

Determinação eletroanalítica do herbicida Diquat em amostras de batatas utilizando eletrodo sólido de amálgama de prata

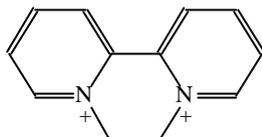
Luisa Célia Melo¹ (PG), Giancarlo R. Salazar-Banda² (PQ), Pedro de Lima-Neto¹ (PQ), Sergio A. S. Machado² (PQ), Djenaine De Souza³ (PQ), Adriana N. Correia^{1*} (PQ) e-mail: adriana@ufc.br

¹DQAFQ - UFC, ²IQSC - USP, ³DQ - UFSCar

Palavras Chave: Diquat, AgSAE, SWV

Introdução

O Diquat (brometo de 1,1'-etileno-2,2'-bipiridílio) é um herbicida que possui alta toxicidade em seres humanos e mamíferos em geral. Por sua natureza catiônica, há inconvenientes na sua determinação analítica, sendo necessárias técnicas de preparação envolvendo extração em fase sólida ou etapas de derivatização da molécula. Assim, o objetivo deste trabalho foi desenvolver um procedimento sensível e rápido para quantificação deste herbicida em amostras de batatas, utilizando-se eletrodo sólido de amálgama de prata (AgSAE) aliado à técnica de voltametria de onda quadrada (SWV).



Resultados e Discussão

SWV foi utilizada para o desenvolvimento do procedimento eletroanalítico, utilizando os seguintes parâmetros: meio $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$ $0,01 \text{ mol L}^{-1}$, frequência de aplicação de pulsos de potenciais de 100 s^{-1} , amplitude de pulsos de 30 mV e incremento de varredura de 2 mV . Nestas condições, observou-se que valores de corrente de pico (I_p) aumentaram proporcionalmente com a concentração de Diquat, possibilitando o cálculo dos valores de limite de detecção (LD) e de quantificação (LQ), utilizando-se as relações: $\text{LD} = 3S_B / s$ e $\text{LQ} = 10S_B / s$, onde S_B é o desvio padrão de dez medidas do branco e s é a inclinação da curva analítica.

Os resultados obtidos foram comparados com experimentos de cromatografia líquida de alta eficiência (HPLC), realizados em condição isocrática em um sistema HPLC Shimadzu (modelo SCL-10 AVP) com detector espectrofotométrico UV/Vis (SPD-10 AVP). A coluna cromatográfica utilizada foi STR ODS-II LC-18 (250 x 4,6 mm, com tamanho de partícula de $5 \mu\text{m}$). A fase móvel usada foi NaCl/acetonitrila/água (60:40 v/v), com NaCl $0,14 \text{ mol L}^{-1}$ pH ajustado para 2,2 com HCl $1,0 \text{ mol L}^{-1}$. O fluxo da fase móvel foi de $1,0 \text{ mL min}^{-1}$ e o volume de injeção de amostra foi de $20 \mu\text{L}$ com comprimento de onda igual a 310 nm .

A eficiência da recuperação também foi calculada obtendo-se uma média de 99,78%, com desvio padrão relativo (RSD) igual a 1,9 % para $n = 3$

considerando o uso da SWV. Para os experimentos de HPLC resultados da recuperação foram de 94,23%, com RSD igual a 4,1%.

A Tabela 1 apresenta o resumo dos resultados obtidos utilizando-se SWV e HPLC, onde é possível observar que LD e LQ apresentaram valores abaixo do máximo permitido pela legislação brasileira para amostras de alimentos ($70 \mu\text{g L}^{-1}$).

Tabela 1 Parâmetros analíticos para determinação de Diquat utilizando SWV e HPLC.

Parâmetros	AgSAE	HPLC
r	0,9993	0,9993
s	$0,6307 \text{ A/mol L}^{-1}$	$0,012 \text{ ua/mol L}^{-1}$
LD ($\mu\text{g L}^{-1}$)	9,98	9,87
LQ ($\mu\text{g L}^{-1}$)	33,28	32,91
Rec. (%)	99,78	94,23
RSD (%)	1,9	4,08

O procedimento eletroanalítico utilizando-se AgSAE foi utilizado para determinação de Diquat em amostras de batata. Para isto, 10 g de batata foram inseridas em um béquer contendo 20 mL de $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$ $0,01 \text{ mol L}^{-1}$, artificialmente contaminadas com $1,0 \times 10^{-5} \text{ mol L}^{-1}$ de Diquat e mantidas sob agitação por 30 minutos. Após este tempo, as amostras foram centrifugadas a 1500 rpm por 5 minutos e uma alíquota de 1,0 mL foi adicionada à célula eletroquímica contendo eletrólito de suporte. Curvas de recuperação foram construídas utilizando-se o método de adição de padrão. Os resultados de concentração calculados foram avaliados por parâmetros estatísticos, onde a média de recuperação de 86,00% foi observada, com RSD igual a 3,4% para $n = 3$.

Conclusões

O procedimento desenvolvido utilizando AgSAE aliado a SWV, apresentou excelentes sensibilidade, estabilidade, reprodutibilidade, tornando este tipo de material eletrodico uma excelente alternativa para a determinação de traços de Diquat em amostras complexas, como batata, minimizando os custos e o

Sociedade Brasileira de Química (SBQ)

tempo necessários em etapas de derivatização ou pré-condicionamento para as amostras.

Agradecimentos

UFC, CNPq (473470/2006-3 e 150610/2007-6).