

Determinação sonovoltamétrica de metilparation e de 4-nitrofenol em amostras de alimentos usando eletrodos de diamante

Gustavo S. Garbellini* (PG), Luis Alberto Avaca (PQ) *chokito@iqsc.usp.br.

GMEME – Instituto de Química de São Carlos, Universidade de São Paulo, CP 780, CEP 13560-970, São Carlos, SP.

Palavras Chave: pesticidas, alimentos, sonovoltametria, eletrodo de diamante.

Introdução

A determinação de resíduos de pesticidas e de seus produtos de degradação em alimentos é de extrema importância. Neste sentido, os métodos eletroanalíticos apresentam problemas de adsorção destes analitos e de componentes das matrizes nas diferentes superfícies eletródicas, diminuindo a sensibilidade desses métodos de detecção.

Diante disso, o ultra-som tem sido utilizado em eletroanálise dessa natureza, melhorando a sensibilidade e a reprodutibilidade das medidas. Isto é devido ao aumento do transporte de massa e à limpeza da superfície eletródica, proporcionados pelo ultra-som. O objetivo desse trabalho é mostrar as vantagens da detecção sonovoltamétrica do metilparation em amostras de batata e milho e do 4-nitrofenol em amostra de laranja utilizando o eletrodo de diamante dopado com boro (DDB).

Resultados e Discussão

Para as medidas eletroquímicas, foi utilizada uma célula eletroquímica com entrada para a ponteira do ultra-som e para os eletrodos: Ag/AgCl (referência), placa de platina (auxiliar) e o DDB (trabalho). Antes de cada curva analítica, o DDB recebeu um pré-tratamento de +3,0 V e -3,0 V durante 5 e 30 s, respectivamente, em uma solução de H_2SO_4 0,5 mol L^{-1} . As amostras de suco de laranja e extratos de batata e de milho foram analisados diretamente sem pré-tratamentos.

As condições sonovoltamétricas para a determinação do metilparation¹ e do 4-nitrofenol² foram previamente definidas, sendo a distância entre o eletrodo de DDB e a ponteira do ultra-som de 5 mm, amplitude de vibração da ponteira (A: 20 %, Potência máxima: 14 W) com aplicação da radiação somente no momento das varreduras. Foram observadas melhoras significativas nas sensibilidades das medidas e também a capacidade do ultra-som de limpar a superfície eletródica de produtos adsorvidos provenientes da oxidação e/ou redução desses analitos.

Inicialmente, foram adicionadas várias alíquotas dessas amostras na célula eletroquímica e realizadas medidas na ausência e na presença do ultra-som nas condições otimizadas de determinação dos analitos. Não foram detectados resíduos do 4-nitrofenol na

amostra de laranja e de metilparation nas amostras de batata e milho. Para se avaliar a possível melhora na sensibilidade do método de detecção, foram

construídas curvas analíticas dos compostos na ausência e na presença do ultra-som em soluções contendo uma quantidade fixa de cada amostra adicionada ao eletrólito suporte.

Observaram-se melhorias nas sensibilidades dos métodos sonovoltamétricos de detecção do 4-nitrofenol na amostra de laranja e do metilparation nas amostras de batata (Figura 1) e milho. Estudos de recuperação dos analitos nas amostras de alimentos a um nível de concentração de 9,0 $\mu\text{mol L}^{-1}$ mostraram resultados satisfatórios, tanto na ausência quanto na presença do ultra-som. As medidas sonovoltamétricas foram realizadas sem a limpeza intermediária da superfície do diamante, facilitando a construção de curvas analíticas.

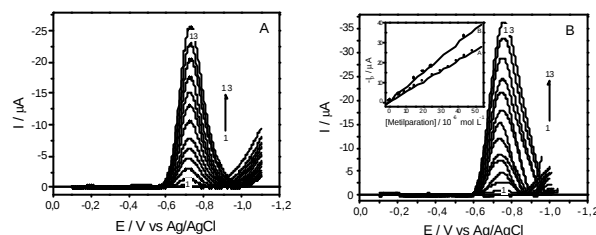


Figura 1. Voltamogramas de onda quadrada para a redução do metilparation em soluções contendo eletrólito suporte e uma quantidade fixa da amostra de batata, na ausência (A) e na presença do ultra-som (B) em concentrações de 1,0 a 48,5 $\mu\text{mol L}^{-1}$ (1-13). Inserção: Comparação entre curvas analíticas.

Conclusões

Os efeitos benéficos do ultra-som possibilitaram uma maior sensibilidade nas determinações voltamétricas dos analitos nas matrizes de alimentos em relação aos métodos desenvolvidos na ausência da radiação.

Agradecimentos

CNPq (Proc. 142930/2005-9)

¹ Garbellini, G. S.; Avaca, L. A. Proceedings of the 16º Encontro da SBQ Regional, **2007**, EQ 01.

² Garbellini, G. S.; Salazar-Banda, G. R.; Avaca, L. A. *J. Braz. Chem. Soc.* **2007**, 18, 1095.