Aplicabilidade do eletrodo de diamante dopado com boro na quantificação do herbicida Diquat em amostras complexas

Luisa Célia Melo¹ (PG), Sérgio A. Spinola Machado² (PQ), Pedro de Lima-Neto¹ (PQ), Djenaine De Souza³ (PQ), Adriana Nunes Correia¹ (PQ)

¹DQAFQ - UFC, ²DQ - UFSCar, ³IQSC - USP e-mail: celialcm@yahoo.com.br

Palavras Chave: Diquat, EDDB, Voltametria de Onda Quadrada

Introdução

O eletrodo de diamante dopado com boro (EDDB) é atualmente um dos materiais de maior interesse para aplicação em Eletroanalítica. Dentre suas principais características, destacam-se a larga janela de potencial em meio aquoso e não aquoso e, principalmente, a fraca adsorção de moléculas polares. Por isto, o EDDB tem sido largamente empregado para a determinação eletroanalítica de diferentes tipos de pesticidas. Assim, o objetivo deste trabalho foi avaliar a aplicabilidade desta superfície na quantificação de Diquat (brometo de 1,1'-etileno-2,2'-bipiridílio) em amostras complexas, como batata e suco de laranja.

Resultados e Discussão

Testes preliminares utilizando a técnica de voltametria de onda quadrada (VOQ), solução de Diquat em meio de Na₂B₄O₇ 0,05 mol L⁻¹, e varreduras de potenciais no intervalo 0,0 V a -1,2 V mostraram que, nestas condições, o Diquat apresenta dois picos de redução, sendo um em -0,6 V e outro em -1,0 V.

A análise das componentes de corrente da VOQ e os dados obtidos com os experimentos de voltametria cíclica indicaram que o processo redox para ambos os picos envolveu uma reação catalítica com transferência irreversível de carga. As correntes de pico observadas para o pico 1 apresentaram maior intensidade. Além disto, o pico 2 apresentou características fortemente adsorptivas, dificultando as análises. Assim, toda a otimização experimental foi realizada considerando-se apenas o pico 1.

Os parâmetros experimentais e voltamétricos foram avaliados e as melhores respostas, considerando-se a intensidade de corrente e o perfil do pico voltamétrico, foram obtidas em meio de Na₂B₄O₇ 0,05 mol L⁻¹, frequência de aplicação de pulsos de potenciais de 40 s⁻¹, amplitude de pulsos de 40 mV e incremento de varredura de 2 mV. Desta forma, curvas analíticas foram construídas utilizando-se o método de adição de padrão, e os valores de limite de detecção (LD) e de quantificação (LQ) foram calculados seguindo-se os critérios definidos pela IUPAC. Além disto, a repetibilidade e a reprodutibilidade do procedimento foram avaliadas, estado apresentadas na Tabela 1.

Tabela 1: Parâmetros analíticos para determinação do Diquat sobre EDDB utilizando VOQ.

Parâmetros	Pico 1
Linearidade	9,99x10 ⁻⁸ a 9,90x10 ⁻⁷ mol L ⁻¹
r	0,9944
S _b (A)	3,625x10 ⁻¹⁰
s (A / mol L ⁻¹)	6,4926
LD (mol L ⁻¹)	1,592x10 ⁻¹⁰ (0,058 µg L ⁻¹)
LQ (mol L ⁻¹)	5,308x10 ⁻¹⁰ (0,192 µg L ⁻¹)
Repetibilidade (%)	0,77 (n=10)
Reprodutibilidade (%)	2,24 (n=5)

A eficiência do procedimento foi avaliada em eletrólito puro e em amostras de batata e de suco de laranja. Estas amostras foram contaminadas artificialmente, seguindo-se procedimentos da literatura, e então utilizadas nos experimentos voltamétricos. Todos os resultados obtidos foram empregados na avaliação da potencialidade do EDDB em determinar o herbicida Diquat em amostras complexas, sem perdas na sensibilidade e seletividade das respostas em função dos interferentes contidos em cada uma das amostras. Os resultados obtidos para as curvas de recuperação estão apresentados na Tabela 2.

Tabela 2. Resultados obtidos para curvas de recuperação de Diquat em eletrólito puro, batata e suco de laranja sobre EDDB por VOQ.

Amostras	[Diquat] _{adíc} (mol L ⁻¹)	[Diquat] _{recup} (mol L ⁻¹)	Recuperação (%)
Eletrólito	2,991x10 ⁻⁷	2,641x10 ⁻⁷	88,29
Batata	2,913 x10 ⁻⁷	2,642x10 ⁻⁷	90,70
Laranja	2,941x10 ⁻⁷	2,600x10 ⁻⁷	88,40

Conclusões

Os resultados obtidos utilizando EDDB aliado à VOQ apresentaram uma excelente sensibilidade, caracterizada por valores de LD e LQ abaixo do máximo permitido pela legislação brasileira para amostras de alimentos (70 µg L⁻¹). Os valores de recuperação obtidos em eletrólito puro e nas amostras de batata e de suco de laranja foram satisfatórios, indicando a baixa sensibilidade do EDDB a efeitos de interferentes em amostras complexas. Assim, o procedimento eletroanalítico empregado pode ser considerado excelente alternativa para a determinação de traços de Diquat em amostras complexas.

Agradecimentos

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