

ESTUDO ELETROANALITICO DE CLOROTALONIL SOBRE ELETRODOS DE DIAMANTE DOPADO COM BORO.

Rafaela F. França (PG)¹, Hueder Paulo M. de Oliveira (PQ)¹, Lucia Codognoto (PQ)^{2*}

¹Universidade Camilo Castelo Branco / Rod. Presidente Dutra Km 139, São José dos Campos, SP - Brasil.

² Universidade Federal de São Paulo, Departamento de Ciências Exatas e da Terra, Diadema, SP – Brasil.
e-mail: lucia.codognoto@unifesp.br

Palavras Chave: eletrodos de diamante, pesticidas, eletroanalítica, contaminantes ambientais.

Introdução

O clorotalonil (CTL), **Figura 1**, é um pesticida empregado na aplicação foliar de diversas culturas como citros, maçã, banana, mamão, morango, tomate, uva, alface, etc. De acordo com a Agência Nacional de Vigilância Nacional (ANVISA)¹, o limite máximo de resíduos (LMR) para o CTL tem valores entre de 0,1 e 10,0 mg / kg, dependendo do tipo de cultura. Resíduos deste composto podem causar riscos à saúde e ao ambiente e, na maioria das vezes, não é imediatamente aparente ou conhecido. Assim, há a necessidade de um intenso empenho da comunidade científica no desenvolvimento de procedimentos analíticos eficientes, rápidos e de baixo custo para o monitoramento de pesticidas em águas naturais e alimentos.

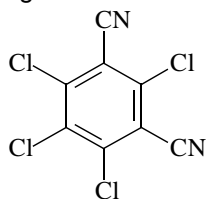


Figura 1: Fórmula estrutural do CTL

Desta forma, o objetivo deste trabalho foi o o estudo eletroquímico e desenvolvimento de uma metodologia eletroanalítica, utilizando o eletrodo de Diamante Dopado com Boro (BDD) e a voltametria de onda quadrada (SWV), para a quantificação clorotalonil.

Resultados e Discussão

As medidas eletroquímicas foram realizadas utilizando-se um potenciostato/galvanostato AUTOLAB® PGSTAT128N, uma célula compostas por um eletrodo de referencia Ag/AgCl (KCl 3,0 mol L⁻¹), um eletrodo auxiliar de platina e um eletrodo de trabalho de BDD. O pesticida CTL foi preparado na concentração de 1,0x10⁻³ mol L⁻¹ em acetonitrila e as demais soluções foram obtidas a partir desta.

Estudos iniciais foram realizados utilizando-se a voltametria de onda quadrada e mostraram que o CTL apresenta dois picos de redução com potenciais de pico em torno de -1,07 V e -1,2 V sobre o eletrodo de BDD, em pH 8,0, com características de processos irreversíveis, uma vez que não existe pico na varredura (**Figura 2**).

Cabe ressaltar que a obtenção do sinal de redução do CTL, sem a influência da reação de redução da água, considerando eletrodos sólidos, somente foi possível sobre o eletrodo de BDD, em função da sua larga janela eletroquímica.

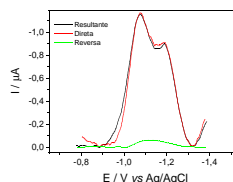


Figura 2: Voltamogramas de onda quadrada do CTL 2,5x10⁻⁵ mol L⁻¹ (f = 100 s⁻¹, a = 50 mV e ΔE_s = 2mV).

Foi observado que o pH do meio influencia na resposta voltamétrica do CTL, de modo que não foram observados picos de redução para o CTL em valores de pH menores que 4,0, isto ocorre porque para valores de pH inferiores a reação de redução da água se sobrepõe ao sinal do CTL, devido a alta corrente proveniente da decomposição do eletrólito suporte. Para valores de pH superiores a 4,0 observou-se a formação de dois picos de redução para CTL (-1,07 V e -1,2 V) e para valores de pH superiores a 7,0 tem-se a presença de um terceiro pico de redução em torno (-1,4 V). Pode-se observar que não ocorrem mudanças significativas no potencial de pico com a variação do pH do meio. Todos os demais estudos foram realizado em pH 8,0 (Na₂HPO₄ de 0,1 mol L⁻¹), indicando que o processo eletroquímico não depende de protonação.

De acordo com os critérios de diagnostico da SWV, os dois picos obtidos para o CTL (pH 8,0) apresentaram características de processos controlados pela adsorção das espécies.

A curva analítica para o CTL foi obtida utilizando-se a SWV e considerando-se o pico de redução em 1,07 V, no intervalo de concentração de 1,2x10⁻⁷ a 4,0x10⁻⁶ mol L⁻¹, a sensibilidade e a linearidade obtidas foram de 0,28 A/mol L⁻¹ e 0,997, respectivamente. O LOD foi de 4,0x10⁻⁸ mol L⁻¹ (13 µg L⁻¹) e o valor de LOQ foi de 2,2x10⁻⁷ mol L⁻¹ (30 µg L⁻¹). O desvio padrão relativo (RSD) para uma concentração de CTL de 2,0x10⁻⁶ mol L⁻¹ foi de 1,5 % (n = 10).

Conclusões

O LMR para CTL tem valores entre de 0,1 e 10,0 mg / kg, dependendo do tipo de cultura. Assim, o valor de LOQ (30 µg L⁻¹) encontrado, utilizando a SWV e o eletrodo de BDD, para quantificação de CTL indica que a metodologia desenvolvida pode ser uma alternativa promissora para a quantificação deste composto.

Agradecimentos

Fapesp, CNPq e Capes

¹www.anvisa.org.br