL	VALOR
Controlador (Arduino Nano)	R\$ 50,00
Circuito Integrado	R\$ 136,00
Demais componentes eletrônicos	R\$ 68,00
Materiais para confecção da placa de circuito impresso	R\$ 46,00
TOTAL	R\$ 300,00

Tabela 2. Custo de produção do potenciostato.
Fonte: Presente Pesquisa

Este potenciostato é controlado por um aplicativo desenvolvido na linguagem de programação Python. As bibliotecas e demais requisitos para instalação do mesmo foram obtidos gratuitamente na internet nos sites pypi.org e python.org. O software de programação Arduino IDE foi obtido gratuitamente no site arduino.cc.

O equipamento possui as seguintes características:

Tensão de escrita -2,5 V a 2,5 V ;

Frequência PWM de escrita é 31372,55 Hz;

Leitura de Tensão ~ 5 mV tamanho do passo

A leitura da corrente máxima dependente de resistor shunt inserido no circuito.

Timestep de 30 ms (ciclo de leitura/gravação de 6 ms com média de 5 vezes)

Baudrate de transferência a velocidade de 115.200 bits/s

Com o software é possível realizar análises de voltametria cíclica, voltametria linear e cronoamperometria. O software também gera gráficos e é possível exportar os dados em uma planilha em formato CSV para realização de análises posteriores e aplicação de filtros digitais em softwares externos tal como o Origin[®]. Os gráficos gerados nesta pesquisa foram produzidos no Microsoft Excel utilizando o arquivo tipo CSV gerado pelo programa do potenciostato construído.

As figuras 14 a e 14 b mostram o potenciostato construído para realização das análises deste Pesquisa. Algumas adaptações/modificações foram realizadas no potenciostato desenvolvido pela JUAMI. Por questões de praticidade, portabilidade e redução de custos o controlador deste projeto foi substituído. Com esta modificação foi possível modelar a placa eletrônica em plataforma única e o custo de produção do equipamento foi consideravelmente reduzido, pois no geral, o arduino nano custa 1/3 do preço do arduino uno.

Também foi necessário modificar o valor da resistência “shunt” na saída do eletrodo de trabalho (ET). Esta resistência afeta a amplitude do sinal sendo que uma corrente máxima mais alta resulta em uma resolução de corrente mais baixa, e vice-versa. Após testes iniciais percebemos que o arranjo de dois resistores em paralelo em valores de 10 k Ω e 200 Ω não produzia uma leitura da corrente de saída condizente com o observado no potenciostato comercial utilizado nesta pesquisa. Após análise concluímos que um resistor de 10 k Ω produz uma resolução de corrente mais apropriada para este estudo.

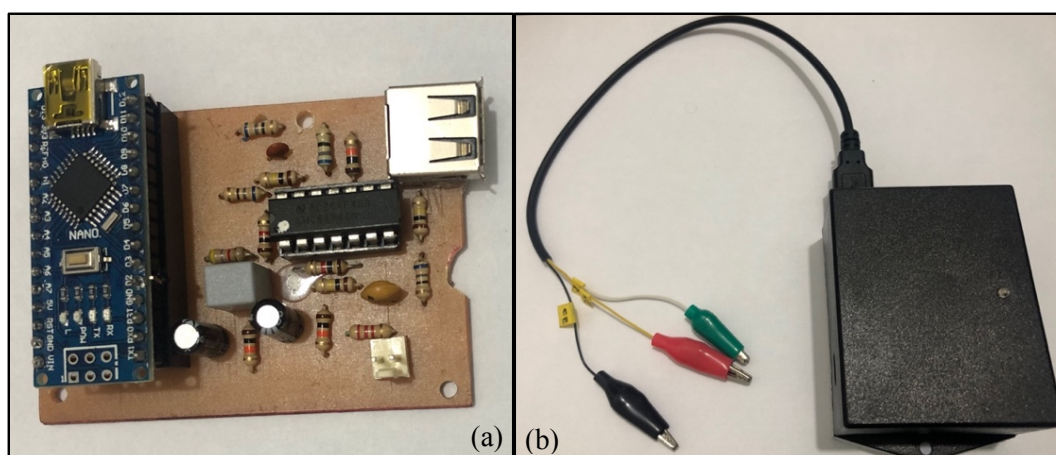


Figura 14 – (a) placa eletrônica do potenciostato construído para as análises desta pesquisa. (b) invólucro e cabo para conexão dos eletrodos.

Fonte: Presente pesquisa

Conforme pode-se observar na figura 14b, o cabo utilizado nas análises realizadas com o equipamento construído foi adaptado de um cabo USB tipo A 2.0 macho em uma das pontas. Na outra extremidade o plugue USB foi cortado e soldado garras tipo “jacaré” em três dos seus condutores para interligação com a célula eletroquímica. Estes condutores foram identificados com as siglas RE (eletrodo de referencia), WE (eletrodo de trabalho) e CE (contra eletrodo) utilizando uma etiquetadora térmica. Na parte externa do dispositivo construído este cabo deve ser ligado na entrada USB tipo A fêmea disponível.

A interligação do dispositivo construído com o laptop é realizada através de um cabo USB A macho X Mini USB A macho. Este é o mesmo cabo utilizado para ligação do arduino nano com o computador. A utilização deste cabo também tem o objetivo de diferenciar as conexões do potenciostato com o laptop e com a célula eletroquímica, tendo em vista que, normalmente, em potenciostatos convencionais o cabo utilizado é tipo coaxial.

A calibração de instrumentos segue parâmetros específicos, tanto em relação as normas regulamentadoras quando em relação aos limites de aceitação para cada grandeza. Como dito, isto depende da grandeza a ser calibrada (tensão, corrente, resistência, pressão, temperatura, etc), das normas legais que regem tais calibrações e da aplicação onde equipamento será utilizado e com qual finalidade.

Para verificar o funcionamento e se a calibração de um potenciostato apresenta resultados satisfatórios, é necessário comprovar que a Lei de Ohm ($V = R \times I$) está sendo respeitada. Isto porque, conforme a configuração de seus três terminais, ele pode ser tratado como uma fonte de tensão e um amperímetro. Para a calibração do instrumento pelo método de resistência elétrica utilizamos um resistor de 10 k Ω adquirido no comércio local.

Nesta pesquisa, além de realizar tal procedimento, também buscamos comparar os resultados obtidos em procedimentos de voltametria cíclica entre o potenciostato construído e um potenciostato comercial para verificar se os mesmos possuem resultados semelhantes, mas sem especificar as incertezas associadas. O método utilizado foi a voltametria cíclica de ferricianeto de potássio ($K_3[Fe(CN)_6]$) e ferrocianeto de potássio ($K_4[Fe(CN)_6]$)₆.

Foram comparadas as medidas de voltametria cíclica obtidas com o potenciostato proposto neste trabalho e com um potenciostato comercial marca EmStat[®] com o mesmo eletrodo

de trabalho (ET), referência (ER) e contra-eletrodo (CE) e na mesma concentração de ferricianeto de potássio ($K^3[Fe(CN)^6]$) e ferrocianeto de potássio ($K^4[Fe(CN)^6]$).

A cela eletroquímica foi composta por um eletrodo serigrafado composto de três eletrodos: eletrodo de trabalho de carbono de 4 mm de diâmetro, contraeletrodos de carbono e eletrodo de referência Ag/AgCl, marca Metrohm® Modelo DropSens DRP-110, conforme figura 15.

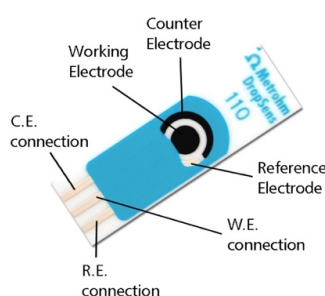


Figura 15. Eletrodo Metrohm Drop Sens DRP-110.

Fonte: https://www.dropsens.com/en/img/productos/metrohm_dropsens/screen_printed_electrodes/cabecera_screen_printed_electrodes.jpg - Acesso em 10/03/2023.

4.1 Reagente

Solução de ferricianeto de potássio a 1,0 mmol/L em cloreto de potássio (KCl) a 0,1 mol/L.

4.2 Procedimento

A cela eletroquímica foi montada com os três eletrodos acima mencionados, preenchida com 10 mL da solução de ferricianeto de potássio a 1,0 mmol/L em cloreto de potássio (KCl) a 0,1 mol/L. Nessa mesma condição de concentração, foram registrados voltamogramas em três diferentes velocidades de varredura: 25, 50 e 100 mV/s, cada uma delas com 10 repetições.

A tabela 3 apresenta os parâmetros utilizados nestas análises. O parâmetro “*Rest Time*” indica o tempo, em segundos, que o software deve esperar antes de iniciar a análise; o parâmetro “*Step Number*” representa o número de pontos que serão armazenados na análise; já o parâmetro “*Cycle Number*” indica o número de repetições que serão realizadas, o parâmetro “*Start Voltage*” representa a tensão inicial das medições, o parâmetro “*1 St Vertex Voltage*” representa o valor da tensão do primeiro vértice da análise; o parâmetro “*2 Nd Vertex Voltage*”

indica o valor da tensão do segundo vértice da medição e, por fim, o parâmetro “Sweep Rate” indica a velocidade de varredura.

Parâmetro	Valor
<i>Rest Time</i>	5
<i>Step Number</i>	180
<i>Cycle Number</i>	10
<i>Start Voltage</i>	0.6
<i>1 St Vertex Voltage</i>	-0.4
<i>2 Nd Vertex Voltage</i>	0.6
<i>Sweep Rate</i>	25, 50 e 100

Tabela 3 - Parâmetros utilizados nas análises de calibração.

Fonte: Presente Pesquisa.

5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.1 Calibração através de um resistor

A calibração do potenciostato usando uma resistência conhecida é uma maneira rápida de verificar seu funcionamento. Esta calibração é bem simples e pode ser realizada com um simples resistor adquirido em qualquer eletrônica ou recuperado de uma placa eletrônica fora de uso, obviamente após ser constatada sua resistência com um ohmímetro ou multímetro. Assim, esta calibração pode ser realizada mesmo que não haja solução de Ferri-Ferro disponível.

A faixa de corrente esperada em nossas análises é da ordem de μA , desta forma admitimos uma resistência fictícia de $10\text{ k}\Omega$ para realização desta calibração, conforme tabela 4, construída pela aplicação da Lei de Ohm, onde a tensão elétrica (V), em volts é igual a corrente elétrica (i) em ampères multiplicada pela resistência elétrica (R) em ohms. Nesta calibração substituímos a célula eletroquímica por uma célula "fictícia", que consistiu em uma resistência simples R de $10\text{ k}\Omega$.

Resistor Shunt (R_s)	Faixa de Corrente
1 $\text{k}\Omega$	1 mA
10 $\text{k}\Omega$	100 μA

Tabela 4 - Faixas de Medição x Resistor Shunt.

Fonte: Presente Pesquisa.

Conforme figura 16, o eletrodo de trabalho (ET) foi conectado a um dos terminais deste resistor e os eletrodos de referência e contra-eletrodo (ER e CE) foram conectados ao outro terminal do resistor, conforme figura 16. Procedemos com uma análise em voltametria linear na faixa de -1,0 e 1,0 V nas velocidades de 25 mV/s, 50 mV/s e 100 mV/s. Obtemos como resposta gráficos Tensão (V) x Corrente (μA). A inclinação da reta destes gráficos nos permitiu calcular a resistência da célula fictícia. Este valor está próximo ao valor nominal de $10\text{ k}\Omega$, com uma diferença média de $\pm 0,14\%$. Este mesmo procedimento foi realizado com o potenciostato comercial. O valor encontrado também está próximo ao valor nominal de $10\text{ k}\Omega$, com uma diferença média de $\pm 0,1\%$.

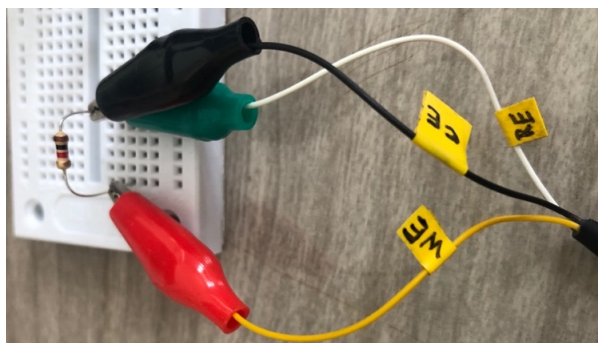


Figura 16 - Montagem para calibração utilizando uma resistência fixa.
Fonte: Presente Pesquisa

De acordo com a tabela 5, podemos verificar os coeficientes angulares (m), os coeficientes lineares (n) e a equação da reta das calibrações realizadas nas análises com velocidades de varredura de 25 mV/s, 50 mV/s e 100 mV/s.

Velocidade	Coefficiente Angular (m)	Coefficiente Linear (n)	Equação da Reta
25 mV/s	10,117724	-0,245875	$y = 10,117724 x - 0,245875$
50 mV/s	10,128085	-0,234745	$y = 10,128085 x - 0,234745$
100 mV/s	10,117220	-0,245875	$y = 10,117220 x - 0,245875$

Tabela 5 - Coeficientes angulares (m), coeficientes lineares (n) e equação da reta das calibrações do potenciostato da presente pesquisa utilizando um resistor de 10 k Ω .

As Figuras 17,18 e 19, mostram o gráfico de tensão (V) contra corrente (A) nas velocidades de 25 mV/s , 50 mV/s e 100 mV/s. Nestes gráficos o coeficiente angular (m) representa a resistência da nossa célula simulada com uma resistência nominal de 10 k Ω , desta forma, utilizando a lei de Ohm, $V = R \times i$, onde V representa a tensão elétrica em Volts, R representa a resistência elétrica em Ohms e i representa a corrente elétrica em ampères, a equação da reta ideal é $y = 10 x$, que representa uma diferença de +/- 0,14% em relação a uma resistência fictícia frente a uma diferença de +/- 0,1% apresentada por um potenciostato comercial. Assim, podemos concluir que, para este tipo de calibração, o potenciostato construído apresenta resultados muito próximos de um potenciostato comercial.

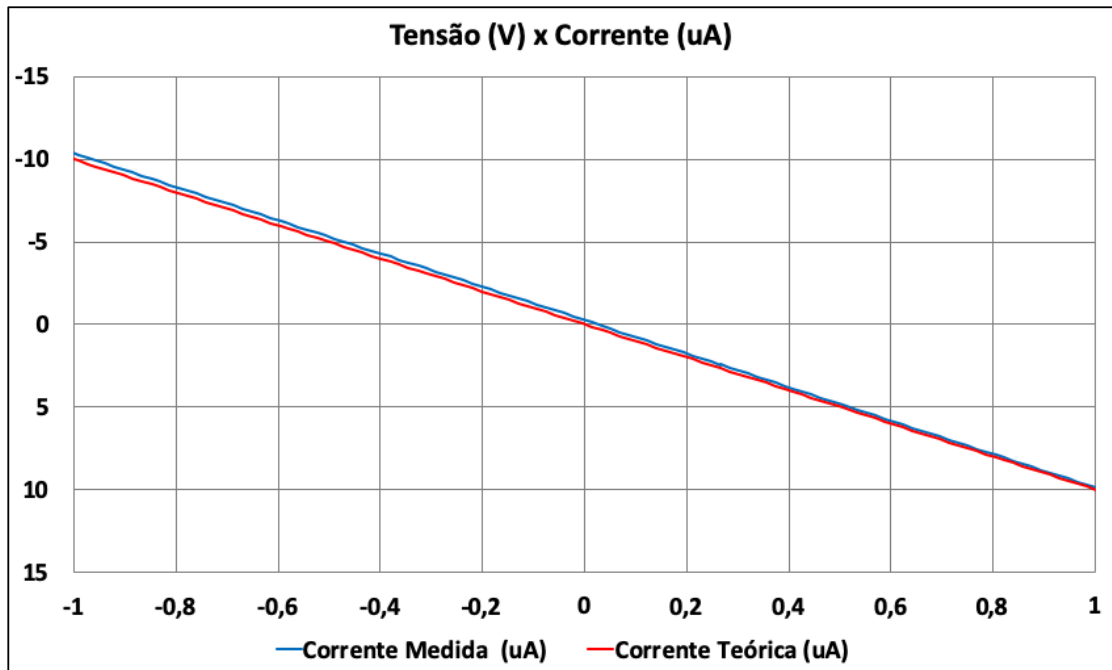


Figura 17 - Gráfico de Tensão x Corrente Teórica/Corrente Nominal. Velocidade 25 mV/s.
Fonte: Presente Pesquisa.

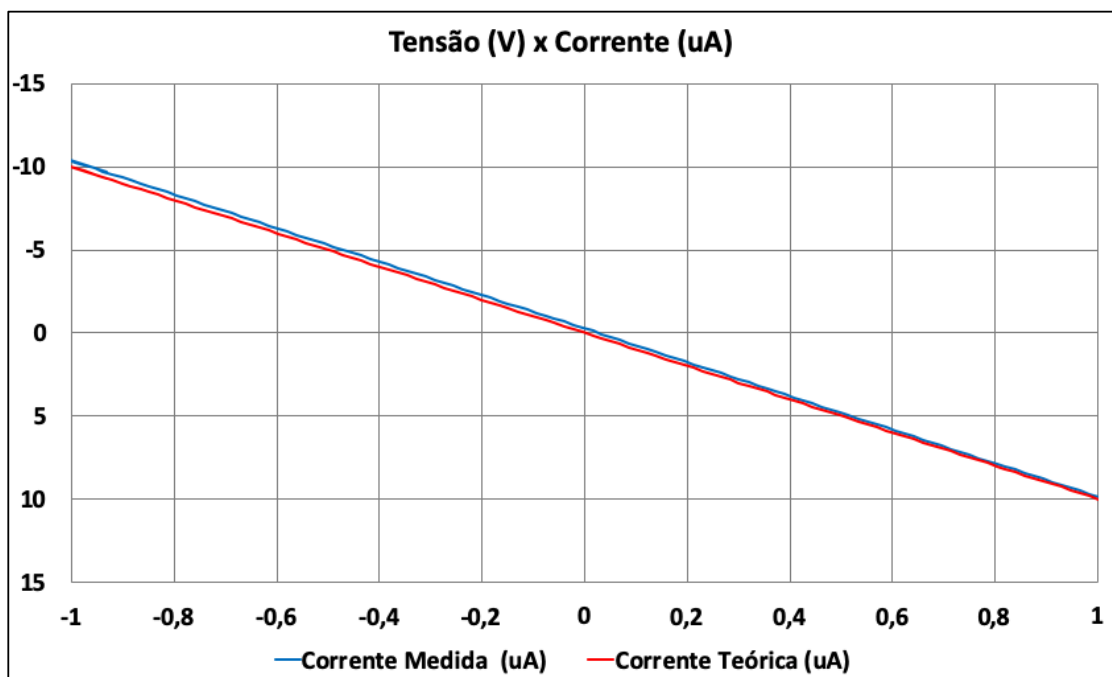


Figura 18 - Gráfico de Tensão x Corrente Teórica/Corrente Nominal. Velocidade 50 mV/s.
Fonte: Presente Pesquisa.

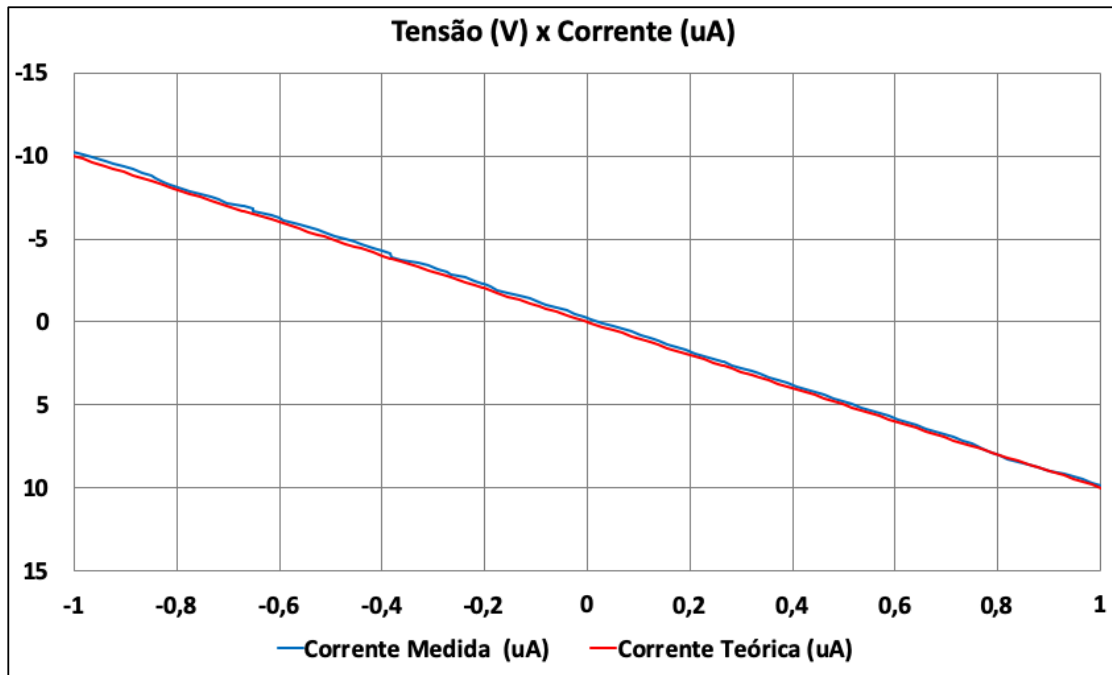


Figura 19. Gráfico de Tensão x Corrente Teórica/Corrente Nominal. Velocidade 100 mV/s.
Fonte: Presente Pesquisa.

5.2 Comparação por voltametria cíclica de ferricianeto de potássio $K_3Fe(CN)_6$

Os resultados são comparados nas Figuras 20, 21 e 22. Nelas podemos observar que as correntes de pico anódico (I_{pa}) e catódico (I_{pc}) e as tensões de pico anódico (E_{pa}) e catódico (E_{pc}) são semelhantes.

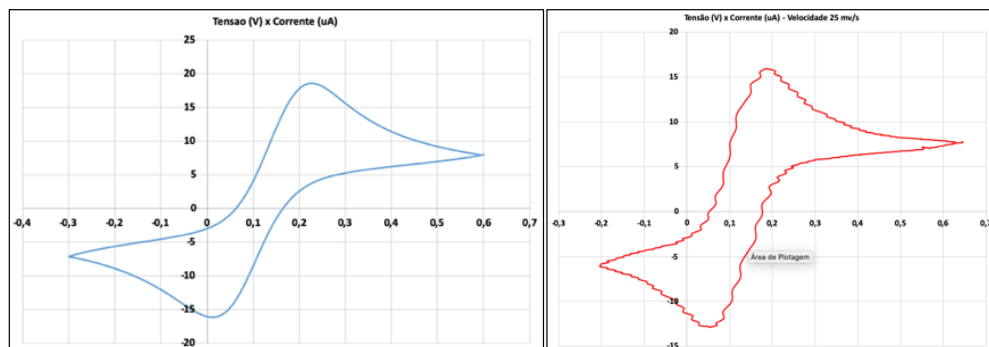


Figura 20. Voltogramas cíclicos realizados na velocidades de varredura de 25 mV/s em solução contendo ferricianeto e ferrocianeto de potássio.
Obtidos com: a) Potenciostato desta pesquisa; b) Potenciostato profissional.
Fonte: Presente Pesquisa.

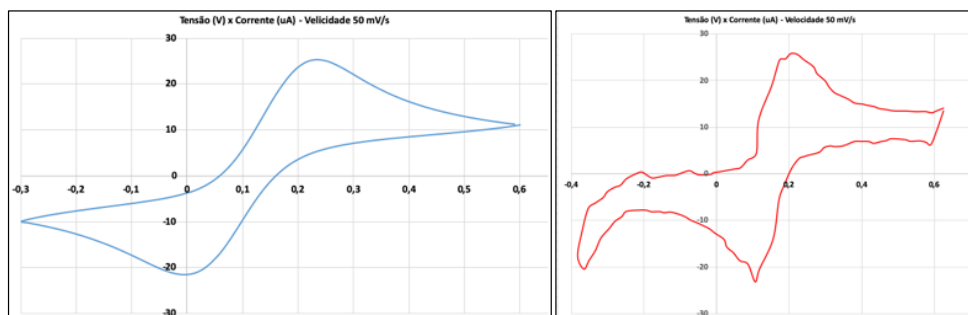


Figura 21. Voltagramas cíclicos realizados na velocidades de varredura de 50 mV/s em solução contendo ferricianeto e ferrocianeto de potássio. Obtidos com: a) Potenciostato desta pesquisa; b) Potenciostato profissional. Fonte: Presente Pesquisa

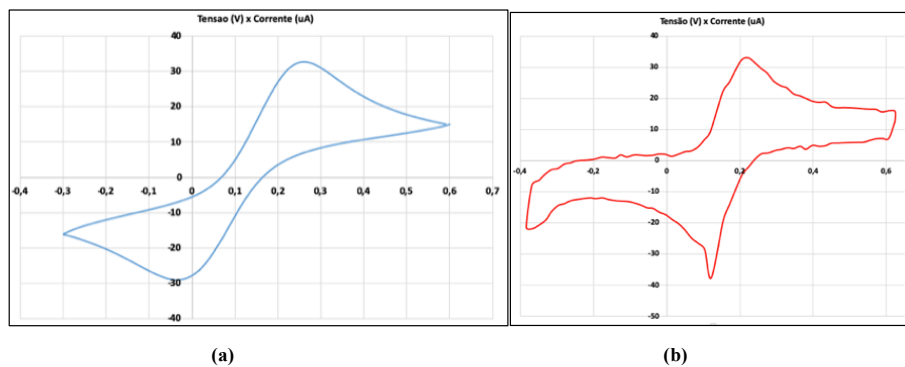


Figura 22. Voltagramas cíclicos realizados na velocidades de varredura de 100 mV/s em solução contendo ferricianeto e ferrocianeto de potássio. Obtidos com: a) Potenciostato desta pesquisa; b) Potenciostato profissional. Fonte: Presente Pesquisa

A tabela 6 mostra um resumo dos voltagramas cíclicos realizados em diferentes velocidades de varredura no potenciostado desta pesquisa e em um potenciostado comercial. A relação I_{pa}/I_{pc} para as velocidades de 25, 50 e 100 mV/s é de 1,20, 1,03 e 0,88 respectivamente no potenciostato da presente pesquisa e -1,15, -1,18 e -1,11 obtidas no potenciostato comercial.

Velocidade	E _{pc}		E _{pa}		E _{pc} -E _{pa}		I _c (μA)		I _a (μA)		I _c /I _a	
	(mV)		(mV)		(mV)							
	C	P	C	P	C	P	C	P	C	P	C	P
25 mV/S	230	70	100	170	220	-110	18,57	18,15	-16,12	-15,15	-1,15	-1,20
50 mV/s	230	210	-100	120	240	-90	25,31	25,93	-21,52	-25,24	-1,18	-1,03
100 mV/s	260	220	-40	120	300	-100	32,23	33,04	-28,95	-37,37	-1,11	-0,88

Tabela 6 - Potenciais e correntes de pico dos respectivos voltamogramas cíclicos em velocidades de varredura diferentes obtidos com o potenciostato objeto desta pesquisa (P) e obtidas utilizando um potenciostato comercial (C).

Ainda de acordo com a Tabela 6, é possível verificar que as magnitudes dos valores referentes a diferença entre os picos de potencial anódico e catódico ($E_{pa}-E_{pc}$), estão um pouco acima dos valores teóricos ($57.0/n$ mV) esperados para uma reação reversível. Da mesma maneira, a razão entre os valores das correntes de pico anódico (I_a) e catódico (I_c), apresentam-se um pouco acima do valor teórico $I_a/ I_c = 1$. Entretanto é possível perceber uma semelhança significativa entre os valores encontrados com o potenciostato comercial e o equipamento da presente pesquisa notadamente no que se refere as Correntes de Pico Catódico i_c , o que pode ser comprovado tanto pelos dados da tabela como pelos gráficos comparativos apresentados.

Também é possível perceber pelos dados apresentados que, mesmo após a regulação dos parâmetros de média e tempo de leitura, o equipamento apresenta um leve ruído em determinadas medições, porém com picos de corrente catódica (i_c) e anódica (i_a) bem definidos, o que não representa problemas em análises para fins didáticos.

A figura 23 mostra um gráfico típico de picos de potencial versus a raiz quadrada da velocidade de varredura potencial do potenciostato objeto desta pesquisa e do potenciostato comercial. Nela podemos verificar que o resultados foram bastante semelhantes.

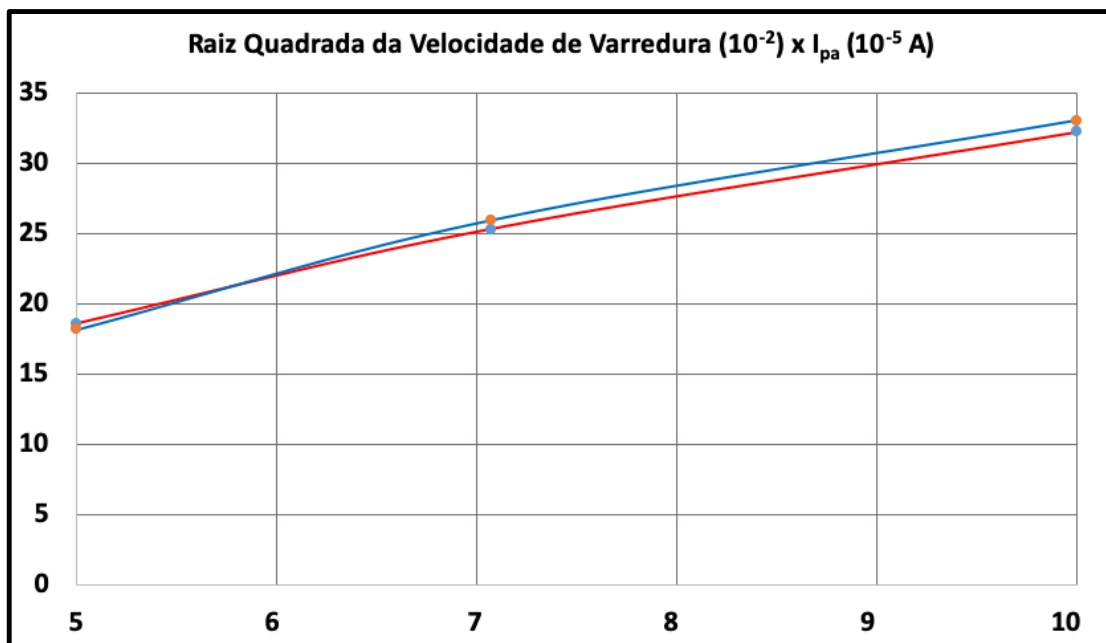


Figura 23. Gráfico da raiz quadrada da velocidade de varredura versus a corrente anódica máxima. (•) Potenciostato da Presente Pesquisa; (•) Potenciostato Comercial
 Fonte: Presente Pesquisa

5.3 – Redução de Ruído

Como o equipamento construído nesta pesquisa é um instrumento não industrial, é esperado que exista ruído proveniente de diversas fontes. Podemos citar por exemplo o ruído provocado pelo amplificador operacional LCM 6484. Também é notório que o cabo utilizado na conexão entre a cela eletroquímica e o equipamento não é blindado.

O software utilizado para o controle do potenciostato possui dois parâmetros que podem ser ajustados para minimizar o inconveniente do ruído. O parâmetro *Time step/s* pode ser alterado com o objetivo de aumentar e diminuir o tempo que o potenciostato leva para fazer uma medição. Tempos muito baixos ($< 0,01$ s) podem fazer com que o equipamento não consiga fazer determinada leitura e indicar um erro que no gráfico aparece como um pico de corrente.

Já o parâmetro *Average* representa o número de média de medições que o potenciostato vai realizar antes de registrar um valor de corrente. Realizamos 20 análises de teste utilizando os mesmos parâmetros e modificando apenas o parâmetro *Time step/s*, variando seu valor entre

0,003 e 0,1 com incrementos de 0,005. Após a realização das 20 análises de teste concluímos que o valor de *Time step/s* de 0,021 foi o que apresentou o menor valor de ruído frente aos demais valores. O valor mais adequado de média depende da velocidade de leitura da medição que deseja-se realizar. Optamos por manter o valor de “*Average*” fixo em 9.

Percebe-se, analisando os dados, que levando em consideração que trata-se de um equipamento não comercial cujo valor de construção foi de apenas R\$ 300,00 o equipamento apresentou resultados muito semelhantes em comparação a um equipamento comercial de valor muito superior mostrando-se bastante promissor para realização de outras pesquisas e aperfeiçoamentos futuros.

6 CONCLUSÕES

O uso de um microcontrolador arduino aliado a uma eletrônica de baixo custo e fácil aquisição em conjunto com a utilização de um software gratuito possibilitou o desenvolvimento e construção de um potenciostato de baixo custo, portátil, de fácil construção e pode ser fabricado e estudado por alunos de cursos técnicos dos Institutos Federais e que pode ser utilizado em análises ambientais.

Conforme proposto por esta pesquisa, o equipamento poderá ser construído por estudantes de cursos de eletrônica e áreas afins e utilizado por esses mesmos discentes ou por discentes de outros cursos em aulas práticas de eletroquímica. Adicionalmente, os próprios alunos poderão propor e implementar melhorias no equipamento construído, tais como, a implementação de outras técnicas de análise eletroquímica além das já disponíveis neste equipamento, implementação de outros filtros que possam reduzir o ruído das medições, o estudo e construção de um cabo blindado para conexão dos eletrodos, etc.

Os dados de calibração apresentados, tanto utilizando um resistor como o utilizado com a solução Ferri-Ferro apresentaram resultados muito semelhantes ao potenciostato comercial e compatível com os objetivos do projeto. É notório que para ser utilizado em análises de precisão o equipamento ainda precisa de melhorias, porém para utilização de atividades práticas de caráter didático o equipamento pode ser perfeitamente utilizado.

Quanto ao custo de aquisição dos materiais consideramos que o valor de R\$ 300,00 (trezentos reais) encontra-se alinhado aos objetivos deste trabalho. Este valor poderá ser reduzido com a substituição do controlador por um arduino micro, o que poderá reduzir o custo total de aquisição e tamanho do projeto final.

Conclui-se que os objetivos desta pesquisa foram atendidos pois o produto final apresenta o que foi inicialmente proposto, ou seja, foi desenvolvido um equipamento de baixo custo, portátil, de fácil utilização e que realiza análises das principais técnicas eletroquímicas com resultados de calibração satisfatórios para análises didáticas.

7 REFERÊNCIAS

ALMEIDA, E. S. **Uso de eletrodos impressos para determinação de metais e antioxidante em combustíveis fósseis e renováveis empregando técnicas eletroanalíticas**. Tese de Doutorado—Uberlândia: Universidade Federal de Uberlândia, 2016.

ARDUINO CC. **Arduino About**.

BARBOSA S. A. Determinação eletroquímica do pesticida parationa metílica em águas de reservatório por voltametria de redissolução catódica Introdução. **Orbital: The Electronic Journal of Chemistry**, v. 3, n. 3, p. 133–143, 2011.

BARD, J.; FAULKNER, L. R. **Electrochemical Methods: Fundamentals and Applications**. 2ª ed. New York: Wiley, 2001.

BIOLOGIC. Electrochemistry - Application note n.4: Potentiostat Stability Mystery Explained. **Biologic Science Instruments**, 2010.

BRASIL. **Decreto nº 7.566, de 23 de setembro de 1909. Cria nas capitais dos estados as Escolas de Aprendizes Artífices para o ensino profissional e gratuito**. Brasília/DF, 1909.
BRASIL. **Institui a Rede Federal de Educação Profissional, Científica e Tecnológica, cria os Institutos Federais de Educação, Ciência e Tecnologia, e dá outras providências. LEI Nº 11.892, de 29 de dezembro de 2008**. Brasília/DF, 2008.

BRETT, C. M. A.; BRETT, A. M. O. **Electrochemistry : Principles, Methods, and Applications**. Oxford: Oxford University Press, 1993.

CARDOSO, J. L. **Desenvolvimento de Sistemas Portáteis de Monitoramento Eletroquímico**. 148 f. ed. São Paulo: Dissertação (Mestrado em Engenharia Elétrica), USP., 2007.
CASTRUCCI, P. B. L.; BOTTURA, C. P. **Enciclopédia de Automática**. São Paulo: Blucher, 2007. v. 1

CHASSOT, A. **Para Que(m) é útil o Ensino?** 4ª Edição ed. São Paulo: [s.n.].

FILHO, D. J. DOS S.; MARUYAMA, N. **Eletrônica Analógica**. [s.l: s.n.].

FUNDACENTRO. **Prevenção de acidentes no trabalho com agrotóxicos: segurança e saúde no trabalho**. 3. ed. São Paulo: Fundação Jorge Duprat Figueiredo de Segurança e Medicina do Trabalho, Ministério do Trabalho., 1998.

HERNÁNDEZ, R. **Construcción, implementación y calibración de potenciostato dedicado a mediciones voltamétricas**. Monterrey: Tecnológico de Monterrey, 2017.

HUANG, C.-Y. Design and Implementation of Potentiostat with Standalone Signal Generation for Vanillylmandelic Acid Biosensors. **Sensors and Materials**, v. 29, n. 6, p. 619–628, 2017.

IEC - INTERNATIONAL ELECTROTECHNICAL COMMISSION. **Electropedia: The World's Online Electrotechnical Vocabulary**., 2007. (Nota técnica).

- JANATA, J. **Principles of Chemical Sensors**. New York: Plenum, 1989.
- KISSINGER, P.; HEINEMAN, T.; WILLIAN, R. Laboratory techniques in electroanalytical Chemistry. **Marcel Dekker, NY**, v. 2 ed, p. 173–191, 1996.
- KONCKI, R. Critical Reviews in Analytical Chemistry Chemical Sensors and Biosensors Based on Prussian Blues. **Critical Reviews in Analytical Chemistry**, p. 79–96, 2007.
- LI, Y. , C. Easily Fabricated Low-Cost Potentiostat Coupled with UserFriendly Software for Introducing Students to Electrochemical Reactions and Electroanalytical Techniques. **Chemical Education, American Chemical Society and Division of Chemical Education. V95**, p. 1658–1661, 2018.
- LIBERTO, R. C. N. **Corrosão-erosão da liga Cu10Ni-3Al-1,3Fe em presença de íons cloreto, sulfeto e sulfato**. Tese de Doutorado—São Paulo: Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, 2010.
- LOWINSOHN, D.; BERTOTTI, M. Sensores eletroquímicos: considerações sobre mecanismos de funcionamento e aplicações no monitoramento de espécies químicas em ambientes microscópicos. . **Química Nova**, v. 29, p. 1318–1325, 2006.
- MARTÍNEZ, H. G.; NARRO, E. C.; CORTÉS, J. S. Nanotecnología y medio ambiente. **Congreso de Nanotecnología y medio ambiente**, p. 1–128, 2012.
- MASINDI, V.; MUEDI, K. L. Environmental Contamination by Heavy Metals. **Heavy Metals.** , p. 115–133, 2018.
- MORAN, J. Metodologias ativas para uma aprendizagem mais profunda. In: **BACICH, L.; MORAN, J.(org.). Metodologias ativas para uma educação inovadora.**, p. 35–72, 2018.
- MUTSUMI, K. et al. An Integrated Potentiostat With an Electrochemical Cell Using Thin-Film Transistors. **IEEE Transactions on Electron Devices**, v. 56, n. 9, set. 2009.
- NAGATA, T.; SUZUKI, K. Building a Low-cost Standalone Electrochemical Instrument Based on a Credit Card-sized Computer. **Analytical Sciences, The Japan Society for Analytical Chemistry**, v. 34, p. 1213–1216, 2018.
- OLIVEIRA, B. C. **O Trabalho Docente na Verticalização do Instituto Federal de Brasília**. Brasília/DF: Universidade de Brasília, 2016.
- OLIVEIRA, R. T. S.; MACHADO, S. A. S. Quantificação do Pesticida Diclorvos por Voltameteria de Onda Quadrada em Águas Puras e Naturais. **Química Nova**, v. 27, n. 6, p. 911–915, 2004.
- PACHECO, W. F. et al. Voltammetry: A Brief Review About Concepts. **Revista Virtual de Química**, p. 5–516, 2013a.
- PACHECO, W. F. et al. Voltametrias: Uma Breve Revisão Sobre os Conceitos. **Revista Virtual de Química.**, p. 516–537, ago. 2013b.

PRUMA, R. et al. A low-cost and miniaturized potentiostat for sensing of biomolecular species such as TNF- α by electrochemical impedance spectroscopy. **ELSEVIER, Biosensors and Bioelectronics**, v. 100, p. 533–540, 2018.

QUEVEDO MARGARETE DE. **Um olhar para o IFRS: Concepções sobre a Verticalização nos Institutos Federais de Educação, Ciência e Tecnologia.**

ROVER, L.; NETO, G. D.; KUBOTA, L. T. **Transdutores Potenciométricos a base de polímeros condutores: Aplicações Analíticas.** [s.l.] Química Nova, 1997. v. 20

SCHNETZLER, R. P.; ARAGÃO, R. M. R. importância. Sentido e Contribuições de Pesquisa para o Ensino de Química. **Revista Química Nova na Escola**, p. 27–31, maio 1995.

SEGURA, B.; JIMÈNES, F. N.; GIRALDO, L. R. Potentiostat prototype with applications in electrochemical process. **Entre Ciencia e Ingeniería**, v. 10, n. 19, p. 61–69, 2016.

SHARMA, S. S. **Power Electronics.** [s.l.: s.n.].

SKOOG, D. A. et al. **Fundamentals of Analytical Chemistry.** [s.l.: s.n.].

STEINSBERGER, T. et al. Sens. Actuators. **B**, p. 255–3558, 2018.

SWARTZEL, JR. K. D. **Summing amplifier.** Estados Unidos, 11 jun. 1941.

UN. **Population Division. World Population Prospects 2019: Highlights.**
UNEP. **Declaração de Estocolmo.**

WALKOWIAK, M.; NEHRING, A. J. Chemical Education. **Chem. Educ.** **93**, **778.**, 2016.

WANG, J. **Analytical Electrochemistry.** 2^a ed. ed. New Jersey: [s.n.].

WANG, J. **Analytical Electrochemistry.** 2^a ed. New Jersey: Wiley-VCH, 2000b.

YARNITZKY C.N. Design and Construction of a Potentiostat for a Chemical Metal-Wales Reactor. **Journal of Electroanalytical Chemistry.**, maio 2000.

ZADE, S. S.; ZAMOSHCHIK, N. B. M. From Short Conjugated Oligomers to Conjugated Polymers. Lessons from Studies on Long Conjugated Oligomers. **Accounts of Chemical Research**, p. 14–24, 2011.

ZANONI, M. E. AL. Panorama Da Eletroquímica E Eletroanalítica No Brasil. **Química Nova**, v. 40, p. 663–669, 2017.

PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO
EM TECNOLOGIAS AMBIENTAIS

Potenciostato para Análises Eletroquímicas (STATIFALP01)

Charles Bronson Bezerra de Lucena



Pedido nacional de Invenção, Modelo de Utilidade, Certificado de Adição de Invenção e entrada na fase nacional do PCT

Número do Processo: BR 10 2024 001900 8

Dados do Depositante (71)

Depositante 1 de 1

Nome ou Razão Social: INSTITUTO FEDERAL DE EDUCAÇÃO, CIÊNCIA E TECNOLOGIA
DE ALAGOAS - IFAL

Tipo de Pessoa: Pessoa Jurídica

CPF/CNPJ: 10825373000155

Nacionalidade: Brasileira

Qualificação Jurídica: Instituição de Ensino e Pesquisa

Endereço: Rua Odilon Vasconcelos, 103, Jatiúca

Cidade: Maceió

Estado: AL

CEP: 57035-660

País: Brasil

Telefone: (82) 3194-1178

Fax:

Email: nit@ifal.edu.br

Dados do Pedido

Natureza Patente: 10 - Patente de Invenção (PI)

Título da Invenção ou Modelo de Utilidade (54): INÉDITO EQUIPAMENTO POTENCIOSTATO (STATIFALP01) PARA ANÁLISES ELETROQUÍMICAS DESENVOLVIDO EM PLACA DE CIRCUITO IMPRESSO ÚNICA

Resumo: A presente invenção refere-se ao desenvolvimento de um potenciostato (STATIFALP01 – Primeiro Potenciostato do Instituto Federal de Alagoas) para análises eletroquímicas utilizando os métodos de voltametria cíclica, linear e cronoamperometria com erro máximo de medição de 0,14%, montados em placa única. Os modelos de placa eletrônica foram desenvolvidos e montados para comprovar seu funcionamento pelo método de calibração utilizando uma resistência elétrica conhecida e obteve resultados próximos ao de um potenciostato comercial. O valor gasto no dispositivo foi de aproximadamente R\$ 300,00 (trezentos reais), frente a aproximadamente R\$ 25.000,00 (vinte e cinco mil reais) de um potenciostato comercial em valores de novembro de 2023. Assim, o equipamento desenvolvido apresenta-se como alternativa viável para democratizar a utilização do equipamento em Escolas, Institutos e Universidades, bem como na fabricação de analisadores que utilizem técnicas eletroquímicas para uso em indústrias. Nesse sentido, o referido equipamento poderá ser utilizado no desenvolvimento e aplicação de nanosensores e biossensores eletroquímicos, estudos de corrosão, dispositivos eletrocrômicos, dispositivos microfluídicos, polímeros condutores, dentre outras, mostrando-se, portanto, uma ferramenta fundamental para o avanço da ciência e nanotecnologia de vários sistemas nanoestruturados de importância ambiental, biológica, farmacológica, médica e alimentícia.

Figura a publicar: 03

Dados do Inventor (72)

Inventor 1 de 5

Nome: CHARLES BRONSON BEZERRA DE LUCENA

CPF: ██████████

Nacionalidade: Brasileira

Qualificação Física: Professor do ensino superior

Endereço: Rua Odilon Vasconcelos

Cidade: Maceió

Estado: AL

CEP: 57035-660

País: BRASIL

Telefone: (82) 319 41178

Fax:

Email: nit@ifal.edu.br

Inventor 2 de 5

Nome: PHABYANNO RODRIGUES LIMA

CPF: ██████████

Nacionalidade: Brasileira

Qualificação Física: Professor do ensino superior

Endereço: Rua Odilon Vasconcelos

Cidade: Maceió

Estado: AL

CEP: 57035-660

País: BRASIL

Telefone: (82) 319 41178

Fax:

Email: nit@ifal.edu.br

Inventor 3 de 5

Nome: SARAH KELLY MELO CAVALCANTE RODRIGUES LIMA

CPF: ██████████

Nacionalidade: Brasileira

Qualificação Física: Professor do ensino superior

Endereço: Rua Odilon Vasconcelos

Cidade: Maceió

Estado: AL

CEP: 57035-660

País: BRASIL

Telefone: (82) 319 41178

Fax:

Email: nit@ifal.edu.br

Inventor 4 de 5

Nome: FRANCISCO DE ASSIS DOS SANTOS SILVA

CPF: ██████████

Nacionalidade: Namibiana

Qualificação Física: Professor do ensino superior

Endereço: Rua Odilon Vasconcelos

Cidade: Maceió

Estado: AL

CEP: 57035-660

País: BRASIL

Telefone: (82) 319 41178

Fax:

Email: nit@ifal.edu.br

Inventor 5 de 5

**PETICIONAMENTO
ELETRÔNICO**

Esta solicitação foi enviada pelo sistema Petição Eletrônica em 30/01/2024 às 14:27, Petição 870240008156

Nome: CLEYLTON BEZERRA LOPES

CPF: 06518006412

Nacionalidade: ██████████

Qualificação Física: Professor do ensino superior

Endereço: Rua Odilon Vasconcelos

Cidade: Maceió

Estado: AL

CEP: 57035-660

País: BRASIL

Telefone: (82) 319 41178

Fax:

Email: nit@ifal.edu.br