

DETERMINAÇÃO VOLTAMÉTRICA DE CICLAMATO DE SÓDIO UTILIZANDO UM ELETRODO DE DIAMANTE DOPADO COM BORO

Roberta A. Medeiros (PG), Adriana E. Carvalho (PG), Tatiane R. Albarici (PG), Romeu C. Rocha Filho (PQ), Orlando Fatibello-Filho (PQ).

Departamento de Química, Universidade Federal de São Carlos

Palavras Chave: Ciclamato de sódio, Eletrodo de diamante dopado com boro, Voltametria de onda quadrada.

Introdução

Descoberto por Michael Sveda em 1937, o ciclamato de sódio é um adoçante artificial 30 vezes mais doce que a sacarose e com zero de calorias¹. O nome ciclamato é empregado tanto ao ácido ciclâmico, como aos seus sais de sódio e cálcio. O eletrodo de diamante dopado com boro (DDB) possui um número importante de propriedades eletroquímicas distinguíveis das de outros eletrodos comumente usados, tais como o carbono vítreo, o grafite pirolítico e a pasta de carbono. Neste eletrodo a reação de desprendimento de hidrogênio começa em $-1,5$ V e a de desprendimento de oxigênio em $2,5$ V vs. Ag/AgCl (KCl $3,0$ mol L^{-1}); portanto, a janela de potencial do eletrodo de diamante dopado com boro é muito maior que a dos outros eletrodos citados². sendo empregado nesse trabalho para a determinação desse edulcorante.

Resultados e Discussão

O ciclamato de sódio em H_2SO_4 $0,5$ mol L^{-1} apresenta somente um pico de oxidação em torno de $1,9$ V. As melhores condições e parâmetros obtidos foram, concentração do eletrólito suporte H_2SO_4 $0,5$ mol L^{-1} , frequência de pulso de potencial $f = 10$ s^{-1} , amplitude de pulso de potencial $a = 20$ mV e incremento de varredura $\Delta E = 2$ mV.

Os voltamogramas de onda quadrada obtidos para o ciclamato de sódio e a correspondente curva analítica ($5,0 \times 10^{-5}$ a $4,1 \times 10^{-4}$ mol L^{-1}) estão apresentados na Figura 1, representados pela equação:

$$(I_{pa} / \mu A) = 0,999 + 6,69 \times 10^4 [\text{Ciclamato de Sódio}]$$

($r = 0,9992$ para $n = 3$) e um limite de detecção de $4,4 \times 10^{-6}$ mol L^{-1} . O desvio padrão relativo (RSD) foi menor do que $1,2$ % para soluções de ciclamato de sódio $3,0 \times 10^{-3}$ mol L^{-1} ($n = 8$).

Também foram realizados os testes de adição e recuperação do ciclamato de sódio, com as recuperações variando entre $98,7$ % e 106 %. O procedimento proposto foi aplicado com sucesso para a determinação desse edulcorante em refrigerantes dietéticos, sendo os teores de ciclamato encontrados concordantes com aqueles teores encontrados empregando-se a técnica CLAE.

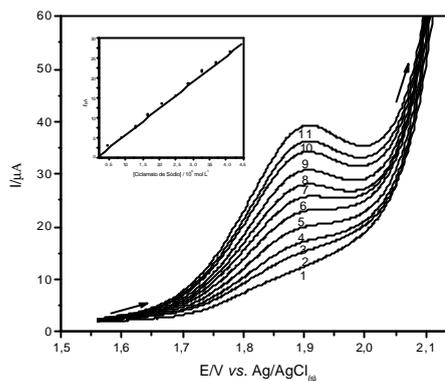


Figura 1: Voltamogramas de onda quadrada para o ciclamato de sódio em diferentes concentrações: 0 (1); $5,0 \times 10^{-5}$ (2); $9,0 \times 10^{-4}$ (3); $1,3 \times 10^{-4}$ (4); $1,7 \times 10^{-4}$ (5); $2,1 \times 10^{-4}$ (6); $2,5 \times 10^{-4}$ (7); $2,9 \times 10^{-4}$ (8); $3,3 \times 10^{-4}$ (9); $3,7 \times 10^{-4}$ (10) e $4,1 \times 10^{-4}$ mol L^{-1} (11) em H_2SO_4 $0,5$ mol L^{-1} .

Conclusões

A determinação de ciclamato de sódio em refrigerantes dietéticos foi convenientemente realizada usando-se a voltametria de onda quadrada e um eletrodo de diamante dopado com boro pré-tratado catodicamente. Obteve-se um limite de detecção de $4,4 \times 10^{-6}$ mol L^{-1} e um RSD menor que $1,2$ % para soluções de ciclamato de sódio $3,0 \times 10^{-3}$ mol L^{-1} ($n = 8$). Finalmente, testes de adição e recuperação de ciclamato de sódio resultaram em recuperações entre $98,7$ % e 106 %, sendo que os teores de ciclamato de sódio determinados em refrigerantes diet estão em concordância com os encontrados empregando CLAE e/ou os teores rotulados.

Agradecimentos

CAPES, CNPq e FAPESP

¹ Fatibello-Filho. O.; Vieira I. C.; Gouveia S. T.; Calafatti S. A.; Santos G. A. J. M. *Química Nova*, **19**: 248-257, 1996.

² Suffredini, H. B.; Pedrosa, V. A.; Codognoto, L.; Machado, S. A. S.; Rocha-Filho, R. C.; Avaca, L. A. *Electrochim. Acta*, **49**: 4021-4026, 2004.

