



USO DE ÁCIDO HÚMICO NA ADSORÇÃO DE FERRO(III) EM ELETRODO MODIFICADO PARA DETERMINAÇÃO DE ÁCIDO ASCÓRBICO¹

*Carlos Roberto de Menezes Peixoto², Marco Aurélio Ballin³, Lucinei Stechmann da Silva⁴.
UNIJUÍ*

INTRODUÇÃO: Devido a vantagens como sensibilidade, seletividade e facilidade de uso para determinação de diferentes espécies, a busca por eletrodos modificados é uma área de grande interesse em Química Analítica. Diferentes materiais como polímeros, óxidos, zeólitas e outros têm sido usados para imobilizar espécies eletroativas na superfície de eletrodos para uso como sensores amperométricos. Os ácidos húmicos (AH) apresentam grande capacidade de adsorção de cátions, sendo esta uma de suas funções mais importantes em solos. Isso possibilitou o uso desta substância para imobilização de íons Fe(III) em eletrodos de pasta de grafite (EPG), e uso deste eletrodo como sensor para determinação de ácido ascórbico (H₂A).

MATERIAL E MÉTODOS: Os ácidos húmicos foram extraídos de solo com alto teor de matéria orgânica por dissolução em solução de NaOH 1 mol L⁻¹, precipitação com solução de HCl 6 mol L⁻¹, e purificação com HCl/HF. A adsorção de íons Fe³⁺ foi feita por imersão dos ácidos húmicos (100 mg) em solução de Fe(NO₃)₃ (2x10⁻² mol L⁻¹) em pH 6,5, agitação por 10 horas, lavagem, filtração, e secagem sob vácuo do sólido obtido (AH-Fe). A quantidade de Fe³⁺ adsorvida foi determinada por espectroscopia de absorção atômica após digestão do sólido em HNO₃ concentrado, sendo encontrada 32,5 mg de Fe³⁺/g de ácido húmico (ou 0,57 mmol g⁻¹). Medidas eletroquímicas: potenciostato MQPG-01 (Microquímica); contra-eletrodo: placa de platina; referência: eletrodo de calomelano saturado (SCE); eletrodo de trabalho (PG-AH-Fe): pasta obtida pela mistura de 10 mg de grafite em pó, 5 mg de AH-Fe e uma gota de óleo mineral; eletrólito suporte: KCl 0,5 mol L⁻¹ em tampão acetato 0,2 mol L⁻¹ /fosfato 0,020 mol L⁻¹. As medidas foram feitas em atmosfera de nitrogênio.

RESULTADOS: O voltamograma cíclico obtido para o PG-AH-Fe apresentou resposta em E_m=0,78V, ΔE=0,17V, devido ao par Fe(II)/Fe(III). Ocorreu variação linear de E_m de 0,69 para 0,82 V com variação no pH de 6,5 para 2,0. O PG-AH-Fe foi utilizado como sensor para H₂A. No voltamograma cíclico obtido em presença de H₂A ocorre aumento da corrente anódica, indicando eletrocatalise do processo de oxidação. Foi observada linearidade entre a corrente obtida cronoamperometricamente em potencial de 0,87 V e a [H₂A], representada por I = 7,7202 mmol/L [H₂A] + 1,9583, r² = 0,9986. Em determinações de H₂A em suco natural foram obtidos 42,06±1,79 mg/100mL, sendo que pelo método iodométrico foram obtidos 42,9±2,17 mg/100mL. O PG-AH-Fe manteve a resposta eletroquímica sem alteração por 52 horas de uso contínuo. Após nova calibração foi usado até 180 horas sem renovação da superfície.

DISCUSSÃO/CONCLUSÕES: Os ácidos húmicos foram eficientes na imobilização do íon Fe(III) na superfície do eletrodo, que manteve a resposta eletroquímica devido ao processo Fe(II)/Fe(III) quando imobilizado, e eletrocatalizou a oxidação de ácido ascórbico. A corrente eletrocatalítica, obtida cronoamperometricamente, foi proporcional à concentração de ácido ascórbico, permitindo o uso deste eletrodo como sensor para esta espécie. O eletrodo foi testado em amostra de suco de laranja, apresentou ótimo resultado e estabilidade.

¹Projeto de Pesquisa Institucional DBQ/UNIJUI

²Coordenador do Projeto de Pesquisa, Professor Doutor do DBQ

³Acadêmico do Curso de Química

⁴Acadêmico do Curso de Química Industrial de Alimentos