

v.3, n.3, 2026 - MARÇO

REVISTA O UNIVERSO OBSERVÁVEL

DETERMINAÇÃO VOLTAMÉTRICA DE RESORCINOL

José Antônio de Souza¹
Gilberto José de Arruda²

Revista O Universo Observável
DOI: 10.69720/29660599.2026.000281
ISSN: 2966-0599

¹Tecnólogo em Alimentos pela Universidade Tecnológica Federal do Paraná (2006). Possui experiência na área de análise de alimentos, com atuação em diferentes indústrias. Licenciatura em Química pela Universidade Estadual de Mato Grosso do Sul, com conclusão em janeiro de 2022. Atualmente, concluindo o Mestrado em Recursos Naturais pela Universidade Estadual de Mato Grosso do Sul (UEMS). Desenvolve pesquisa na área de eletroquímica aplicada e ciência de materiais, com ênfase na síntese, caracterização e aplicação de nanopartículas de magnetita dopadas com íons európio na modificação de eletrodos de pasta de carbono.

ORCID: <https://lattes.cnpq.br/2679204463674312>

CORREIO: josebrms@gmail.com

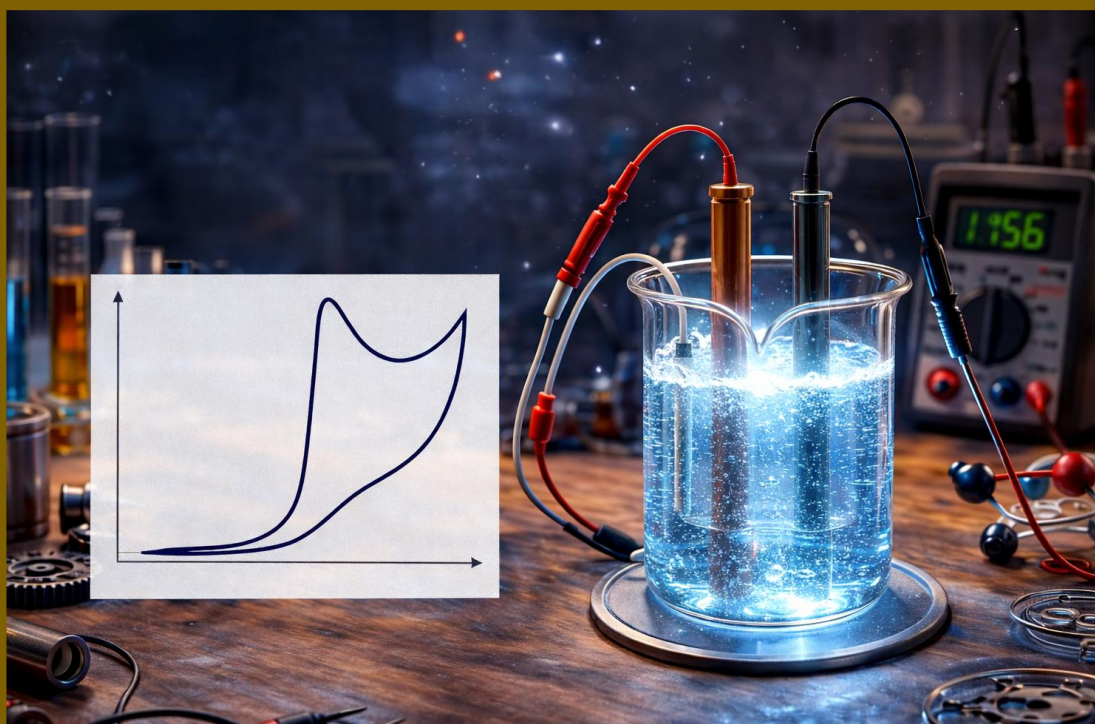
²Possui graduação em Química pela Universidade Federal de Mato Grosso (1991), doutorado em Físico Química pela Universidade Estadual Paulista Júlio de Mesquita Filho (1996), pós-doutorado pela Fundação Centro Tecnológico de Minas Gerais (1998), pós-doutorado pela Universidade Federal de Minas Gerais (2001) e pós-doutorado pela Fundação Centro Tecnológico de Minas Gerais (1999). Atualmente é Professor titular da Universidade Estadual de Mato Grosso do Sul. Tem experiência na área de Química, com ênfase em Físico-Química. Atua como docente do corpo permanente do Programa de Pós-graduação em Recursos Naturais (PGRN) e desenvolve pesquisas focando no desenvolvimento de sensores para quantificação de contaminantes em amostras ambientais.

ORCID: <http://lattes.cnpq.br/1323936304903011>

CORREIO: arruda@uems.br



José Antônio de Souza e Gilberto José de Arruda



PERIÓDICO CIENTÍFICO INDEXADO INTERNACIONALMENTE

ISSN
International Standard Serial Number
2966-0599

www.ouniversoobservavel.com.br

Editora e Revista
O Universo Observável
CNPJ: 57.199.688/0001-06
Naviraí – Mato Grosso do Sul
Rua: Botocudos, 365 – Centro
CEP: 79950-000

RESUMO

Este trabalho teve como objetivo melhorar a detecção voltamétrica do resorcinol por meio do desenvolvimento de um eletrodo de pasta de carbono modificado com grafite oxidado, visando aumentar a sensibilidade e a eficiência de transferência de carga. A metodologia consistiu na oxidação química do grafite em meio ácido concentrado, seguida da preparação da pasta contendo 75% de óxido de grafite e 25% de parafina líquida, posteriormente inserida em suporte apropriado para uso como eletrodo de trabalho. As análises foram realizadas por voltametria de onda quadrada em meio ácido (H_2SO_4 0,02 mol L^{-1}). Os resultados demonstraram ganho significativo de corrente de pico e redução do sobrepotencial de oxidação em comparação a eletrodos de pasta de carbono não tratados, indicando melhoria na área eletroquímica ativa e na cinética de transferência eletrônica. A curva analítica apresentou excelente linearidade ($R^2 = 0,997$) na faixa de 25–225 $\mu\text{mol L}^{-1}$, com sensibilidade de 0,03721 $\mu\text{A} \cdot \mu\text{M}^{-1}$. Os limites de detecção (LOD) e de quantificação (LOQ) foram estimados em 9,3 $\mu\text{mol L}^{-1}$ e 31,0 $\mu\text{mol L}^{-1}$, respectivamente, evidenciando a viabilidade do método para determinação do resorcinol em amostras ambientais. Os ensaios de recuperação confirmaram boa exatidão e aplicabilidade prática do sensor desenvolvido.

Palavras-chave: Resorcinol; Grafite oxidado; Eletrodo de pasta de carbono; Voltametria de onda quadrada; Sensor eletroquímico.

ABSTRACT

This study aimed to improve the voltammetric detection of resorcinol through the development of a carbon paste electrode modified with oxidized graphite, seeking enhanced sensitivity and charge transfer efficiency. The methodology consisted of the chemical oxidation of graphite in concentrated acidic medium, followed by the preparation of a paste containing 75% graphite oxide and 25% liquid paraffin, which was subsequently inserted into an appropriate holder for use as the working electrode. The analyses were performed by square-wave voltammetry in acidic medium (0.02 mol L^{-1} H_2SO_4). The results demonstrated a significant increase in peak current and a reduction in oxidation overpotential compared to untreated carbon paste electrodes, indicating an improvement in the electroactive surface area and in the electron transfer kinetics. The analytical curve exhibited excellent linearity ($R^2 = 0.997$) within the concentration range of 25–225 $\mu\text{mol L}^{-1}$, with a sensitivity of 0.03721 $\mu\text{A} \cdot \mu\text{M}^{-1}$. The limits of detection (LOD) and quantification (LOQ) were estimated at 9.3 $\mu\text{mol L}^{-1}$ and 31.0 $\mu\text{mol L}^{-1}$, respectively, demonstrating the method's suitability for the determination of resorcinol in environmental samples. Recovery studies confirmed good accuracy and practical applicability of the developed sensor.

Keywords: Resorcinol; Oxidized graphite; Carbon paste electrode; Square-wave voltammetry; Electrochemical sensor.

1. INTRODUÇÃO

O resorcinol (1,3-di-hidroxibenzeno) é um composto amplamente empregado em diversos setores industriais, incluindo a fabricação de pneus para automóveis, colagem para madeira, produtos dermatológicos, tinturas capilares, fármacos e síntese orgânica. Apesar de sua relevância econômica, trata-se de uma substância potencialmente tóxica, com elevada solubilidade em água, o que favorece sua dispersão no meio ambiente e aumenta o risco de contaminação de corpos hídricos. A exposição ao resorcinol pode provocar efeitos adversos à saúde humana, como alterações no funcionamento da tireoide, distúrbios no sistema nervoso central e impactos hematológicos, além de riscos durante a gestação. Diante desse cenário, torna-se fundamental o desenvolvimento de métodos analíticos sensíveis, seletivos e confiáveis para sua

detecção, especialmente em matrizes aquosas. Técnicas eletroquímicas, como a voltametria cíclica e a voltametria de onda quadrada, destacam-se como alternativas promissoras, pois permitem investigar o comportamento redox do composto e possibilitam a construção de sensores capazes de atuar no monitoramento ambiental e no controle de qualidade (BONECHI, M., 2022).

Os eletrodos de pasta de carbono (CPE) destacam-se amplamente em sistemas eletroquímicos devido às suas vantagens operacionais e analíticas. Entre os diferentes tipos de eletrodos utilizados, o CPE apresenta preparo simples, baixo custo de fabricação e elevada versatilidade para modificações químicas e estruturais. Uma de suas principais vantagens é a possibilidade de renovação da superfície ativa, que pode ser realizada por simples polimento mecânico, garantindo

reprodutibilidade e manutenção da atividade eletroquímica. Além disso, esses eletrodos exibem baixa corrente residual (ou corrente capacitiva), o que reduz significativamente o ruído de fundo e melhora a relação sinal/ruído nas medições. Associado a uma ampla janela de potencial e baixa resistência elétrica, torna-se uma alternativa altamente atrativa para aplicações analíticas, especialmente no desenvolvimento de sensores eletroquímicos sensíveis e de baixo custo (ACHACHE, M. et al, 2025).

O grafite oxidado (GrO) é um material carbonáceo funcionalizado com grupos oxigenados, como carboxilas ($-\text{COOH}$) e hidroxilas ($-\text{OH}$), distribuídos nas superfícies e bordas das lâminas de grafeno. Essa funcionalização confere caráter hidrofílico ao material e elevada capacidade de dispersão em meio aquoso e em determinados solventes orgânicos (GULABOSKI, R.; MIRCETSKI, V., 2024). Diferentemente do grafite não oxidado, predominantemente hidrofóbico, o GrO apresenta maior reatividade superficial e área ativa efetiva.

A funcionalização do grafite com grupos oxigenados favorece a interação com compostos fenólicos, como o resorcinol, por meio da formação de pontes de hidrogênio e do aumento da afinidade adsorptiva na interface eletrodo/solução, o que pode intensificar a transferência de carga e elevar a sensibilidade do sistema eletroquímico; além disso, o óxido de grafite destaca-se como material promissor em aplicações eletrônicas e como precursor para a síntese de nanopartículas metálicas (LEE, D. W.; SEO, J. W., 2011). Paralelamente, a utilização de ácido sulfúrico (H_2SO_4) como eletrólito de suporte assegura elevada força iônica, promovendo o blindamento do campo elétrico no seio da solução e garantindo que o transporte das espécies eletroativas ocorra predominantemente por difusão, com supressão dos efeitos de migração e convecção (ELGRISHI, N., et al., 2018). A alta condutividade proporcionada pelo meio ácido reduz a resistência ôhmica e a queda de potencial (iR drop), favorecendo respostas faradaicas mais definidas e intensas (NGAMCHUEA, K. et al., 2020), além de disponibilizar prótons que participam dos mecanismos de transferência acoplada de elétrons.

O presente trabalho tem como objetivo desenvolver e caracterizar um eletrodo de pasta de carbono modificado com grafite oxidado, com a finalidade de aprimorar a sensibilidade e o desempenho analítico na determinação voltamétrica de resorcinol em meio ácido. Para

alcançar esse propósito, propõe-se realizar a oxidação química do grafite em pó visando à obtenção de óxido de grafite (GrO), preparar os eletrodos de pasta de carbono modificados e avaliar sua estabilidade e reprodutibilidade, investigar o comportamento eletroquímico do eletrodo modificado por meio da técnica de voltametria de onda quadrada, construir a curva analítica para a determinação do resorcinol e calcular os principais parâmetros analíticos, tais como limite de detecção (LOD), limite de quantificação (LOQ), faixa de linearidade e sensibilidade, além de avaliar a repetibilidade, a estabilidade e a aplicabilidade do eletrodo em amostras reais.

2. MATERIAIS e MÉTODOS (Atualizado com VOQ)

2.1. Reagentes e Soluções

A solução analítica utilizada neste estudo foi preparada a partir de resorcinol (RES) Sigma-Aldrich, pureza 99% (ReagentPlus®), de grau analítico, assegurando elevada pureza e minimização de possíveis interferentes que poderiam comprometer a resposta eletroquímica. Inicialmente, foi preparada uma solução estoque com concentração de 10 mM em água destilada, garantindo completa dissolução do analito. A partir dessa solução estoque, as soluções de trabalho foram obtidas por diluições apropriadas, realizadas imediatamente antes das análises, a fim de preservar a estabilidade do composto e assegurar precisão nas concentrações empregadas nos ensaios voltamétricos.

O eletrólito de suporte utilizado nas análises foi o ácido sulfúrico (H_2SO_4) na concentração de 0,02 mol L^{-1} . A escolha desse meio ácido fundamenta-se na necessidade de garantir condições eletroquímicas estáveis durante as medições, promovendo adequada condutividade da solução e reduzindo efeitos resistivos na célula eletroquímica. Além disso, a elevada disponibilidade de prótons no meio favorece os processos de transferência acoplada de elétrons e prótons envolvidos na reação redox do resorcinol, contribuindo para maior definição dos picos voltamétricos e melhor reprodutibilidade dos resultados.

2.2. Preparação do Grafite Oxidado e do CPE

A modificação do grafite foi realizada por meio de um processo de oxidação química adaptado da metodologia descrita por Santos, J. S. et al. (2020), semelhante ao método de Hummers. Inicialmente, o grafite em pó (Sigma-Aldrich, tamanho de partícula < 20 μm) foi submetido à oxidação em meio ácido

concentrado, utilizando ácido sulfúrico (H_2SO_4 , 96%). A reação foi conduzida sob controle rigoroso de temperatura, com resfriamento em banho de gelo para evitar superaquecimento e garantir maior segurança e controle do processo oxidativo.

Após o período de agitação controlada, o material obtido foi filtrado a vácuo por meio de membrana com porosidade de $0,42 \mu\text{m}$. O sólido resultante (óxido de grafite) foi submetido a sucessivas lavagens com água destilada até que o filtrado atingisse pH neutro, assegurando a remoção de resíduos ácidos e subprodutos da reação. Por fim, o material foi seco em estufa a 60°C até completa remoção da umidade, obtendo-se o óxido de grafite pronto para aplicação na modificação dos eletrodos.

Para a preparação da pasta, foram utilizados $0,075 \text{ g}$ de óxido de grafite (75%) e $0,025 \text{ g}$ de parafina líquida (25%), totalizando $0,100 \text{ g}$ de material. A mistura foi homogeneizada por maceração manual em almofariz durante aproximadamente 25 minutos, até obtenção de uma pasta uniforme e consistente.

Em seguida, a pasta obtida foi inserida em bastonetes plásticos cilíndricos com volume aproximado de $0,18 \text{ mL}$, resultando em eletrodos com área geométrica de $0,0256 \text{ cm}^2$. O contato elétrico foi estabelecido por meio de um fio de cobre acoplado à extremidade posterior do suporte, garantindo adequada condução elétrica durante as medições eletroquímicas.

2.3. Instrumentação e Célula Eletroquímica

As medições eletroquímicas foram realizadas à temperatura ambiente ($25 \pm 1^\circ\text{C}$) utilizando um potenciostato/galvanostato PGSTAT128N Autolab (Ecochemie, Utrecht), interfaciado a um computador e controlado pelo software NOVA versões 2.1, empregados para aquisição e tratamento dos dados experimentais.

As análises foram conduzidas por voltametria de onda quadrada (SWV) em uma célula eletroquímica convencional de três eletrodos, composta por um eletrodo de trabalho de pasta de carbono (CPE), um eletrodo de referência Ag/AgCl ($3,0 \text{ mol L}^{-1} \text{ KCl}$) e um eletrodo auxiliar constituído por fio de platina. A célula eletroquímica apresentava volume total de 10 mL , contendo como eletrólito de suporte ácido sulfúrico (H_2SO_4) $0,02 \text{ mol L}^{-1}$.

O desempenho eletroquímico dos eletrodos foi avaliado utilizando como espécie sonda o isômero 1,3-di-hidroxibenzeno (resorcinol). Para a construção da curva analítica, foram realizadas adições sucessivas de alíquotas da solução estoque de resorcinol (10 mmol L^{-1}), preparada em H_2SO_4 $0,02 \text{ mol L}^{-1}$,

diretamente na célula eletroquímica, mantendo-se constante o volume final da solução em 10 mL . As adições foram conduzidas de modo a obter concentrações finais de 25, 50, 75, 100, 125, 150, 175, 200 e $225 \mu\text{mol L}^{-1}$ do analito na solução eletroquímica.

2.4. Procedimento Experimental e

Parâmetros de VOQ

A etapa de análise por Voltametria de Onda Quadrada (VOQ) foi realizada empregando frequência de 40 Hz , com potencial inicial fixado em $0,8 \text{ V}$ e potencial final em $1,15 \text{ V}$, abrangendo a região de oxidação do analito. A amplitude do pulso foi ajustada para $0,009 \text{ V}$, enquanto o incremento de potencial (step) foi definido em $0,005 \text{ V}$, garantindo adequada resolução do pico voltamétrico e compromisso entre sensibilidade e relação sinal-ruído. Antes de cada varredura, foi estabelecido um tempo de estabilização de 5 segundos, permitindo o equilíbrio da interface eletrodo/solução e minimizando oscilações iniciais de corrente. A frequência de 40 Hz favorece maior intensidade de corrente faradaica, contribuindo para o aumento da sensibilidade analítica, enquanto a amplitude de 9 mV evita alargamento excessivo do pico e mantém boa definição do sinal diferencial (ΔI). O intervalo de varredura entre $0,8$ e $1,15 \text{ V}$ foi selecionado para garantir a completa observação do processo de oxidação dentro da janela eletroquímica operacional do sistema.

2.5. Tratamento de Dados

As curvas analíticas foram construídas por meio do gráfico da corrente de pico resultante (ΔI_p) em função da concentração de resorcinol, permitindo a obtenção da equação da reta por regressão linear. Os limites de detecção (LOD) e de quantificação (LOQ) foram determinados com base na inclinação da curva analítica e no desvio padrão do sinal do branco, seguindo os critérios estatísticos estabelecidos para métodos eletroanalíticos.

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

3.1 Efeito da Velocidade de Varredura

A Figura 1 apresenta as relações $I_p \times v$, $I_p \times v^{1/2}$ e $\log I_p \times \log v$, utilizadas para investigar o mecanismo de controle do processo eletroquímico do resorcinol no eletrodo de pasta de carbono oxidado. Observa-se inicialmente que, no gráfico $I_p \times v$, a corrente de pico aumenta com o aumento da velocidade de varredura, evidenciando dependência direta entre o sinal eletroquímico e a taxa de varredura aplicada. Contudo, a simples proporcionalidade não é suficiente para definir o regime de

controle, sendo necessária a análise complementar por meio das relações $I_p \propto v^{1/2}$ e $\log I_p \propto \log v$.

O gráfico I_p em função de $v^{1/2}$ apresenta tendência linear bem definida, característica típica de processos controlados por difusão, conforme descrito pela equação de Randles-Ševčík para sistemas difusionais. Essa linearidade indica que a corrente de pico é predominantemente governada pelo transporte de massa do resorcinol da solução para a interface eletrodo/solução, com contribuição limitada de fenômenos de adsorção superficial. Em sistemas dominados por adsorção, a relação esperada seria linear com v , e não com $v^{1/2}$.

A análise logarítmica reforça essa interpretação. No gráfico $\log I_p \propto \log v$, a inclinação obtida foi aproximadamente $0,21 \pm 0,01$ ($R^2 = 0,992$). Teoricamente, para um processo puramente difusional, o valor esperado da inclinação é próximo de 0,5, enquanto para processos controlados por adsorção o valor tende a 1,0. Embora o valor experimental seja inferior ao valor ideal de 0,5, a alta linearidade (R^2 elevado) indica que existe dependência sistemática entre I_p e v . O valor reduzido pode

estar associado a limitações experimentais, como contribuição capacitiva da superfície oxidada, pequena resistência ôhmica ou cinética de transferência de carga não totalmente reversível, fatores que podem diminuir a inclinação aparente sem descaracterizar o controle difusional predominante.

A concordância entre a linearidade de $I_p \propto v^{1/2}$ e o comportamento observado em $\log I_p \propto \log v$ confirma que o processo de oxidação do resorcinol ocorre majoritariamente sob controle difusional, descartando adsorção dominante. Esse comportamento é compatível com um eletrodo de pasta de carbono oxidado sem modificadores catalíticos, no qual a resposta eletroquímica é governada principalmente pelo transporte de massa do analito até a superfície eletroativa, e não por acumulação superficial significativa.

De forma integrada, os três gráficos demonstram que o mecanismo eletroquímico do sistema é essencialmente difusional, com possíveis pequenas contribuições capacitivas decorrentes da presença de grupos oxigenados na superfície do carbono oxidado, mas sem evidência de processo controlado por adsorção.

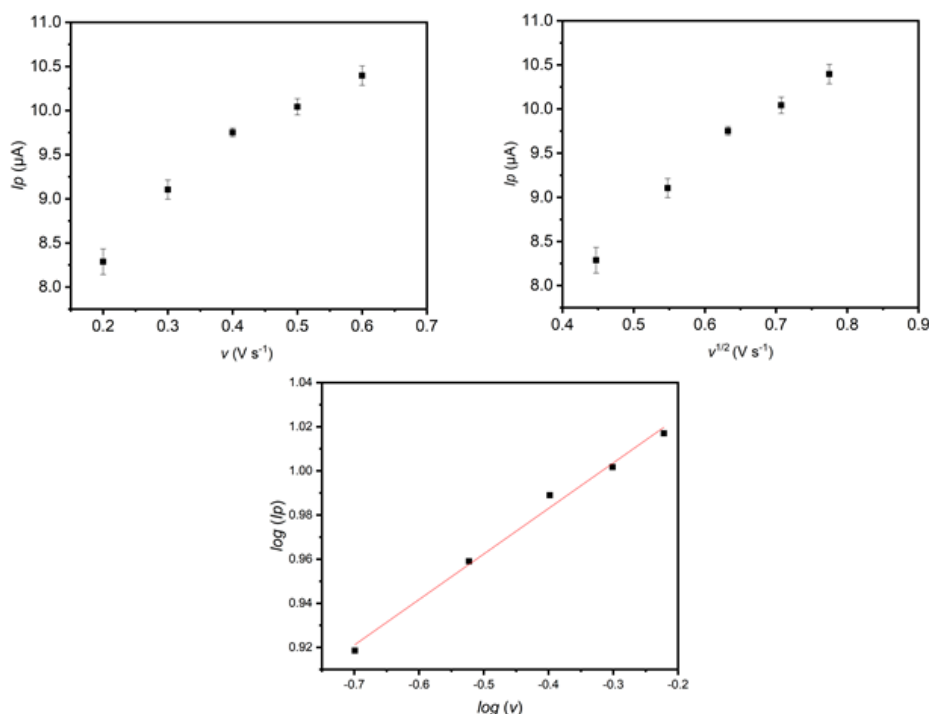


Figura 1. Investigação do regime de transporte de massa na oxidação do resorcinol a partir das relações $I_p \propto v$, $I_p \propto v^{1/2}$ e $\log I_p \propto \log v$ em eletrodo de pasta de carbono oxidado.

3.2. Estudo Analítico

3.2.1 Curva Analítica: Faixa de linearidade e cálculo do Limite de Detecção (LOD) e Limite de Quantificação (LOQ).

A curva de calibração do resorcinol obtida utilizando o eletrodo de pasta de carbono oxidado apresentou comportamento linear na faixa de concentração investigada, conforme evidenciado pelo elevado coeficiente de

correlação linear ($R^2 = 0,99658$). Esse resultado indica uma resposta eletroquímica reproduzível e proporcional à concentração do analito, demonstrando que o processo de oxidação do resorcinol ocorre de forma consistente na superfície do eletrodo modificado apenas pela oxidação do carbono. A inclinação da curva analítica ($0,03721 \mu\text{A} \cdot \mu\text{M}^{-1}$) reflete a sensibilidade do sistema, indicando que a oxidação superficial do eletrodo contribui para o aumento da área eletroquímica ativa e para a melhoria da transferência de carga.

O valor do intercepto relativamente ($0,3126 \pm 0,1155 \mu\text{A}$), sugere que a corrente de fundo do sistema é moderada e estável, característica típica de eletrodos de pasta de carbono oxidado, nos quais a presença de grupos oxigenados superficiais pode aumentar a

corrente capacitiva sem comprometer significativamente a resposta faradaica. A partir desses parâmetros, os limites de detecção ($\text{LOD} = 9,3 \mu\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$) e de quantificação ($\text{LOQ} = 31,0 \mu\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$) foram determinados, indicando que o eletrodo é capaz de detectar concentrações relativamente baixas de resorcinol, embora a quantificação confiável esteja restrita a concentrações acima de aproximadamente $30 \mu\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$.

Comparativamente, esses valores de LOD e LOQ são compatíveis com aqueles reportados na literatura para eletrodos de carbono não dopados ou levemente modificados, confirmando que a oxidação do eletrodo, por si só, já promove uma melhoria na resposta analítica em relação a eletrodos de pasta de carbono não tratados.

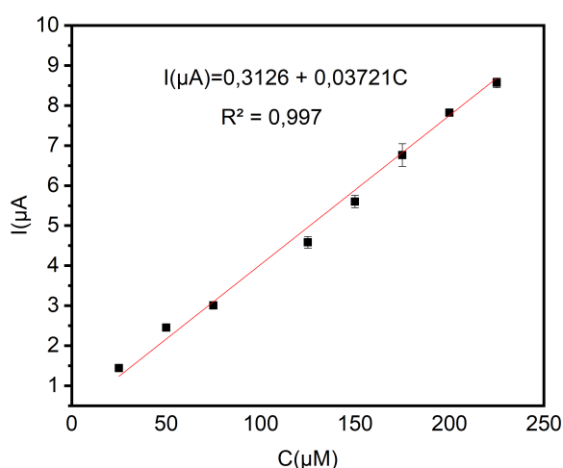


Figura 2. Curva de calibração do resorcinol ($25\text{--}225 \mu\text{mol L}^{-1}$) obtida por SWV em eletrodo de pasta de carbono modificado.

A figura 3 apresenta os voltamogramas obtidos para concentrações crescentes do analito (25 a $225 \mu\text{M}$), evidenciando aumento progressivo da corrente de pico (I_p) em função do potencial aplicado (E vs. Ag/AgCl), com crescimento aproximadamente proporcional da intensidade do sinal à medida que a concentração aumenta, variando de cerca de $4 \mu\text{A}$ ($25 \mu\text{M}$) até aproximadamente $43 \mu\text{A}$ ($225 \mu\text{M}$), o que indica comportamento típico de processo controlado por difusão, no qual a corrente faradaica é diretamente dependente da quantidade de espécie eletroativa disponível na interface eletrodo/solução; observa-se que o potencial de pico permanece praticamente constante ao longo das diferentes concentrações, sugerindo que o mecanismo eletroquímico não se altera no intervalo estudado e que não há limitação cinética significativa nem efeitos de saturação superficial evidentes, reforçando a

predominância do transporte de massa como etapa determinante; o perfil do pico, com aumento até aproximadamente $990\text{--}1000 \text{ mV}$ seguido de decaimento gradual da corrente, é característico de processo anódico quase reversível, mantendo forma semelhante em todas as curvas, o que indica estabilidade do sistema eletroquímico e boa reprodutibilidade experimental; do ponto de vista analítico, a resposta sistemática e crescente da I_p com a concentração demonstra adequada sensibilidade do eletrodo e forte potencial para construção de curva analítica com elevada linearidade, sugerindo que o material da superfície ativa favorece a transferência eletrônica sem modificar o mecanismo redox do analito, confirmando a viabilidade do sistema para aplicações em determinação quantitativa na faixa investigada.

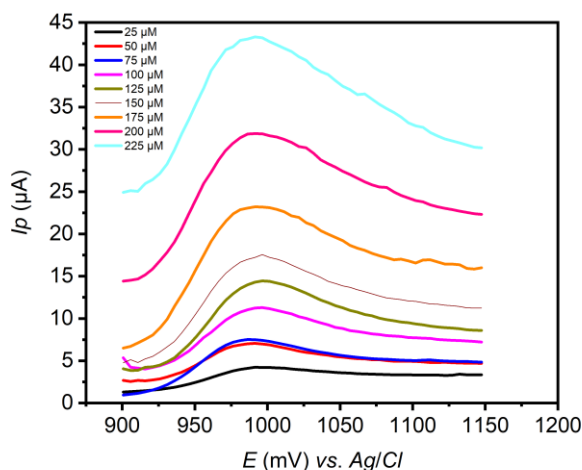


Figura 3. Influência da concentração na resposta voltamétrica: variação da corrente de pico (I_p) em função do potencial (E) para diferentes concentrações do analito.

3.2.2 Resultados do Ensaio de Recuperação em Amostras Ambientais

Tabela 1. Resultados de recuperação obtidos para o analito em eletrólito, água da torneira e água do lago.

Amostra	Adicionado (μM)	Encontrado $\pm$ DP (μM)	Recuperação $\pm$ DP (%)
Eletrólito de suporte	10	10,45 $\pm$ 0,21	104,50
	25	25,28 $\pm$ 0,58	101,10
Água de torneira	0	ND	--
	10	10,27 $\pm$ 0,15	102,70
	25	24,87 $\pm$ 0,74	99,50
Água lago	0	ND	-
	10	10,00 $\pm$ 0,10	100,00
	25	24,55 $\pm$ 0,38	98,20

Os resultados do ensaio de recuperação demonstram a adequada exatidão do método proposto em diferentes matrizes. No eletrólito suporte, as recuperações obtidas foram de 104,5% para 10 μM e 101,1% para 25 μM , indicando excelente desempenho analítico em meio controlado. Esses valores ligeiramente superiores a 100% podem ser atribuídos a pequenas variações instrumentais ou ao ajuste da equação de calibração, não caracterizando erro sistemático significativo, uma vez que permanecem dentro da faixa aceitável de 95–105% recomendada para validação de métodos analíticos.

Nas amostras de água não fortificadas (torneira e lago), não foi detectada a presença do analito, evidenciando boa seletividade do método e ausência de interferentes capazes de

gerar sinal falso-positivo na região de potencial estudada. Esse resultado reforça a confiabilidade da técnica para aplicação em matrizes ambientais.

Para as amostras fortificadas, observou-se leve efeito de matriz quando comparadas ao eletrólito puro. Na água da torneira fortificada, as recuperações foram de 102,7% (10 μM) e 99,5% (25 μM), valores próximos da unidade e indicativos de mínima interferência. A discreta redução em relação ao eletrólito pode ser explicada pela presença de íons dissolvidos (como Ca^{2+} , Mg^{2+} , Na^+ e Cl^-) e resíduos do tratamento da água, que podem alterar ligeiramente a força iônica do meio e a dinâmica de transporte de massa do analito até a superfície do eletrodo.

Já na água do lago fortificada, as recuperações foram de 100% (10 μM) e 98,2% (25 μM), correspondendo aos menores valores observados entre as matrizes estudadas. Esse comportamento pode ser atribuído à maior complexidade química dessa matriz, que contém matéria orgânica natural (como substâncias húmicas), partículas coloidais e possíveis íons metálicos dissolvidos. Esses componentes podem promover leve adsorção competitiva na superfície do eletrodo ou modificar o coeficiente de difusão do analito, resultando em pequena subestimativa da concentração determinada.

De modo geral, todas as recuperações obtidas permaneceram dentro da faixa aceitável para validação analítica, demonstrando que o método apresenta boa exatidão, seletividade e aplicabilidade para determinação do analito em amostras ambientais, mesmo na presença de efeitos de matriz moderados.

3.2.3 Repetibilidade e Estabilidade: Quantas medidas o eletrodo aguenta antes de precisar de renovação.

A repetibilidade e a estabilidade do eletrodo de pasta de carbono oxidado foram avaliadas por medidas sucessivas do sinal eletroquímico sob as mesmas condições experimentais, com o objetivo de verificar a capacidade do sensor em manter uma resposta consistente antes da necessidade de renovação da superfície. Observou-se que o eletrodo suporta até três medições consecutivas apresentando variações pequenas no valor de corrente de pico, indicando boa repetibilidade de curto prazo e estabilidade operacional suficiente para análises em série. A partir da quarta medida, torna-se necessário renovar a superfície do eletrodo, uma vez que o contato contínuo com a solução e a repetição do processo de oxidação do analito tendem a promover passivação superficial (formação/adsorção de produtos de reação), além de possíveis mudanças na microestrutura da pasta, como reorganização do material condutor e do aglutinante. Esses efeitos reduzem a disponibilidade de sítios eletroativos e podem aumentar a contribuição capacitiva, resultando em diminuição e/ou instabilidade do sinal analítico. Assim, o desempenho observado confirma que o eletrodo apresenta boa reprodutibilidade para três leituras, sendo recomendável a renovação após esse número de medições para garantir respostas analíticas confiáveis e minimizar efeitos de memória e deriva do sinal, especialmente em matrizes reais com maior complexidade química.

4. CONCLUSÃO

Os resultados obtidos neste estudo confirmam que a modificação do eletrodo de pasta de carbono com grafite oxidado foi eficiente para melhorar a resposta eletroquímica do resorcinol. A presença de grupos oxigenados na superfície do material promoveu aumento da área eletroquímica ativa e favoreceu a transferência de carga, refletindo-se em ganho significativo de corrente de pico e redução do sobrepotencial de oxidação quando comparado a eletrodos de pasta de carbono não tratados.

Esses efeitos demonstram que a oxidação do grafite, mesmo sem a incorporação de modificadores catalíticos adicionais, já é suficiente para promover melhoria relevante no desempenho analítico.

A curva analítica apresentou excelente linearidade ($R^2 = 0,99658$), com sensibilidade adequada ($0,03721 \mu\text{A} \cdot \mu\text{M}^{-1}$) e limites de detecção e quantificação compatíveis com aplicações ambientais. O comportamento predominantemente difusional do processo eletroquímico indica que a resposta é governada pelo transporte de massa do analito, garantindo previsibilidade e estabilidade do sinal. Além disso, os ensaios de recuperação demonstraram boa exatidão tanto em meio controlado quanto em matrizes reais, com valores dentro da faixa recomendada para validação de métodos analíticos.

Embora tenha sido observado leve efeito de matriz nas amostras ambientais, especialmente na água do lago, as recuperações permaneceram satisfatórias, evidenciando que o método é viável para aplicação em amostras reais. A repetibilidade demonstrou que o eletrodo suporta até três medições consecutivas sem necessidade de renovação, mantendo estabilidade operacional adequada para análises de rotina. De forma geral, conclui-se que o grafite oxidado atuou como modificador eficaz, proporcionando aumento da corrente de pico, melhoria na cinética de transferência eletrônica e desempenho analítico consistente. O método desenvolvido apresenta simplicidade de preparo, baixo custo, boa sensibilidade e aplicabilidade prática, configurando-se como alternativa promissora para a determinação voltamétrica de resorcinol em matrizes ambientais.

5. REFERÊNCIAS

ACHACHE, Mohamed; EL HADDAR, Hajar; EL-HADDAR, Sanae; ELOUILALI IDRISSI, Ghizlane; ZARKI, Youssef; DRAOUI, Khalid; BOUCHTA, Dounia; CHOUKAIRI, Mohamed. **A novel carbon paste electrode modified with neodymium nanocomposites for the electrochemical**

detection of caffeic acid in coffee and fruit juice. Microchemical Journal, v. 217, 115066, 2025. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.microc.2024.115066>. Data de acesso 01/02/2026.

environmental samples. Science of the Total Environment, v. 749, p. 142385, 2020. DOI: [10.1016/j.scitotenv.2020.142385](https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2020.142385). Data de acesso 20/02/2026.

BONECHI, Marco; GIURLANI, Walter; STEFANI, Andrea; MARCHETTI, Andrea; INNOCENTI, Massimo; FONTANESI, Claudio. **Resorcinol electropolymerization process obtained via electrochemical oxidation.** Electrochimica Acta, Amsterdam, v. 428, p. 140928, 2022. DOI: [10.1016/j.electacta.2022.140928](https://doi.org/10.1016/j.electacta.2022.140928). Data de acesso 01/02/2026.

ELGRISHI, Noémie; ROUNTREE, Kelley J.; McCARTHY, Brian D.; ROUNTREE, Eric S.; EISENHART, Thomas T.; DEMPSEY, Jillian L. **A practical beginner's guide to cyclic voltammetry.** Journal of Chemical Education, Washington, v. 95, n. 2, p. 197–206, 2018. DOI: [10.1021/acs.jchemed.7b00361](https://doi.org/10.1021/acs.jchemed.7b00361). Data de acesso 02/02/2026.

GULABOSKI, Rubin; MIRCETSKI, Valentin. **Calculating of square-wave voltammograms—a practical on-line simulation platform.** Journal of Solid State Electrochemistry, v. 28, p. 1121–1130, 2024. DOI: [10.1007/s10008-023-05520-y](https://doi.org/10.1007/s10008-023-05520-y). Data de acesso 18/02/2026.

LEE, D. W.; SEO, J. W. **sp²/sp³ carbon ratio in graphite oxide with different preparation times.** The Journal of Physical Chemistry C, Washington, v. 115, n. 6, p. 2705–2708, 2011. DOI: [10.1021/jp107906u](https://doi.org/10.1021/jp107906u). Data de acesso 18/02/2026.

NGAMCHUEA, K.; THARAT, B.; HIRUNSIT, P.; SUTHIRAKUN, S. **Electrochemical oxidation of resorcinol: mechanistic insights from experimental and computational studies.** RSC Advances, v. 10, p. 28454–28463, 2020. DOI: [10.1039/d0ra06111e](https://doi.org/10.1039/d0ra06111e). Data de acesso 19/02/2026.

SANTOS, Jaqueline S.; PONTES, Montcharles S.; SANTIAGO, Etenaldo F.; FIORUCCI, Antonio R.; ARRUDA, Gilberto J. **An efficient and simple method using a graphite oxide electrochemical sensor for the determination of glyphosate in**