

Procedimentos eletroanalíticos para determinação do herbicida diquat em amostras complexas

Luisa Célia Melo Pacheco* (PG), Pedro de Lima-Neto (PQ), Djenaine De Souza (PQ), Adriana N. Correia (PQ)

Grupo de Eletroquímica de Corrosão - DQAFQ- UFC, Fortaleza-CE, Brasil

e-mail: celialcm@yahoo.com.br

Palavras Chave: Diquat, eletrodo sólido de amálgama dentária, eletrodo de diamante dopado com boro.

Introdução

Os procedimentos eletroanalíticos têm sido utilizados com sucesso para a quantificação de resíduos de pesticidas em amostras de águas naturais e também em amostras de alimentos *in natura*. Estes procedimentos são convenientes principalmente na determinação de compostos que apresentem dificuldades no processo de análise química.

O herbicida *diquat* (brometo de 1,1'-etileno-2,2'-bipiridílio) é um exemplo, pois sua natureza catiônica exige que etapas prévias de extração e pré-concentração, bem como o uso de surfactantes como fase móvel, sejam empregados para o sucesso nos resultados.

Assim, este trabalho teve como objetivo mostrar duas propostas de procedimentos eletroanalíticos, com elevada sensibilidade, reprodutibilidade, eficiência e robustez para quantificação deste herbicida em amostras complexas.

Resultados e Discussão

Neste trabalho foram empregadas duas superfícies eletródicas: eletrodo sólido de amálgama de dentária (EAD) e eletrodo de diamante dopado com boro (EDDB), aliados à técnica de voltametria de onda quadrada (VOQ). Experimentos em meio de solução de $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$ $0,05 \text{ mol L}^{-1}$ mostraram que o *diquat* apresenta dois picos de redução, em $-0,6 \text{ V}$ e em $-0,95 \text{ V}$ vs. $\text{Ag}/\text{AgCl}/\text{Cl}^-$ (KCl saturado). O pico em $-0,9 \text{ V}$ apresentou maior sensibilidade analítica nas superfícies eletródicas utilizadas.

Sobre EAD a otimização dos parâmetros resultou em $f = 100 \text{ s}^{-1}$, $a = 50 \text{ mV}$ e $\Delta E_s = 2 \text{ mV}$. Sobre EDDB, $f = 40 \text{ s}^{-1}$, $a = 40 \text{ mV}$, $\Delta E_s = 2 \text{ mV}$.

Curvas analíticas foram construídas, permitindo o cálculo dos limites de detecção (LD) e de quantificação (LQ). Os resultados obtidos com EAD e EDDB foram comparados com resultados obtidos pela utilização de cromatografia líquida de alta eficiência com detector na região do ultravioleta e do visível (HPLC/UV-Vis). Os parâmetros analíticos avaliados estão apresentados na Tabela 1.

Os valores de LD e LQ calculados indicam que o procedimento eletroanalítico utilizando-se EAD apresentou sensibilidade analítica similar àquela obtida com o emprego de HPLC. Entretanto, o uso de EDDB possibilitou a determinação eletroanalítica de *diquat* com sensibilidade cerca de duas ordens de grandeza maior, indicando que EDDB apresenta elevada potencialidade como sensor para *diquat*.

Tabela 1. Parâmetros analíticos para determinação de *diquat* utilizando procedimentos eletroanalíticos e cromatográfico^{1, 2}.

Parâmetros	EAD	EDDB	HPLC
r	0,9993	0,9944	0,9993
s	0,6307 A/mol L^{-1}	6,4926 A/mol L^{-1}	0,012 u.a./mol L^{-1}
LD ($\mu\text{g L}^{-1}$)	9,98	0,057	9,87
LQ ($\mu\text{g L}^{-1}$)	33,28	0,192	32,91
Recuperação (%)	99,78 $\pm$ 1,9	88,30 $\pm$ 2,7	94,24 $\pm$ 4,1
Repetibilidade (%)	1,93 (n=10)	0,77 (n = 10)	-
Reprodutibilidade(%)	1,71 (n=5)	2,24 (n = 5)	-

Os procedimentos eletroanalíticos propostos foram utilizados com sucesso para determinação de *diquat* em amostras complexas, tais como água de rio e amostras de alimentos *in natura*, com excelente eficiência de recuperação, como pode ser visto na Tabela 2.

Tabela 2: Resultados obtidos das curvas de recuperação de *diquat* em amostras complexas.

Recuperação(%)	EAD	EDDB
Água de rio	115,7 $\pm$ 2,7	-
Batata	86,0 $\pm$ 3,4	90,7 $\pm$ 3,2
Limão	-	107,8 $\pm$ 3,1
Laranja	-	91,7 $\pm$ 5,0

Conclusões

Os procedimentos desenvolvidos utilizando DAE e EDDB, aliados a VOQ, exibiram ótima sensibilidade, estabilidade, reprodutibilidade, sendo portando uma excelente alternativa para determinação de traços de *diquat* em amostras complexas, uma vez que apresentaram LD e LQ abaixo do máximo permitido pela legislação brasileira para amostras de alimentos ($70 \mu\text{g L}^{-1}$).

Agradecimentos

UFC, CNPq (processo 473470/2006-3) e FUNCAP (processo DCR-0039-1.06/09), FINEP.

- 1 - Melo, L. C.; Salazar-Banda, G. R.; Machado, S. A. S.; Lima-Neto, P.; De Souza, D.; Correia, A. N.; **Talanta** 79 (2009) 1216.
- 2 - Melo, L. C.; Lima-Neto, P.; De Souza, D.; Correia, A. N.; **Anal. Quim. Acta**, submetido.