

# Detecção eletroquímica de sulfametoxazol e trimetoprima sobre eletrodo de DDB através de voltametria de pulso diferencial

Leonardo S. Andrade (PG), Romeu C. Rocha-Filho (PQ), Quézia B. Cass (PQ)

& Orlando Fatibello-Filho (PQ)

\*ls\_andrade@yahoo.com.br

Palavras Chave: *Diamante dopado com boro (DDB), voltametria de pulso diferencial, sulfametoxazol, trimetoprima* composto de acordo com os voltamogramas de pulso diferencial de cada composto (Figura 1).

## Introdução

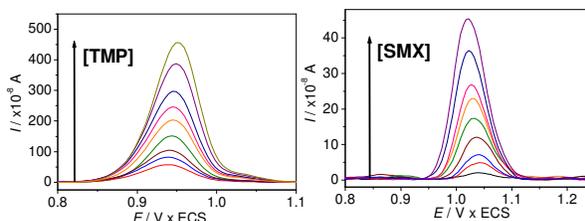
A combinação trimetoprima com sulfametoxazol (SMX-TMP) tem sido comumente utilizada no setor da agropecuária leiteira para o tratamento de animais visando prevenir infecções respiratórias e mastite. Entretanto, o uso desses produtos pode causar a presença de resíduos não desejados no leite, carne etc. O limite máximo permitido de sulfonamidas em leite é de apenas 100 µg/kg, de acordo com o código de regulamentação federal dos EUA (FDA)<sup>1</sup>. Por esse motivo, a busca por técnicas analíticas que sejam capazes de fornecer limites de detecção extremamente baixos tem sido cada vez mais necessária. Os métodos eletroanalíticos satisfazem este critério e o uso de eletrodos de diamante dopado com boro (DDB), combinando suas propriedades únicas com a sensibilidade da voltametria de pulso diferencial (VPD), faz que se possa alcançar limites de detecção comparáveis aos das técnicas cromatográficas. Assim, o objetivo deste trabalho foi *desenvolver uma metodologia eletroanalítica para a determinação simultânea de SMX-TMP em tampão de Britton-Robinson (B-R), utilizando a VPD e um eletrodo de DDB.*

## Material e Métodos

Utilizou-se um eletrodo de DDB com dopagem de 8000 ppm de boro (CSEM, Neuchatêl, Suíça). Para obtenção de melhor resposta do DDB com relação à SMX e TMP, foi feito um pré-tratamento anódico (0,5 A/cm<sup>2</sup>, 60 s, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0,5 mol L<sup>-1</sup>). Soluções padrão de SMX e TMP foram preparadas na concentração de 1,0 mmol L<sup>-1</sup> em tampão B-R 0,04 mol L<sup>-1</sup> (pH 2). As medidas eletroquímicas foram realizadas utilizando diretamente as amostras sem nenhum tratamento prévio, sendo apenas diluídas no eletrólito suporte (B-R 0,04 mol L<sup>-1</sup>). Utilizou-se uma célula eletroquímica com um adaptador especial para fixar o eletrodo de DDB à célula, com auxílio de um anel de borracha. A área exposta do eletrodo era de 0,62 cm<sup>2</sup>. Um eletrodo de calomelano saturado foi utilizado como eletrodo de referência e como eletrodo auxiliar foi utilizado uma placa de Pt.

## Resultados e Discussão

Após a otimização dos parâmetros de VPD ( $a = 40$  mV,  $v = 50$  mV/s e rampa de 5,0 V) em função das respostas voltamétricas dos compostos SMX e TMP, curvas analíticas foram construídas para cada



**Figura 1** - Voltamogramas de pulso diferencial para diferentes concentrações dos compostos.

Os valores de corrente de pico anódico registrados apresentaram uma relação linear com a concentração para cada um dos compostos, no intervalo de 0,10 µmol L<sup>-1</sup> a 1,0 µmol L<sup>-1</sup>. As respectivas equações são representadas por  $(I_{pa}/10^{-8}A) = 19,6 + 4,49 \times 10^8 [TMP]$  e  $(I_{pa}/10^{-8}A) = -2,19 + 0,478 \times 10^8 [SMX]$ . Os coeficientes de correlação foram de 0,999 ( $n = 3$ ) e os limites de detecção foram de  $0,98 \times 10^{-8}$  mol L<sup>-1</sup> (TMP) e  $1,85 \times 10^{-8}$  mol L<sup>-1</sup> (SMX). Os limites de quantificação foram de  $3,27 \times 10^{-8}$  mol L<sup>-1</sup> (TMP) e  $6,17 \times 10^{-8}$  mol L<sup>-1</sup> (SMX). Também foram realizados testes (em triplicata) de adição e recuperação aparente de TMP e SMX nas concentrações de 0,25, 0,45 e 0,70 µmol L<sup>-1</sup>, com as recuperações variando entre 98,8% e 106%. O mesmo procedimento foi adotado na análise simultânea dos dois compostos, utilizando a metodologia de separação dos picos por deconvolução. As curvas foram obtidas em três condições: a) equimolar; b) fixando a [SMX] (0,20 µmol L<sup>-1</sup>) e variando a [TMP] e c) fixando a [TMP] (0,20 µmol L<sup>-1</sup>) e variando a [SMX]. Todas as curvas obtidas apresentaram boa linearidade (de 0,15 a 1,0 µmol L<sup>-1</sup>) e as recuperações aparentes variaram entre 91,6% e 118%.

## Conclusões

A partir dos resultados obtidos, pode-se concluir que o eletrodo de DDB apresenta boa eficiência e seletividade para a determinação simultânea de TMP e SMX usando-se a técnica de VPD.

## Agradecimentos

À Fapesp e ao CNPq.

<sup>1</sup> Pereira, A. V. & Cass, Q. B. *J Chromatogr. B.* 2005, 139, 826.