

# 57º CONGRESSO BRASILEIRO DE QUÍMICA



*“ Megatendências: Desafios e oportunidades para o futuro da Química. ”*

📍 GRAMADO / RS  
📅 23 A 27 DE OUTUBRO DE 2017

Centro de Eventos da FAURGS

## DESENVOLVIMENTO DE MÉTODO ESPECTROFOTOMÉTRICO PARA DETERMINAÇÃO DE BENDIOCARB

### Autores

<sup>1</sup>Mazzini, L.F.M.; <sup>2</sup>Almeida, C.A.; <sup>3</sup>Oliveira, A.F.; <sup>4</sup>Queiroz, M.E.L.R.; <sup>5</sup>Neves, A.A.; <sup>6</sup>Guezuguan, S.M.; <sup>6</sup>Silva, M.R.F.

### Resumo

Bendiocarb é um pesticida usando amplamente na agricultura para o controle de moscas e insetos e para o controle da malária. Ele pertence a família dos pesticidas carbamatos, que por sua vez possuem a propriedade de inibir a acetilcolinesterase, provocando diferentes efeitos no organismo. Dessa forma, é necessário um método simples, sensível e de baixo limite de detecção para a quantificação desse composto no meio ambiente. O objetivo desse trabalho foi o desenvolvimento de um método espectrofotométrico para a determinação desse pesticida, baseado na reação de gries. Foi feito a otimização do método utilizando um planejamento fatorial com ponto central, com seleção de variáveis tipo stepwise. Foi verificado que o pH e a concentração de nitrito influenciam o sistema estudado.

### Palavras chaves



Pesticidas; leishmaniose visceral ; FICAM

## Introdução

Bendiocarb (2,3-isopropileno-dioxifenil metilcarbamato) pertencente a família de pesticidas carbamatos. É um pesticida usado extensivamente para o controle de moscas e mosquitos, pragas domésticas e agrícolas (Flesarova et al., 2007; Apaydin et al., 2017), controle da malária (Polláková et al., 2012). O produto de bendiocarb mais conhecido é o Ficam (Flesarova et al., 2007). A toxicidade dos carbamatos relaciona-se com a propriedade de inibir a acetilcolinesterase (Flesarova et al., 2007; Holovska et al., 2014), permitindo a acumulação de acetilcolina, provocando assim diferentes efeitos, como descoordenação muscular e tremores, desconforto no peito, diminuiu irregularidades coração, pulso e perda de reflexos (Holovska et al., 2014). Para estudos de resistência do inseto, ou de estabilidade do inseticida em diferentes condições ambientais é necessário um método analítico simples, seletivo e com bom baixo limite de detecção. Nesse trabalho foi proposto um método para a determinação espectrofotométrica do Bendiocarb baseado na reação de Griess. Após a hidrólise do pesticida, o produto reage com um sal diazônio preparado in situ.

## Material e métodos

Os reagentes utilizados nesse trabalho foram todos de grau analítico e foram preparados utilizando água tipo 1 (Milli-Q® System, Millipore, EUA). O Bendiocarb utilizado foi extraído e purificado a partir do produto comercial (Ficam, Bayer). Para otimização do método proposto foi utilizado um planejamento fatorial completo com três pontos centrais. As variáveis utilizadas foram: (A) pH (9,0 e 10,0), (B) concentração de nitrito de sódio (0,1 e 0,5% (m/v)) e (C) concentração de sulfanilamida (500 a 1500 mg/L). Foram obtidas duas curvas analíticas do inseticida nas concentrações de 50, 100, 150 e 175 mg/L, para cada ponto do planejamento experimental. No ponto central as curvas analíticas obtidas foram realizadas em triplicata. Foi obtido para cada ponto do planejamento uma equação de otimização a partir do modelo de regressão linear múltipla com seleção de variáveis tipo stepwise (DRAPER & SMITH, 1966) para obter o modelo mais simples que explique a influência das variáveis sobre a resposta estudada. Foi utilizado como resposta para interpretação das variáveis que influenciam o sistema, a inclinação da curva analítica. As leituras das amostras foram realizadas utilizando um espectrofotômetro (USB+ 2000, Oceans Optic, Brasil) na faixa de 380 nm a 1100 nm, utilizando cubeta de vidro de 10,0 mm de caminho óptico. Todos os dados foram tratados em planilhas eletrônicas Microsoft Excel (2003-2010) e nos softwares OriginPro 8.0 (LabOrigin) e Statistica 8.0 (StatSoft). Para a caracterização e validação do método proposto, foram avaliadas as figuras de mérito: qualidade do ajuste do modelo; faixa analítica; limite de detecção (LOD); limite de quantificação (LOQ) e precisão (através de medidas de repetibilidade).

## Resultado e discussão

O diazocomposto formado apresentou uma banda larga com máximo de absorção em 450 nm, que foi utilizado para a construção da curva analítica para cada experimento. As curvas analíticas apresentaram comportamentos entre linear e quadrático. A inclinação de cada curva analítica foi

utilizada como resposta no planejamento fatorial. Foi utilizado um modelo de regressão linear múltipla para avaliar a influência das variáveis (codificadas) sobre a resposta. Os coeficientes de cada termo do modelo de regressão linear múltipla que não eram significativos (teste t-Student) foram removidos do modelo e outro modelo obtido. O modelo obtido apresentou coeficiente de determinação ajustado igual a 0,9334 e desvio padrão do resíduo igual a 0,098 L/mg (Eq. 1).  $\hat{Y} = (0,383 \pm 0,075)\text{code}(\text{pH}) + (0,441 \pm 0,049)\text{code}(\text{nitrito}) + 0,451$  onde  $\hat{Y}$  é a resposta usada (inclinação da curva analítica) e 'code', os valores codificados do pH e da concentração de nitrito. A variação do pH afetou a eficiência da reação, assim como a concentração de nitrito. A curva obtida na condição ótima (pH igual a 10; 0,5 % de nitrito e 1,5 g/L de sulfanilamida) apresentou um comportamento linear.  $\hat{A} = (1,28 \pm 0,04) \times (10)^{-3}c - (0,101 \pm 0,004)$ , onde c é concentração de bendiocarb. O coeficiente de determinação foi de 0,9992 e o desvio padrão dos resíduos foi igual a 0,0034. Dessa maneira, o limite de detecção calculado a partir da curva analítica foi igual a 10,6 mg/L e o limite de quantificação de 35,1 mg/L. O coeficiente de variação foi igual a 7,2%. O método otimizado está sendo aplicado na determinação de bendiocarb em tintas contendo o pesticida para controle do vetor da leishmaniose visceral canina.

## Conclusões

O método apresentou figuras de mérito adequadas para a quantificação de bendiocarb, com LOD e LOQ relativamente baixos, além de uma precisão satisfatória. No processo de otimização do método utilizando planejamento fatorial completo com ponto central, conclui-se que quanto maior o pH do meio e quanto maior a concentração de nitrito utilizada, maior a sensibilidade analítica, melhorando assim a resposta obtida.

## Agradecimentos

Os autores agradecem ao CNPq, CAPES e à FAPEMIG pelos apoios financeiros concedidos.

## Referências

APAYDIN, F.G., BAS, H., KALENDER, S., KALENDER, Y. Bendiocarb induced histopathological and biochemical alterations in rat liver and preventive role of vitamins C and E. *Environmental Toxicology and Pharmacology*, v.49, 148-155, 2017.

DRAPER, N.R., SMITH, H. *Applied Regression Analysis* (Wiley Series in Probability and Mathematical Statistics, 1966.

FLESAROVA, S., LUKAC, N., DANKO, J., MASSANYI, P. Bendiocarbamate induced structural alterations in rabbit thymus after experimental peroral administration. *J. Environ. Sci. Health Part B*, v.42 (2007), 329-334, 2007.

HOLOVSKA, K., ALMASIOVA, V., CIGANKOVA, V. Ultrastructural changes in the rabbit liver induced by carbamate insecticide bendiocarb. *J. Environ. Sci. Health Part B*, v.49, 616-623, 2014. ▲

POLLÀKOVÁ, J., KOVALKOVICOVÁ, N., CSANK, T., PISTL, J., KOCISOVÁ, A., LEGÁTH, J. Evaluation of bendiocarb cytotoxicity in mammalian and insect cell cultures. J. Environ. Sci. Health Part B, 47, 538-543, 2012.

## Patrocinadores



## Apoio

