Metodologia eletroanalítica para determinação de baixas concentrações do herbicida diquat empregando múltipla voltametria de onda quadrada

Djenaine De Souza (PQ)*, Mauro C. Santos (PQ) e Sergio A. S. Machado (PQ)

1 - GMEME - Instituto de Química de São Carlos, Universidade de São Paulo, Cx. P. 780, 13560-970, São Carlos, SP.
**e-mail: djenaine@iqsc.usp.br.*

Palavras Chave: *diquat, múltipla voltametria de onda quadrada, microeletrodos.*

Introdução

O diquat (brometo de 1,1`-etileno-2,2`-dipiridílio) é um herbicida da classe química dos pesticidas piridílicos, também conhecidos por pesticidas "*quats*", que compreendem um grupo pequeno de compostos largamente utilizados em vários países. Tradicionalmente, a detecção analítica destes pesticidas é realizada utilizando-se técnicas cromatográficas.

O objetivo deste trabalho foi aplicar a múltipla voltametria de onda quadrada (MSWV)[1] para desenvolver um procedimento eletroanalítico de detecção deste pesticida, que possibilitasse alcançar limites de detecção tão sensíveis quanto os obtidos por técnicas convencionais (< 10 μg L^{-1}).

Resultados e Discussão

O pesticida diquat apresentou resposta voltamétrica bem definida sobre microeletrodo de ouro (Au-ME), com a presença de dois picos voltamétricos bem definidos, sendo pico 1 em torno de -600 mV e pico 2 em torno de -1000 mV vs Ag/AgCl 3,0 mol L^{-1}.

Após a otimização experimental e voltamétrica a programação da MSWV foi realizada utilizando-se 8 pulsos de potencial de iguais amplitudes dentro de um mesmo degrau de potencial. Contudo, dois modos de aplicação dos pulsos foram avaliados: (1) todos os pares de pulso são aplicados num mesmo sentido – pulsos simétricos e (2) cada par de pulsos é aplicado em direção oposta – pulsos assimétricos.

Curvas analíticas foram construídas utilizando-se as técnicas de SWV e MSWV no modo simétrico e assimétrico, afim de se comparar a eficiência da aplicação dos múltiplos pulsos e dos modos de aplicação dos pulsos na sensibilidade analítica.

A dependência linear das correntes de pico com a concentração de pesticida em solução, possibilitou o calculo dos limites de detecção para os três conjuntos de curvas, onde o menor limite de detecção e conseqüentemente, a melhor sensibilidade foi obtida com a utilização da MSWV com aplicação de 8 pares de pulsos de potencial dentro de um mesmo degrau de potencial, sendo que estes pares de pulsos foram aplicados num mesmo sentido e todos apresentaram a mesma duração. O aumento na sensibilidade analítica, comparando-se SWV e MSWV foi de cerca de 3 vezes

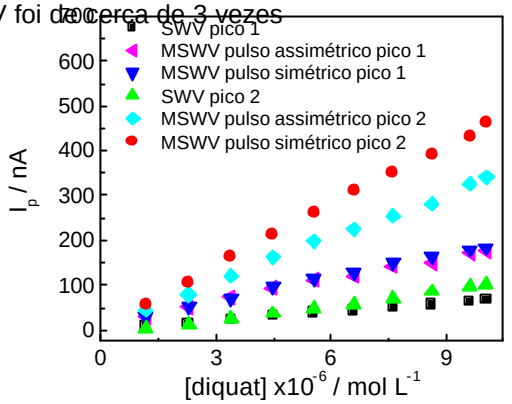

Figura 1: Resultados obtidos a partir das regressões lineares das curvas analíticas obtidas para o diquat, utilizando-se SWV e MSWV em eletrólito puro.

A Tabela abaixo mostra o resumo dos resultados obtidos considerando-se a MSWV no modo simétrico.

Tabela 1: Resultados obtidos com a regressão linear das curvas de trabalho para o diquat em Au-ME considerando-se o uso MSWV com pulso simétrico.

parâmetros	Pico 1	Pico 2
r	0,9980	0,9975
S_b (A)	2,544x10^{-12}	2,975x10^{-11}
s (A / mol L^{-1})	1,728x10^{-2}	4,481x10^{-2}
LD (μg L^{-1})	0,159	0,721 ppb
LQ (μg L^{-1})	0,533	1,199 ppb
Recuperação	103,59	108,27

Conclusões

Os resultados obtidos com o uso da MSWV modo simétrico, para os dois picos de redução do pesticida diquat sobre Au-UME apresentaram valores cerca de duas ordens de grandeza mais sensíveis que aqueles obtidos pela SWV e se mostraram muito apropriados para a determinação de ultratraços de paraquat em águas naturais, onde o limite máximo de resíduos recomendado pela Comunidade Européia é de 10 μg L^{-1}.

Agradecimentos

CNPq (151737/2005-3) e FAPESP (03/12926-3).

[1] De Souza, D.; Pires, R. C.; Machado, S. A. S.; *Talanta*, **2006**, no prelo.