

CARACTERIZAÇÃO VOLTAMÉTRICA DE ELETRODO DE GRAFITE MODIFICADO COM ÁCIDO ASCÓRBICO PARA DETERMINAÇÃO DE CHUMBO EM CACHAÇA

ELISÂNGELA DE FÁTIMA LISBOA TAVARES¹, ADELIR APARECIDA SACZK², MARIA DAS GRAÇAS CARDOSO³, LEONARDO LUIZ OKUMURA⁴

RESUMO

Este trabalho foi realizado com o objetivo de confeccionar um eletrodo capaz de determinar chumbo em cachaça provenientes da região do Sul de Minas Gerais. Os eletrodos foram preparados misturando grafite em pó, óleo mineral e ácido ascórbico em diversas proporções. O melhor resultado para a determinação de chumbo foi obtido com o eletrodo na proporção: 60% de grafite, 15% de óleo mineral e 25% de ácido ascórbico, em massa. Estes eletrodos apresentaram perfis voltamétricos definidos e maior intensidade de corrente em meio de HCl 1 molL⁻¹, usando um intervalo de potencial de -0,8 a 0,1 V (vs Ag|AgCl), $v = 100 \text{ mVs}^{-1}$ em relação aos outros compósitos. O chumbo apresentou um pico anódico em -0,544 V e um pico catódico em -0,655 V. O eletrodo proposto mostrou-se eficiente para a determinação de chumbo em cachaça.

Palavras chave: chumbo, cachaça, eletrodo modificado, ácido ascórbico.

INTRODUÇÃO

A cachaça é a segunda bebida alcoólica mais consumida no Brasil, sendo seu consumo estimado em 1,5 bilhões de litros por ano, gerando 450 mil empregos diretos e indiretos (Agência Nacional de Promoção de Exportadores e Investimentos, APEX Brasil, 2008). Segundo o Serviço Brasileiro de Apoio às Micro e Pequenas Empresas, SEBRAE - MG (2005), Minas Gerais é o maior produtor de aguardente artesanal do Brasil, representando 44% da produção nacional. Para se ter um controle de qualidade da cachaça é importante à quantificação de metais, com diversas finalidades, sendo a mais importante à verificação da presença de espécies metálicas em níveis tóxicos, atendendo as especificações exigidas pela legislação. O chumbo é um metal que não apresenta qualquer benefício ao organismo humano. É altamente reativo e bioacumulativo, sendo, então, um metal perigoso na sua forma catiônica se ligado a cadeias curtas de átomos de carbono (BAIRD, 2003).

Metais em bebidas alcoólicas são, muitas vezes, determinados pela técnica de absorção atômica ou técnicas de emissão (PYRZYNSKA, 2007). Porém, o alto custo dos instrumentos envolvidos e o longo tempo necessário para a preparação da amostra, muitas vezes, impede o seu uso generalizado. Métodos eletroanalíticos representam uma opção valiosa para essas análises, pois apresentam resultados compatíveis em termos de precisão, seletividade e praticidade com as técnicas tradicionais de análise (IBANEZ et al., 2008). O objetivo deste trabalho foi avaliar a resposta voltamétrica de eletrodos à base de grafite modificado com ácido ascórbico para determinação de chumbo em cachaça do sul de Minas Gerais.

1 – Doutoranda em Agroquímica – DQI/UFLA – tavareslisboa@yahoo.com.br

2 – Professora Adjunta – DQI/ UFLA – adelir@dqi.ufla.br

3 – Professora Associada – DQI/UFLA – mcardoso@dqi.ufla.br

4 – Professor adjunto – DEQ/UFV – Leo.okumura@ufv.br

MATERIAIS E MÉTODOS

Reagentes e soluções

Todos os produtos e reagentes químicos utilizados foram de qualidade analítica, sem nenhuma purificação adicional. As soluções aquosas foram preparadas com água purificada por um sistema Milli-Q. Nos experimentos eletroquímicos, foram utilizadas soluções estoque recém-preparadas dos íons metálicos. Uma solução de HCl 1 mol L⁻¹ foi preparada como eletrólito de suporte para a determinação de Pb. A solução estoque de Pb(II) foi preparada, inicialmente, à concentração de 1.000 mg L⁻¹, sendo a dissolução realizada em solução 50% de etanol PA.

Preparo dos eletrodos de pasta de carbono modificados com ácido ascórbico

Os eletrodos foram preparados nas seguintes composições:

Eletrodo 1: 70% de carbono e 30% de óleo mineral.

Eletrodo 2: 60% de carbono, 15% de óleo mineral e 25% de ácido ascórbico.

A pasta obtida por esse procedimento foi introduzida em um tubo de vidro, como mostrado na Figura 1 e o contato elétrico foi feito por meio de um fio de cobre.

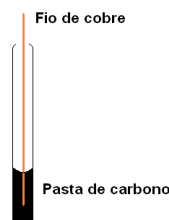


Figura 1 - Esquema do eletrodo de pasta de carbono.

Experimentos eletroquímicos

As medidas eletroquímicas foram realizadas em um potenciostato/galvanostato microautolab III acoplado a um microcomputador e gerenciado pelo software GPES 4.9. Foi utilizada uma célula eletroquímica convencional de três eletrodos, com capacidade de 20 mL. O eletrodo de referência empregado foi um eletrodo de Ag/AgCl sat e, como eletrodo auxiliar, utilizou-se um eletrodo de platina. Como eletrodo de trabalho foram utilizados os de pasta de carbono.

As técnicas eletroquímicas nas modalidades de voltametria cíclica e pulso diferencial foram empregadas nos estudos realizados na identificação de chumbo. A metodologia eletroanalítica proposta visa informar a presença desse contaminante nas amostras comerciais.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

Para estabelecer os potenciais redox do chumbo, foi realizado um estudo cíclico voltamétrico do eletrodo 2 (60% de carbono, 15% de óleo mineral, 25% de ácido ascórbico), fim de verificar se haveria resposta dos eletrodos para esse metal. Foram registrados voltamogramas cíclicos contendo 74 mgL⁻¹ (0,36 mmol L⁻¹) de Pb (II) em HCl 1 mol L⁻¹ (Figura 2).

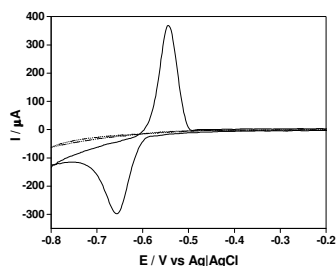


Figura 2 - Voltamograma cíclico obtido para o eletrodo composto em solução de 0,36 mmol L⁻¹ Pb²⁺ em HCl 1 mol L⁻¹, $v = 100 \text{ mVs}^{-1}$.

O voltamograma cíclico mostrado na Figura 2 apresenta para o chumbo, um pico catódico em $-0,655$ V, que pode ser atribuído à redução do Pb^{2+} a Pb^0 e um pico anódico em $-0,544$ V, que pode ser atribuído à oxidação do chumbo previamente reduzido na superfície do eletrodo, durante a varredura catódica.

Estudo da velocidade de varredura (v)

O estudo em função de v foi realizado no intervalo de 10 a 500 mV s^{-1} . Na Figura 3 são apresentados os voltamogramas de redissolução anódica de chumbo que foram registrados em eletrólito de suporte $\text{HCl } 1 \text{ mol L}^{-1}$ e a variação da corrente de pico (i_p) versus v .

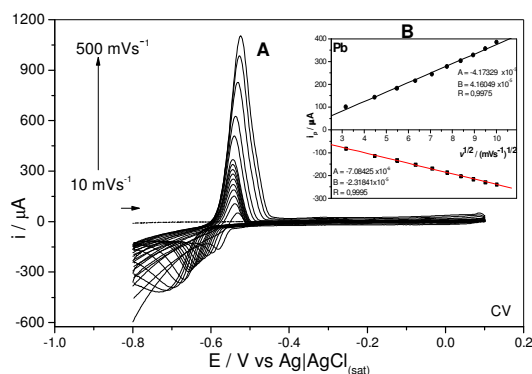


Figura 3 - (A) Voltamogramas cíclicos registrados em $\text{HCl } 1 \text{ mol L}^{-1}$ para o eletrodo 2 na presença de $0,36 \text{ mmol L}^{-1} \text{ Pb}^{2+}$ em etanol 50%. (B) Variação da v com i_p .

Observa-se na Figura 3 (B) que há uma relação linear entre i_p e v , possuindo coeficiente de correlação linear de 0,997 e 0,999, indicando que o processo eletrodico envolve espécies adsorvidas sobre o eletrodo.

Composição da pasta de carbono

Para avaliar a resposta do eletrodo 2 frente ao depósito de chumbo, foi utilizada a técnica de voltametria de pulso diferencial em $\text{HCl } 1 \text{ mol L}^{-1}$ com amplitude = 2 mV. O depósito foi realizado em uma solução alcoólica de $\text{Pb}^{2+} 20 \text{ mgL}^{-1}$ com $E_d = -0,6$ V por 300 segundos. Os voltamogramas de redissolução anódica foram registrados na presença e na ausência de ácido ascórbico e são apresentados na Figura 4.

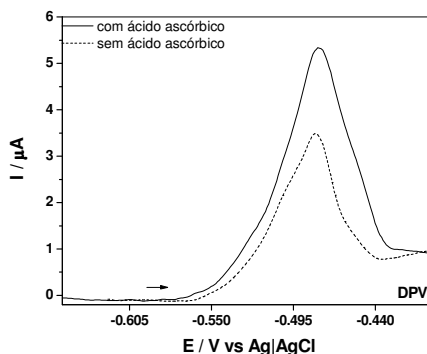


Figura 4 - Voltamogramas de pulso diferencial de uma solução alcoólica 50% com 20 mg L^{-1} de Pb^{2+} .

Observa-se, na Figura 4, que a i_p referente à oxidação do Pb^{2+} aumenta com a presença do ácido ascórbico. Diante disso, confirmou-se que o ácido ascórbico melhora significativamente a resposta do eletrodo.

CONCLUSÃO

Os resultados demonstraram que processo eletródico envolve a adsorção do chumbo na superfície do eletrodo, e que ácido ascórbico influencia significativamente a resposta do eletrodo frente ao chumbo.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

AGÊNCIA DE PROMOÇÃO DE EXPORTADORES E INVESTIMENTOS. **Cachaça**: bom negócio no Brasil e exterior. Brasília, 2008. Disponível em: < <http://www.apexbrasil.com.br/>>. Acesso em: 27 jul. 2010.

BAIRD, C. **Química ambiental**. 2. ed. Porto Alegre: Bookman, 2003. 622 p.

IBANEZ, J. G.; CARREON-ALVAREZ, A.; BARCENA-SOTO, M.; CASILLAS, N. Metals in alcoholic beverages: a review of sources, effects, concentrations, removal, speciation, and analysis. **Journal of Food Composition and Analysis**, San Diego, v. 21, n. 8, p. 672-683, Dec. 2008.

PYRZYNSKA, K. Chemical speciation and fractionation of metals in wine. **Chemical Speciation and Bioavailability**, Surrey, v. 19, n. 1, p. 1-8, Apr. 2007.

SERVIÇO BRASILEIRO DE APOIO ÀS MICRO E PEQUENAS EMPRESAS. **Estudo de viabilidade econômica**. Belo Horizonte, 2005.70 p.